

ИЗВЛЕЧЕНИЕ ФЛАВОНОИДСОДЕРЖАЩИХ КОМПЛЕКСОВ ИЗ ШРОТА ОБЛЕПИХИ

А.А. Кухленко, М.С. Василишин, В.В. Будаева, С.Е. Орлов, О.С. Иванов

Исследована кинетика экстракции флавоноидсодержащих комплексов из шрота облепихи в емкостном аппарате с перемешивающим устройством и в установке с роторно-пульсационным аппаратом. Проведены эксперименты по получению экстракта при многократном использовании экстрагента. Установлено, что проведение процесса в установке с роторно-пульсационным аппаратом с многократным использованием экстрагента позволяет увеличить полноту извлечения флавоноидсодержащих комплексов примерно на 20 % по сравнению с традиционно используемым оборудованием емкостного типа.

Ключевые слова: роторно-пульсационный аппарат, экстракция, флавоноидсодержащие комплексы, шрот облепихи.

ВВЕДЕНИЕ

Флавоноиды являются незаменимыми компонентами пищи, многие из которых обладают к тому же антимикробными и антибактериальными свойствами. В этой связи приготовление дешевых и эффективных био-концентратов на основе флавоноидсодержащих комплексов является актуальной задачей. В настоящее время в качестве одного из источников для получения флавоноидов рассматриваются отходы производства масла, вин и соков из плодов облепихи.

Традиционно для извлечения флавоноидов из шрота облепихи используется оборудование емкостного типа [1-3], которое, к сожалению, обладает существенными недостатками. Такие аппараты малоэффективны, громоздки и сложны в обслуживании. Они используются, в основном, в производстве небольших партий фармацевтических препаратов, настоев, морсов и др.

Повышение эффективности процесса извлечения флавоноидов возможно как путем внедрения в технологический цикл более эффективного оборудования такого, как, например, роторно-пульсационные аппараты (РПА) [4], так и за счет организации процесса экстрагирования по противоточной схеме [5, 6].

Проведение экстрагирования по противоточной схеме предполагает многократное использование экстрагента для извлечения флавоноидсодержащих комплексов, и исследование роста концентрации в экстракте необходимо для определения количества ступеней при организации такой схемы.

В связи с этим целью настоящей работы является экспериментальное исследование

кинетики образования флавоноидсодержащих комплексов в экстракте при его многократном использовании в качестве экстрагента при проведении процесса в установке с РПА.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

В качестве растительного сырья использовали реальные заводские отходы переработки облепихи – шрот, полученный после удаления сока и исчерпывающего извлечения масла. Данное сырье представляет собой смесь очень твердой косточки, находящейся под кожицей ягоды. Такие частицы обладают высокой твердостью [7].

В качестве экстрагента во всех опытах нами использовался 60%-ный раствор водного этилового спирта.

Массовую долю экстрактивных веществ, извлеченных 60%-ным спиртом, определяли по методике [8]. Массовую долю флавоноидов – спектрофотометрическим методом в виде комплекса с хлористым алюминием (длина волны максимума поглощения в области 400–420 нм) на приборе «UV-2450» фирмы «Shimadzu» с обязательным построением калибровочного графика для рутин [9, 10]. В качестве меры концентрации массовой доли сухих веществ принималась оптическая плотность экстракта на указанных длинах волн.

Первоначально проводили экстракцию в емкостном аппарате с перемешивающим устройством объемом 5 л при температуре 20°C в течение 60 мин при соотношениях экстрагент: сырье – 100:1; 10:1. В процессе экстракции через определенные промежутки времени отбирали пробы и определяли массовую долю сухих веществ в экстракте гравиметри-

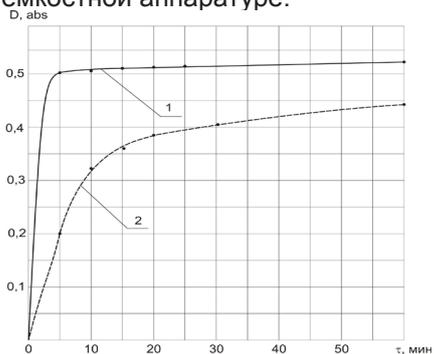
ческим способом [11] и массовую долю флавоноидов в нем в пересчете на рутин.

Следующие эксперименты по извлечению флавоноидсодержащих комплексов проводили в установке с РПА, описание которой подробно приведено в работах [12, 13]. При этом длительность извлечения составляла те же 60 мин, а соотношение экстрагент: сырье – 100:1; 50:1 при температуре 20 °С. Аналогичным образом отбирали пробы, и анализировали массовые доли сухих веществ и флавоноидов.

