Технічні науки

УДК 66.061.3

Шматок Олексій Іванович
кандидат технічних наук,
старший викладач кафедри біотехніки та інженерії
Національний технічний університет України
«Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського»
Шматок Алексей Иванович
кандидат технических наук,
старший преподаватель кафедры биотехники и инженерии
Национальный технический университет Украины
«Киевский политехнический институт имени Игоря Сикорского»
Shmatok Oleksii
PhD in Engineering Sciences,
Senior Lecturer of Bioengineering and Biotechnics Departament
National Technical University of Ukraine
«Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute»

Посунько Дмитро Вікторович
старший науковий співробітник відділу
тепломасообміну в дисперсних системах
Інститут технічної теплофізики НАН України
Посунько Дмитрий Викторович
старший научный сотрудник отдела
тепломассообмена в дисперсных системах
Институт технической теплофизики НАН Украины
Posunko Dmytro
Senior Scientist of Heat and Mass Transfer in Disperse Systems
Institute of Engineering Thermophysics of NAS of Ukraine

ІНТЕНСИФІКАЦІЯ МАСООБМІННИХ ПРОЦЕСІВ ПРИ ВИЛУЧЕННІ БІОЛОГІЧНО-АКТИВНИХ РЕЧОВИН (БАР) З РОСЛИННОЇ СИРОВИНИ

ИНТЕНСИФИКАЦИЯ МАССООБМЕННЫХ ПРОЦЕССОВ ПРИ ИЗВЛЕЧЕНИИ БИОЛОГИЧЕСКИ-АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ (БАВ) ИЗ РАСТИТЕЛЬНОГО СЫРЬЯ

INTENSIFICATION OF MASS-EXCHANGE PROCESSES IN EXTRACTION BIOLOGICALLY ACTIVE SUBSTANCES (BAS) FROM PLANT RAW MATERIALS

Анотація. *Наводяться результати визначення впливу способу екстрагування БАР на інтенсивність масообмінних процесів. Показано, що реалізація екстрагування омиванням сировини рухомим екстрагентом дозволяє значною мірою інтенсифікувати массообмінні процеси.*

Ключові слова: *БАР, екстрагування, інтенсифікація, мацерація, перколяція.*

Анотация. *Приводятся результаты определения влияния способа экстрагирования БАВ на интенсивность массообменных процессов. Показано, что реализация экстрагирования омыванием сырья движущимся экстрагентом позволяет в значительной мере интенсифицировать массообменные процессы.*

Ключевые слова: *БАВ, экстрагирование, интенсификация, мацерация, перколяция.*

Summary. *The results of determining the influence of the method of extracting biologically active substances on the intensity of mass transfer processes are given. It is shown that the realization of extraction by washing of raw materials with a moving extractant allows to significantly intensify the mass transfer processes.*

Key words: *BAS, extraction, intensification, maceration, percolation.*

Вступ. Для виробництва галенових препаратів у фармацевтичній промисловості широко використовується метод екстракції БАР з рослинної сировини за допомогою рідких екстрагентів. Як екстрагенти найбільш широко використовуються вода, етиловий спирт, їх суміші в різних співвідношеннях, а також різні органічні розчинники [1; 2].

На більшості заводів екстрагування здійснюється малоефективними, трудомісткими і тривалими методами перколяції та мацерації, при цьому час екстрагування БАР становить від 1 до 20 діб. Незважаючи на низьку ефективність мацерація продовжує широко використовуватися, так як одержувані цим способом екстракти містять невелику кількість баластних речовин, що важливо при отриманні екстрактів необхідної у фармації якості [3].

В основі отримання екстрактів лежить комплекс тепломасообмінних процесів: конвективної і молекулярної дифузії, перенесення речовини, що вилучається, з твердої фази в рідку. У процесі екстрагування всередині клітини і на її поверхні під дією екстрагента протікає ряд фізико-хімічних і масообмінних процесів: набухання, осмос, дифузія, розчинення.

При попаданні екстрагента в рослинну сировину він вимиває в першу чергу екстрактивні речовини, що знаходяться на поверхні клітин і з пошкоджених в процесі подрібнення клітин. Проникнення екстрагента крізь клітинні мембрани всередину клітин відбувається значно повільніше.

