

Удосконалена технологія екстрагування рослинної сировини озонобезпечним, азеотропним зрідженим газом (фреон R-134a) та розроблена екстракційна установка для її реалізації. Приведені результати експериментальних досліджень екстракції шроту виноградних кісточок і шкірки червоних сортів винограду, що підтверджують ефективність і ресурсозбереженість запропонованої технології та обладнання для екстрагування рослинної сировини зрідженим газом

Ключові слова: екстракція, удосконалена технологія, екстракційна установка, фреон, рослинна сировина

Усовершенствована технология экстрагирования растительного сырья озонобезопасным, азеотропным сжиженным газом (фреон R-134a) и разработана экстракционная установка для ее реализации. Приведены результаты экспериментальных исследований экстракции шрота виноградных косточек и шкурки красных сортов винограда, подтверждающие эффективность и ресурсосберегаемость предложенной технологии и оборудования для экстрагирования растительного сырья сжиженным газом

Ключевые слова: экстракция, усовершенствованная технология, экстракционная установка, фреон, растительное сырье

УДОСКОНАЛЕННЯ ТЕХНОЛОГІЇ ЕКСТРАГУВАННЯ РОСЛИННОЇ СИРОВИНИ ЗРІДЖЕНИМ ГАЗОМ (ФРЕОН R-134A)

В. М. Михайлов

Доктор технічних наук, професор*

E-mail: mykhailov@kharkov.com

Ю. П. Тимошенко

Кандидат технічних наук

E-mail: prociap_hduht@mail.ru

Л. О. Чуйко

Начальник науково-дослідного центру**

С. В. Михайлова

Кандидат технічних наук*

А. О. Шевченко

Кандидат технічних наук*

E-mail: andshev@mail.ua

*Кафедра процесів, апаратів та

автоматизації харчових виробництв**

**Харківський державний університет

харчування та торгівлі

вул. Клочківська, 333, м. Харків, Україна, 61051

1. Вступ

Технологія екстрагування рослинної сировини зрідженими газами (фреонами) передбачає пасивне видалення екстрагенту з екстракту і знежиреної сировини. Процес екстрагування проводиться за температур від +40 °С до -20 °С і тиску 1,2 МПа, та дозволяє одержати високий ступень вилучення рослинних речовин, які створюють унікальні ліпофільні комплекси, що володіють характерними для початкової сировини фізико-хімічними властивостями. Натуральні масляні екстракти, що виготовляються, і знежирена сировина відрізняються чистотою від мікробіологічного забруднення.

Удосконалення технології екстрагування рослинної сировини за рахунок використання в якості екстрагенту озонобезпечним, азеотропним зрідженим газом (фреон R-134a) і створення ефективної, ресурсозберігаючої екстракційної установки, що реалізовує відповідну технологію, є актуальним завданням для сфери виробництва харчових інгредієнтів, косметичних засобів, фармацевтичних препаратів з фізико-хімічними

властивостями, характерними для початкової сировини рослинного походження [1].

2. Аналіз літературних даних та постановка проблеми

Технологія екстрагування природних речовин зрідженими газами (фреонами) одержала свій розвиток за кількома напрямками, серед яких: визначення раціональних параметрів екстрагування для конкретних видів рослинної сировини (наприклад, коренів барбарису і плодів шипшини [2], лікарської рослинної сировини [3, 4]); залучення криогенних технологій для підготовки рослинної сировини для екстракції та переробки виготовленої продукції [5]; дослідження та обґрунтування перспектив використання зріджених газів у циркуляційних системах [6]; дослідження селективності фреонів і умов, що забезпечують можливість витягувати фреонами, в тому числі фреоном R-134a, більш широкого спектру полярних біологічно активних речовин порівняно з рідким CO₂, або з холодним віджимом сировини [7, 8].

Між тим, не одержав свій подальший розвиток напрям, що стосується удосконалення технології екстрагування рослинної сировини озонобезпечним, азеотропним зрідженим газом (фреон R-134a) та відповідного обладнання, що забезпечують ефективність та ресурсозбереження процесу, а також якість виготовленої продукції на основі організації та конструктивного забезпечення безперервного циклу екстрагування природних речовин зрідженими газами [9, 10].

3. Мета і завдання дослідження

Метою роботи є удосконалення технології екстрагування рослинної сировини з використанням в якості екстрагента озонобезпечного, азеотропного зрідженого газу (фреон R-134a), а також відповідного обладнання для її реалізації, що забезпечують підвищення ефективності та ресурсозбереженості процесу при стабілізованій якості виготовленої продукції.