Дальнейшие эксперименты с многократным использованием экстракта проводили следующим образом. Экстракт, полученный на предыдущей стадии извлечения флавоноидсодержащих комплексов в установке с РПА, после фильтрации направляли на обработку свежей порции сырья (использовали его в качестве экстрагента), сохраняя при этом соотношение экстрагент: сырье – 100:1. Время обработки суспензии на каждой стадии не превышало 18 мин, при этом через каждые 4,5 мин эксперимента отбирались пробы и определяли массовые доли сухих веществ и флавоноидов. Таким путем было проведено десятикратное использование экстракта.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Из приведенных на рисунке 1 результатов по извлечению флавоноидсодержащих комплексов из шрота облепихи видно, что проведение экстракции в установке с РПА дает больший выход целевого компонента из частиц растительного сырья в сравнении с опытом в емкостной аппаратуре.



1 – экстракция в установке с РПА; 2 – экстракция в емкостном аппарате

Рисунок 1 – Зависимости оптической плотности экстракта от времени обработки (соотношение экстрагент:сырье – 100:1)

Из графиков также следует, что экстрагирование в установке с РПА протекает гораздо быстрее, чем в емкостном аппарате. Так, в

установке с РПА процесс извлечения практически заканчивается спустя 5 мин от его начала и дальнейшее проведение опыта не приводит к сколько-нибудь значительному приросту оптической плотности экстракта. При проведении экстракции в емкостной аппаратуре видно, что кинетика этого процесса более затянута во времени и прирост оптической плотности длится на всем протяжении опыта.

Быстрой экстракции флавоноидсодержащих комплексов из шрота во многом способствует измельчение сырья при его попадании в РПА. Нами по методике, изложенной в [14], были смоделированы изменения дисперсного состава и площади поверхности частиц шрота при его прохождении через рабочие органы РПА. Результаты расчетов приведены на рисунках 2 и 3.

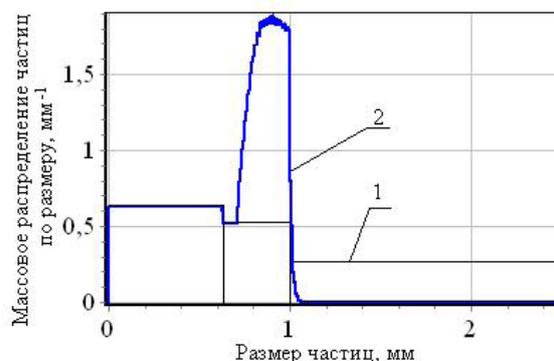


Рисунок 2 – Исходный (1) и расчетный (2) фракционные составы (по массе) шрота облепихи после 60 мин обработки сырья в установке с РПА

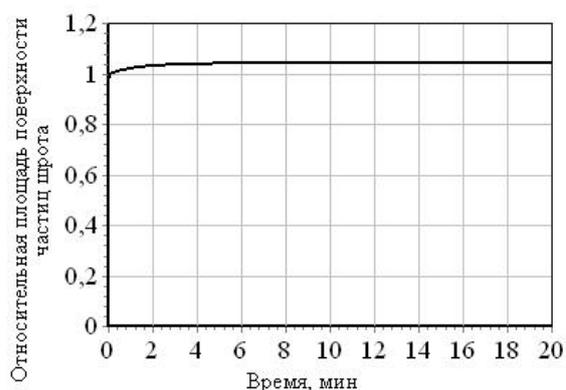
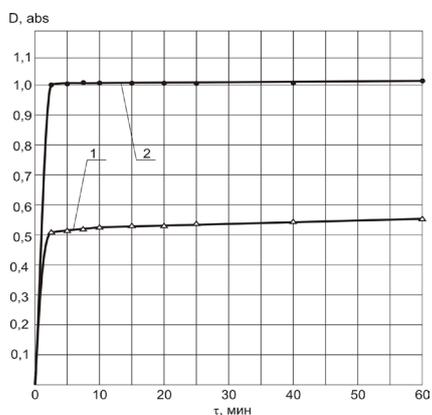


Рисунок 3 – Изменение площади поверхности частиц шрота облепихи в процессе его измельчения в установке с РПА.

Согласно представленным на рисунке 2 экспериментальным данным видно, что в результате обработки в РПА фракционный состав претерпевает значительные изменения.