Після потрапляння екстрагента всередину клітини відбувається її набухання і розчинення екстрактивних речовин, в результаті чого всередині клітини утворюється концентрований розчин, який має великий осмотичний тиск. Паралельно, завдяки градієнту концентрацій, розчинені речовини клітин дифундують крізь клітинні мембрани в екстрагент, що знаходиться поза клітинами. Дифузія і осмос різних речовин протікають з

різною швидкістю. Процес триває до встановлення рівноваги, коли концентрація речовин, що знаходяться в розчині всередині клітин, стає рівною їх концентрації в розчині, що знаходиться поза клітинами [4].

На повноту і швидкість екстрагування впливають такі фактори, як: розмір часток сировини, температура і тривалість процесу, співвідношення між кількістю сировини і екстрагенту, та ряд інших чинників.

Одним з основних способів інтенсифікації процесу екстрагування є зменшення розміру часток рослинної сировини. Від ступеня подрібнення сировини залежить її внутрішній дифузійний опір: зі зменшенням розміру частинок збільшується молекулярна (внутрішня) дифузія, так як стає більше зруйнованих клітин і зменшується шлях для виходу екстрактивних речовин з внутрішніх шарів. Слідом за цим збільшується і зовнішня (конвективна), тобто дифузія від поверхні частинок сировини в екстрагент, і, отже, прискорюється процес масопередачі. Однак, у міру зменшення розміру часток сировини різко погіршуються гідродинамічні умови протікання екстрагента через шар сировини. Дрібні частинки можуть злежуватися при мацерації або виноситись потоком екстрагента при проведенні перколяції, крім того може погіршуватись змочування такої сировини екстрагентом, а також погіршується оновлення екстрагента буля поверхні сировини.

Виходячи з цього, необхідно якісно організувати потік екстрагента через шар подрібненої рослинної сировини, що дозволить поліпшити змочування сировини, забезпечить доставку ненасиченого екстрагента до поверхні частинок сировини і винесення розчинених речовин. Комплекс цих факторів дозволить інтенсифікувати процес екстракції.

Мета. Визначення впливу способу екстрагування БАР на інтенсивність масообмінних процесів.

Методика реалізації. Рослинна сировина екстрагували різними способами: в нерухомому об'ємі екстрагента (мацерація), з рухом

екстрагента через шар сировини в одному напрямку (перколяції), зі знакозмінних рухом екстрагента через шар сировини. Визначали накопичення екстрактивних речовин в екстрагенті в залежності від способу екстрагування і часу проведення процесу.

Матеріали та методи. Об'єктами досліджень були 2 типи рослинної лікарської сировини: квіти календули лікарської (Caléndula officinalis) і кора крушини (Frangula alnus), які екстрагували двома видами екстрагентів: водно-спиртовий розчин (70% об.) і вода, відповідно. Для приготування екстрагентів використовувалася вода дистильована.

Проведення процесу екстрагування проводилось на експериментально-промисловій установці «Сибір-600», розробленій в Інституті технічної теплофізики НАНУ [5]. Установка дозволяє здійснювати різні способи екстрагування, обладнана системами циркуляції екстрагента, підтримки заданої температури ведення процесу. Установка обладнана двома ємностями з касетами для рослинної сировини, проміжнми ємностями з теплообмінниками, продуктовими насосами, фільтрами, системами нагрівання та охолодження теплоносія, трубопровідною і запірною арматурою. При проходженні екстрагента через проміжну ємність з теплообмінником (як теплоносій використовується гаряча вода) підтримується необхідна температура екстрагента (рис.1).