Для досягнення зазначеної мети необхідно вирішити такі завдання:

- удосконалити технологію екстрагування рослинної сировини з використанням озонобезпечного, азеотропного зрідженого газу (фреон R-134a) на основі організації безперервного циклу екстрагування природних речовин зрідженими газами для забезпечення скорочення тривалості екстракції та максимального вилучення розчинника з сировини і готової продукції при збереженні її якості;

- розробити екстракційну установку, що реалізовує відповідну технологію екстрагування рослинної сировини з використанням озонобезпечного, азеотропного зрідженого газу (фреон R-134a) на основі конструктивного забезпечення безперервності процесу екстрагування природних речовин зрідженими газами;

- вивчити показники якості екстрактів, на прикладі реалізації ресурсозберігаючої технології переробки вторинної рослинної сировини.

4. Викладення основних результатів дослідження, спрямованих на вирішення завдань і досягнення мети данної роботи

Об'єктом досліджень є удосконалена технологія екстрагування рослинної сировини зрідженими газами (фреонами) і екстракційна установка для її реалізації.

Предметами досліджень є екстракційна установка, прот виноградної кісточки, шкірка червоних сортів винограду, а також отримані екстракти на їх основі.

Для стандартної технології екстрагування речовин зрідженими газами (фреонами) [5] послідовність виконання основних операцій є такою:

- почергове завантаження-вивантаження сухої (7...10 % вологості), грубо подрібненої до розміру частинок 0,3...0,7 мм сировини в екстрактор з подальшим вакуумуванням екстракційної судини;

- багатократна проточна примусова циркуляція розчинника (фреону) крізь сировину в екстракційних судинах;

- видалення розчинника (для повторного використання) з проекстрагованої сировини із суміші розчинник – екстраговані речовини;

- розвантаження виготовленої продукції.

Її основними недоліками є періодичний характер процесу, що подовжує виробничий цикл.

Фахівцями Харківського державного університету харчування та торгівлі спільно з підприємцями експериментально відпрацьовано і пропонується для використання технологію екстрагування рослинної сировини зрідженими газами (фреонами), що від попередньої відрізняється як за своєю сутністю, так і за змістом операцій. Її особливостями є такі.

1. Багатократну проточну примусову циркуляцію розчинника (фреону) крізь сировину в екстракторі доцільно проводити з використанням: по-перше, системи забезпечення безперервного, автономного і одночасного виконання в кожній екстракційній ємності заданої операції екстракції з подальшим підключенням екстракційної ємності з новою сировиною і відключенням ємності з проекстраговою сировиною; по-друге, системи забезпечення безперервного, послідовного потоку розчинника через сировину в 2-х і більше екстракторах. Функціонування запропонованих систем забезпечується на основі розробленої схеми раціонального розташування комплексу вентилів, оглядових вікон і трубопроводів, симетричної лінії зливу екстракту до збірника-накопичувача, а також необхідної послідовності роботи комплексу вентилів.

2. Видалення розчинника з проекстрагованої сировини та з екстракту в екстракційних місткостях, випарниках, збірнику-накопичувачі доцільно проводити з використанням системи 2-ох і більше етапної регенерації, а також системи 2-ох і більше етапної конденсації розчинника (фреону).

Робота запропонованих систем конструктивно забезпечується послідовними з'єднаннями в двох комплексах: перший – випарника, конденсатора, накопичувальних ємностей та холодильних агрегатів; другий – конденсатора, ресивера, вакуумного насосу, накопичувальної ємності та холодильного агрегату (рис. 1). На екстракційну установку, що реалізовує технологію екстрагування рослинної сировини зрідженими газами (фреонами) розроблені і затверджені Технічні Умови (ТУ.У29.5–25462871-004:2010).

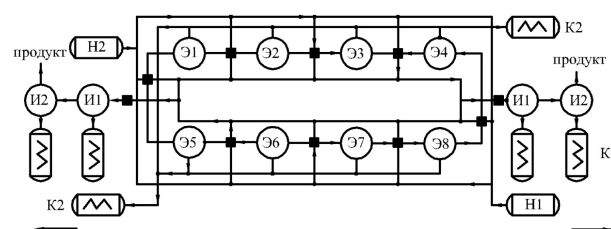


Рис. 1. Принципова схема екстракційної установки: І1, І2 – випарники в комплекті з конденсатором, накопичувальними місткостями і холодильними агрегатами; К1, К2 – конденсатори в комплекті з ресивером, вакуумним насосом, накопичувальною місткістю і холодильним агрегатом; Е1, ..., Е8 – екстракційні ємності та комплект вентилів, оглядових вікон і трубопроводів

5. Вивчення показників якості екстрактів на прикладі реалізації ресурсозберігаючої технології переробки вторинної рослинної сировини

На етапі експериментальних досліджень було проведено екстрагування фреоном R-134a за стандартною і удосконаленою технологіями шроту виноградної кісточка та шкірки червоних сортів винограду відповідно до принципових схем переробки, (рис. 2, 3), дотримання яких забезпечує ресурсозбереженість за рахунок раціонального використання природного потенціалу вторинної рослинної сировини і отримання на її основі екстрактів та дрібнодисперсних знежирених порошоків з заданим фракційним складом.