Так, если до начала эксперимента доля фракции 1,0 – 2,5 мм составляла 35,8 %, то спустя первые 5 мин обработки доля этой фракции уменьшилась до 1,0 – 1,2 % от общей массы. При этом доля фракции 0,63 – 1,0 мм возросла, примерно, на 34,8 – 35,0 %. Несмотря на небольшое увеличение площади поверхности частиц в процессе обработки в установке с РПА (рисунок 3), что объясняется изначально большим количеством частиц мелкой фракции (менее 0,63 мм – 43,2 %), наблюдается довольно заметный прирост по оптической плотности экстракта, полученного в установке с РПА (рисунок 1). Такой результат хорошо согласуется с ранее полученным нами результатом по экстрагированию арабиногалактана и инулина [15]. Таким образом, можно утверждать, что измельчение сырья при его прохождении через рабочие органы РПА способствует более полному извлечению целевого компонента из частиц растительного сырья.

Уменьшение соотношения экстрагент: сырье существенно упрощает концентрирование жидких экстрактов на следующей стадии технологического цикла. Результаты опытов при уменьшении соотношения экстрагент: сырье с 100:1 до 50:1 представлены на рисунке 4.



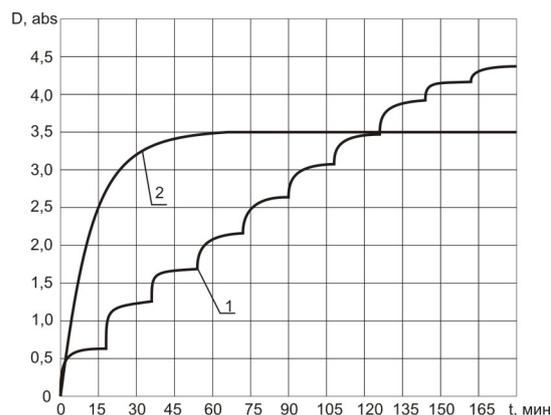
1 – соотношение экстрагент: сырье 100:1;
2 – соотношение экстрагент: сырье 50:1

Рисунок 4 – Зависимость оптической плотности экстракта от времени обработки в РПА

Из рисунка 4 видно, что уменьшение количества экстрагента приводит к получению более концентрированного экстракта: прирост по оптической плотности увеличился почти в 2 раза, при том что время проведения процесса осталось практически неизменным и составило не более 5 мин. Данный результат полностью соответствует общим представлениям о процессе экстракции [5, 6, 16–18]: снижение

соотношения экстрагент:сырье приводит к увеличению равновесной концентрации флавоноидов и, как следствие, к снижению выхода целевых компонентов в экстракт.

При многократном использовании экстракта с целью максимального увеличения содержания в нем извлекаемого комплекса веществ была выполнена серия экспериментов, результаты проведения которой представлены на рисунке 5.



1 – многократная экстракция в установке с РПА (соотношение на каждой стадии экстрагент: сырье 100:1); 2 – экстракция в емкостном аппарате (соотношение экстрагент: сырье 10:1)

Рисунок 5 – Зависимости оптической плотности экстракта от времени обработки

Представленные на рисунке 5 результаты подтверждают, что в установке с РПА осуществляется более полное извлечение целевого компонента из частиц шрота в сравнении с результатами, полученными в емкостном аппарате. При этом длительность процесса экстрагирования в установке с РПА составила 180 мин, а в емкостном аппарате – всего 60 мин. Большая длительность процесса в установке с РПА является следствием преднамеренного увеличения времени при проведении одиночной стадии в эксперименте. Вместо достаточных 5 мин на каждую стадию для проведения процесса – это время составляло 18 мин. Такое преднамеренное увеличение длительности каждой стадии было сделано для того, чтобы показать, что с увеличением номера стадии время ее длительности увеличивается незначительно и на последней стадии не превышает 5-6 мин от ее начала. Таким образом, реальное время на экстракцию в установке с РПА можно сократить в 3 раза без снижения выхода целевых компонентов.

ВЫВОДЫ

Применение установок с РПА для экстракции флавоноидсодержащих комплексов из шрота облепихи позволяет значительно интенсифицировать процесс извлечения по сравнению с традиционно используемыми аппаратами емкостного типа. Интенсификация процесса, в первую очередь, объясняется измельчением шрота и облегчением доступа экстрагента к внутренним порам его частиц. Так, в проведенных нами экспериментах в результате обработки в РПА практически исчезла фракция 1,0 – 2,5 мм, а прирост по массе фракции 0,63 – 1,0 мм составил порядка 35 %.