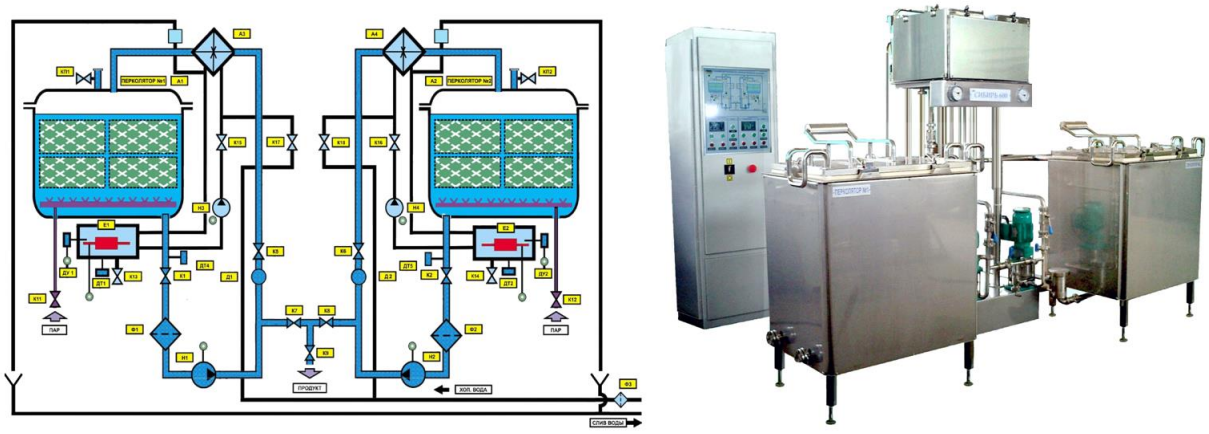


Рис. 1. Принципова схема установки для екстрагування БАР з рослинної сировини «Сибір-600»

Для визначення впливу режиму течії через шар рослинної сировини при екстрагуванні кори крушини (Frangula alnus) водою, розглядалися: екстракція нерухомим екстрагентом, екстрагування з рухом екстрагента через сировину в одному напрямку і екстрагування зі знакозмінним рухом екстрагента, тобто з рухом екстрагента через шар сировини в двох напрямках почергово.

Умови експерименту з екстрагування кори крушини наступні: екстрагент – вода дистильована; температура проведення екстракції – 60 ± 2 °С; розмір часток сировини – 0,5...2,0 мм; співвідношення продукту і екстрагенту – 1:10 (гідромодуль – 10); час екстрагування – 160 хв. Визначався вихід сухих речовин (СР) і антраценів в отриманому екстракті.

Також були проведені досліди з отримання екстракту з квітів календули (Calendula officinalis) за допомогою водного розчину етилового спирту (70% об.). Умови експерименту наступні: температура екстрагування – 35 ± 2 °С, розмір часток – 1,0...3,0 мм; відношення продукту до екстрагенту - 1:10; час екстрагування – 2880 хв (48 годин).

Експерименти проводилися з використанням трьох способів екстрагування: мацерація, перколяція з односпрямованим рухом екстрагента через шар сировини, перколяції зі знакозмінним рухом екстрагента через шар сировини. Кратність повторення експериментів – 3.

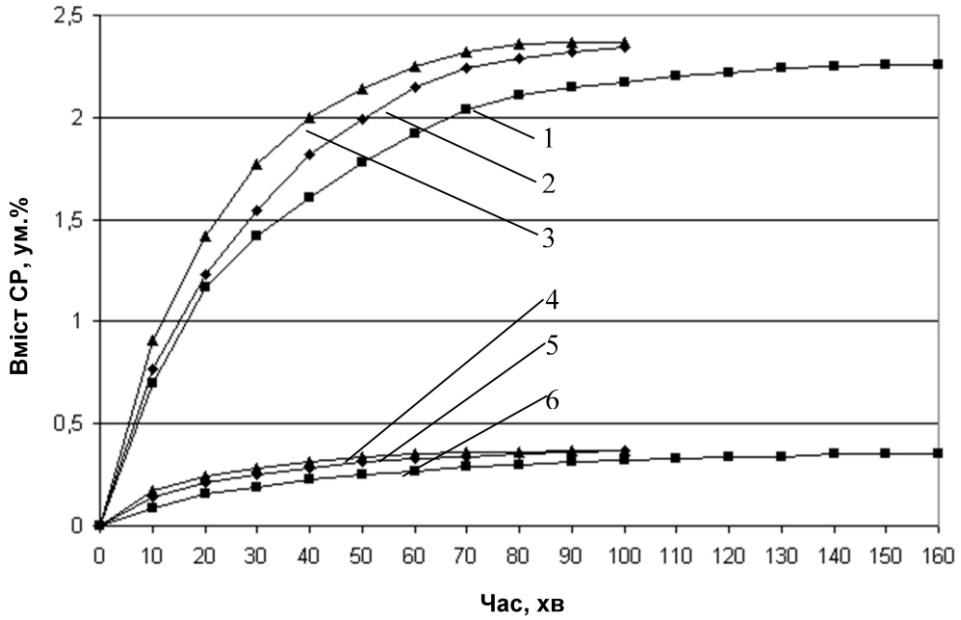
Концентрацію сухих речовин визначали стандартними лабораторними методами.