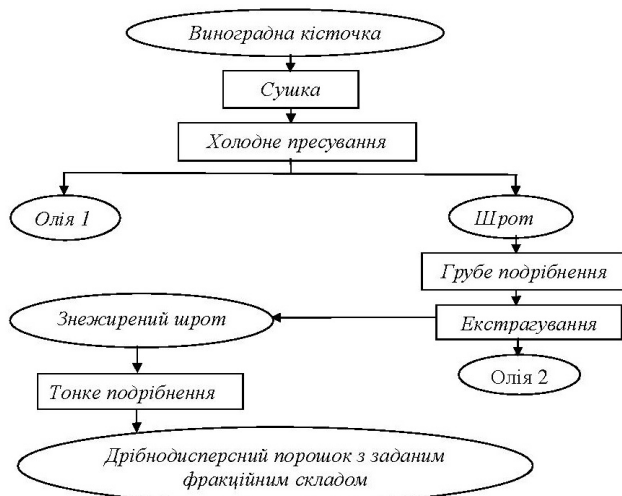


Рис. 2. Принципова схема переробки виноградної кісточка з двома блоками вилучення олії

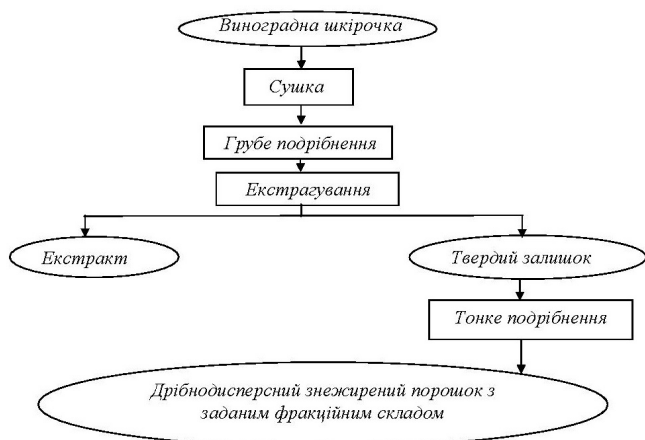


Рис. 3. Принципова схема переробки шкірки винограду

Дослідження отриманих екстрактів проводилися методом вискоєфективної тонкошарової хроматографії, методом газової хроматографії, а також по методиках ГФУ 2.5.1, ГФУ 2.5.5, ГФУ 2.5.7 в акредитованій та атестованій лабораторії фармакопійного аналізу Державного підприємства «Український науковий фармакопійний центр якості лікарських засобів».

За отриманими результатами під час порівняння зразків екстрактів отриманих за стандартною і за-

пропонованою технологіями не виявлено принципових розбіжностей компонентного та жирнокислотного складів екстрактів, кислотного числа та не омиваного залишку.

Так, наприклад, відповідно до даних, наведених у табл. 1, екстракт шкірки червоних сортів винограду з липофільними властивостями є сумішшю триглицеридів (43 %), в основному поліненасичених жирних кислот, диглицеридів цих же кислот (близько 20 %), вільних жирних кислот (11 %) і воску (12 %). Також аналіз цих даних свідчить про те, що вміст поліненасичених кислот складає 70 % від суми всіх жирних кислот. Перекисне число екстракту – 11,1, кислотне число – 12,5, значення рН водної витяжки (1:10) – 4,3.

Таблиця 1

Склад поліненасичених жирних кислот в екстракті шкірки червоних сортів винограду з липофільними властивостями

Найменування кислоти	Позначення	Концентрація у %
Пальмитинова	C16:0	7,32
Пальмітоленова	C16:1n9	0,21
Стеаринова	C18:0	4,19
Олеїнова	C18:1n9	16,32
Вакценова	C18:1n11	0,67
Лінолева	C18:2n9,12	69,1
Ліноленова	C18:3n9,12,15	1,45
Арахінова	C20:0	0,38
Гадолонова	C20:1n9	0,19
Ерукова	C22:1n9	0,12

В той же час для удосконаленої технології відзначається більш повне вилучення рослинного екстракту (масла) з сировини (залишок у сировині жиру менше 1 %), максимальне вилучення розчинника з екстракту та сировини (залишок розчинника не виявлений). Не менш значимим позитивним аспектом є можливість збільшення завантаження сировиною однієї установки до 500 л.

Ефективність удосконаленої технології доведено шляхом досліджень тривалості процесу в одній ємності об'ємом 50 л. при співвідношенні розчинника до сировини 1:3. Завершення процесу екстрагування визначалось досягненням залишку жиру в сировині не більш 1 %, що відповідає вилученню з сировини максимальної кількості ліпофільних речовин. Встановлено, що тривалість екстрагування при застосуванні удосконаленої технології складає 2,2 год., а при стандартній технології 3,0 год., що вказує на скорочення тривалості процесу до 25 %.