Додатково проводився візуальний контроль одержуваного екстракту на наявність осаду баластних речовин безпосередньо після приготування екстракту і при його зберіганні протягом шести місяців.

Обробка отриманих результатів проводилась з використанням програми Exel 2003.

Результати експериментів представлені на рис. 2, 3 показали значне збільшення інтенсивності масообмінних процесів екстрагування рослинної

сировини способом перколяції.



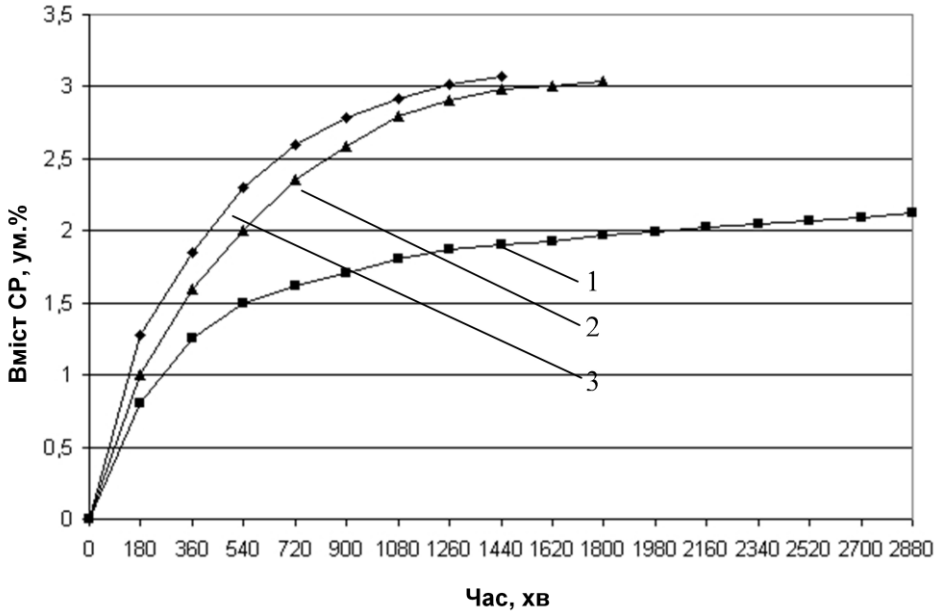
1 - вміст СР при екстрагуванні нерухомим екстрагентом; 2 - вміст СР при екстрагуванні з рухом екстрагента в одному напрямку; 3 - вміст СР при екстрагуванні зі знакозмінним рухом екстрагента; 4 - вміст антраценів при екстрагуванні нерухомим екстрагентом; 5 - вміст антраценів при екстрагуванні з рухом екстрагента в одному напрямку; 6 - вміст антраценів при екстрагуванні зі знакозмінним рухом екстрагента

Рис. 2. Залежність водної екстракції сухих речовин і антраценів (ум.%) з кори крушини від часу експозиції

При екстрагуванні кори крушини водою з нерухомим екстрагентом швидкість вилучення сухих речовин становить 23 ... 55×10^{-3} ум.% СР за хв., При екстрагуванні з рухом екстрагента в одному напрямку – 22 ... 62×10^{-3} ум.% СР за хв., і при екстрагуванні зі знакозмінним рухом екстрагента – 26 ... 71×10^{-3} ум.% СР за хв. Вихід сухих речовин збільшився з 2,26 ум.% СР при екстрагуванні з нерухомим екстрагентом до 2,35 ... 2,37 ум.% СР при перколяції зі знакозмінним рухом екстрагента. Швидкість виходу антраценів, також відповідно збільшилася. Час експозиції до досягнення рівноважної концентрації скоротився зі 160 хв. при екстрагуванні з нерухомим екстрагентом до 100 хв. при екстрагуванні з рухом екстрагента через шар сировини.

Візуальний контроль одержуваних екстрактів не виявив значного вмісту баластних речовин (осад відсутній або його кількість незначна).

Результати експериментів екстрагування квітів календули (Caléndula officinalis) представлені на рис. 3.