6. Висновки

1. Удосконалено технологію екстрагування рослинної сировини зрідженим газом (фреон R-134a) на основі організації безперервного процесу екстрагування природних речовин зрідженими газами і видалення розчинника з використанням системи 2-ох етапної регенерації і конденсації, що забезпечує скорочення тривалості екстракції, більш повне вилучення розчинника з сировини і готової продукції, збільшення завантажен-

ня сировиною однієї установки, а також стабілізовану якість виготовленої продукції.

2. Розроблено екстракційну установку, що реалізовує відповідну технологію екстрагування рослинної сировини зрідженим газом (фреон R-134a). Вона представляє собою два послідовно з'єднані комплекси, що включають випарники, конденсатори, накопичувальні ємності, холодильні агрегати, ресивер, вакуумний насос. Установка дозволяє проводити безперервний процес екстрагування природних речовин зрідженими

газами, може використовуватись на промислових підприємствах для виготовлення харчових інгредієнтів, косметичних засобів, фармацевтичних препаратів з фізико-хімічними властивостями, характерними для початкової сировини рослинного походження.

3. Використання запропонованих технологій та обладнання для екстрагування зрідженими газами забезпечує ефективність та ресурсозбереженість процесу, а також стабільність показників якості виготовленої продукції.

Література

1. Черевко, О. І. Переробка дикорослої та пряно-ароматичної рослинної сировини [Текст] / О. І. Черевко, Ю. І. Єфремов, В. М. Михайлов. – Х.: ХДУХТ, 2007. – 229 с.
2. Дем'яненко, В. Г. Исследование процесса экстракции корней барбариса и плодов шиповника сжиженными газами [Текст] / В. Г. Дем'яненко, С. Жехжах, Д. В. Дем'яненко // Ліки України. – 2005. – № 9. – С. 36–40.
3. Гарна, С. В. Оптимізація технології екстракції ліпофільних комплексів з лікарської рослинної сировини [Текст] / С. В. Гарна, П. П. Ветров, О. І. Рушинов, В. А. Георгіяц, І. В. Вершкова // Запорізький медичний журнал. – 2010. – Т. 12, № 4. – С. 71–73.
4. Гарна, С. В. Оптимізація технології екстракції ліпофільних комплексів з лікарської рослинної сировини. (Повідомлення III). Подрібнення рослинної сировини та оцінка її якості для екстрагування [Текст] / С. В. Гарна, П. П. Ветров, О. І. Рушинов, В. А. Георгіяц, І. В. Вершкова // Запорізький медичний журнал. – 2011. – Т. 13, № 1. – С. 55–57.
5. Осецкий, А. И. Криогенные технологии в производстве фармацевтических, косметических, агротехнических препаратов и биологически активных пищевых добавок [Текст] / А. И. Осецкий, В. И. Грищенко // Проблемы криобиологии. – 2009. – Т. 19, № 4. – С. 488–499.
6. Meskheli, M. The advantages of new method-extraction of natural alkaloids with diluent gas [Text] / M. Meskheli, A. Bakuridze, V. Vachnadze // Chemical, Biological and Environmental Engineering (ICBEE): 2nd International Conference. – Cairo, 2010. – P. 6–8. doi: 10.1109/icbee.2010.5649745
7. Liu, Z.-T. Solubility and Phase Behaviors of AOT Analogue Surfactants in 1,1,1,2-Tetrafluoroethane and Supercritical Carbon Dioxide [Text] / Z.-T. Liu, J. Wu, L. Liu et al // Journal of Chemical and Engineering Data. – 2006. – Vol. 51, Issue 6. – P. 2045–2050. doi: 10.1021/jc060152v
8. Дем'яненко, Д. В. Перспективність використання сумішей зріджених газів для екстракції біологічно активних речовин суцвіт'я липи [Текст] / Д. В. Дем'яненко, В. Г. Дем'яненко, С. В. Бреусова // Український журнал клінічної та лабораторної медицини. – 2011. – Т. 6, № 1. – С. 45–50.
9. Solvent extraction apparatus and process. Patent Australia 775513, IPC7 B01D011/02 [Text] / W. B. Branscombe; Solvents Australia Pty Ltd. – № 200017530; declared 16.02.2000; published 17.08.2000.
10. Process for the extraction of a compound by a fluorocarbon compound. Patent USA 6224847, IPC7 A23L 1/00, C11B 1/00, A24B 15/26, B01D 11/00 [Text] / P. R. Llewellyn (UK); Imperial Chemical Industries PLC (UK). – № US 8/716269; declared 31.01.1997; published 01.05.2001.