1 - екстрагування нерухомим екстрагентом; 2 - екстрагування з рухом екстрагента в одному напрямку; 3 - екстрагування зі знакозмінним рухом екстрагента

Рис. 3. Залежність водо-спиртової екстракції сухих речовин (ум.%) З квітів календули від часу експозиції

При екстрагуванні квітів календули швидкість вилучення сухих речовин при екстрагуванні з нерухомим екстрагентом складає 1 ... $3,5\times10^{-3}$ ум.% СР за хв., При екстрагуванні з рухом екстрагента в одному напрямку – 2 ... $4,5\times10^{-3}$ ум.% СР за хв. і при екстрагуванні зі знакозмінним рухом екстрагента – 2,2 ... 5×10^{-3} ум.% СР за хв. Вихід сухих речовин збільшився з 2,12 ум.% СР при екстрагуванні з нерухомим екстрагентом до 3,04 ... 3,07 ум.% СР при екстрагуванні з рухом екстрагента. При цьому час експозиції скоротилося з 2880 хв. (48 годин) при екстрагуванні з нерухомим екстрагентом до 1440 хв. (24 години) при екстрагуванні з рухом екстрагента, тобто в 2 рази.

Візуальний контроль одержуваних екстрактів не виявив значного вмісту баластних речовин.

Обговорення

Узагальнивши отримані в результаті експериментів дані, запропонована схема для вилучення БАР для використання в промислових умовах.

Інтенсифікація процесу екстрагування здійснюється шляхом багаторазового знакозмінного руху екстрагента через нерухомий шар сировини при зміні рівня "дзеркала" екстрагента в перколяторі. Рух "дзеркала" екстрагента в перколяторі відбувається за рахунок заповнення і спустошення проміжної ємності.

Для підвищення ступеню вилучення БАР, залишок сировини після зливу отриманого екстракту заливають свіжим екстрагентом, а отриманий екстракт заливають в перколятор зі свіжою сировиною для підвищення кількості сухих речовин в готовому екстракті. Така схема дозволяє підвищити загальний вміст БАР в отримуваних готових екстрактах, вилучаючи при цьому максимально можливу кількість БАР з вихідної рослинної сировини.

Висновки. Застосування перколяційного способу екстрагування БАР з рослинної сировини зі знакозмінним рухом екстрагента дозволяє прискорити процес в 2 рази у порівнянні з традиційно застосовуваною у фармації мацерацією.

Рух екстрагента через шар сировини дозволяє інтенсифікувати процес екстрагування. При цьому ламінарний режим течії екстрагента через сировину запобігає вимиванню баластних речовин.

Встановлено, що знакозмінний рух екстрагента через шар сировини більш ефективний, ніж рух екстрагента в одному напрямку, оскільки знакозмінний рух екстрагента виключає утворення застійних зон, що дозволяє досягти глибокого вилучення БАР із сировини.

Запропонований спосіб екстрагування, при реалізованих режимах руху екстрагента не збільшує ступінь вимивання баластних речовин, що дозволяє отримати екстракти необхідної високої якості.

Література

1. Сидоров Ю.І., Губицька І.І., Конечна Р.Т., Новіков В.П. Екстракція рослинної сировини. Навч. посібник. – Львів: Вид-во Львівської політехніки, 2008. – 336 с.
2. Дмитриєвський Д.І. Промислова технологія ліків. – Вінниця: "Нова книга", 2008 – 277 с.
3. Пономарев В.Д. Экстрагирование лекарственного сырья. – М.: Медицина, 1976. – 204 с.
4. Аксельруд Г.А., Лысянский В.М. Экстрагирование. Система твердое тело-жидкость. – Л.: Химия, 1974. – 247 с.
5. Долинский А.А., Грабов Л.Н., Грабова Т.Л. Метод ДИВЭ в инновационных технологиях и тепломассообменном оборудовании. – Пром. теплотехника. – 2012. – Т.34, №34. – С.18-30.
6. Василик И.Н., Лысянский В.М. Интенсификация процесса экстракции и совершенствование оборудования для получения настоев. – Вып. 8. – М.: ЦНИИТЭИпищепром, 1982. – 217 с.
7. Пат. 78455 Україна, МПК B 01 D 11/02, A 61 K 36/00. Спосіб екстрагування біологічно-активних речовин у системі «Тверде тіло - рідина» / Долінський А.А. та ін.; заявник та власник патенту Інститут технічної теплофізики Національної академії наук України. - № a200511922; заявл. 12.12.05; опубл. 15.03.07, Бюл. №3.