При проведении экстракции с многократным использованием экстракта предыдущей стадии в качестве экстрагента на следующей стадии процесса приводит к существенному увеличению концентрации сухих веществ и массовой доли флавоноидсодержащих комплексов в экстракте, а многократное использование экстракта позволяет упростить последующую процедуру упаривания и выделения флавоноидсодержащих комплексов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. А. с. 1752396 СССР. Способ получения биологически активных веществ из облепихи / В.В.Будаева, А.А. Лобанова, В.П. Бобрышев 07.08.92, Бюл. № 29.
2. Патент 2002422 РФ. Способ сушки жома облепихи / Василишин М.С., Виноградов А.К. и др. Заявл. 15.11.93, Бюл. № 41–42.
3. Будаева, В.В. Экологически безопасный способ получения, состав и свойства биологически активных экстрактов из отходов плодово-ягодной переработки: автореферат дисс... к.х.н. – Бийск: Изд-во ООО «Принт–Макет», 2005. – 20 с.
4. Балабудкин, М.А. Роторно-пульсационные аппараты в химико-фармацевтической промышленности. – М.: Медицина, 1983. – 160с.
5. Аксельруд, Г.А. Экстрагирование (система твердое тело – жидкость) / Г.А. Аксельруд, В.М. Лысянский. – Л.: Химия. – 1974. – 256 с.
6. Пономарев, В.Д. Экстрагирование лекарственного сырья / В.Д. Пономарев. – М.: Медицина, 1976. – 202 с.
7. Будаева, В.В. Переработка ягод брусники и водяники / В.В. Будаева, А.А. Лобанова, Е.Ю. Егорова // Пиво и напитки. – М., 2005. – № 3. – С. 34-38.
8. ГОСТ 24027.2–80 Сырье лекарственное растительное. Методы определения влажности, содержания золы, экстрактивных и дубильных веществ, эфирного масла. Издание официальное. – М.: Изд-во стандартов, 1980. – 12 с.
9. Лобанова А.А., Исследование биологически активных флавоноидов в экстрактах из растительного сырья / А.А. Лобанова, В.В. Будаева, Г.В. Сакович // Химия растительного сырья. – 2004. – №

1. – С. 47-52.

10. Корулькин, Д.Ю. Природные флавоноиды / Д.Ю. Корулькин, Ж.А. Абилов, Р.А. Музычкина, Г.А. Толстикова; Рос. акад. наук, Сиб. отд., Новосибир. ин-т органической химии. – Новосибирск: Академическое изд-во «Гео», 2007. – 232 с.

11. ГОСТ Р 51437–99 Соки фруктов и овощей. Гравиметрический метод определения массовой доли общих сухих веществ по убыли массы при высушивании. Издание официальное. М.: Изд-во стандартов, 1999. – 16 с.

12. Кухленко, А.А. Исследование закономерностей эмульгирования в роторно-пульсационном аппарате / А.А. Кухленко, М.С. Василишин А.Г. Карпов Н.В. Бычин // Хим. пром. сегодня. – 2008. – №1. – С.36-40.

13. Орлов, С.Е. Исследование эффективности роторно-пульсационного аппарата в процессе экстракции лигнина из недревесного растительного сырья / С.Е. Орлов, В.В. Будаева, А.А. Кухленко, А.Г. Карпов, М.С. Василишин, В.Н. Золотухин // Ползуновский вестник. – 2010. – № 4-1. – С. 183-188.

14. Кухленко, А.А. Расчет фракционного состава и площади поверхности твердых частиц в процессе их диспергирования в роторно-пульсационном аппарате / А.А. Кухленко, М.С. Василишин, С.Е. Орлов, Д.Б. Иванова // Ползуновский вестник. – 2010. – № 3. – С. 180-183.

15. Кухленко, А.А. Исследование процесса экстракции в установке с роторно-пульсационным аппаратом / А.А. Кухленко, С.Е. Орлов, М.С. Василишин, Е.И. Макарова, В.В. Будаева // Ползуновский вестник. – 2013. – №3 – С.

16. Василишин, М.С. Экстракция арабиногалактана из опилок лиственницы сибирской в аппарате роторно-пульсационного типа / М.С. Василишин, В.В. Будаева, А.А. Кухленко, А.Г. Карпов, О.С. Иванов, С.Е. Орлов, В.А. Бабкин, Е.Н. Медведева // Ползуновский вестник. – 2010. – № 4-1. – С. 168-173.

17. Орлов, С.Е. Экспериментальное исследование процесса экстракции инулина из клубней топинамбура с применением аппарата роторно-пульсационного типа / С.Е. Орлов // Технологии и оборудование химической, биотехнологической и пищевой промышленности: материалы 4-й Всероссийской научно-практической конференции студентов, аспирантов и молодых ученых с международным участием (27-29 апреля 2011 г., г. Бийск). – С. 44-48.

18. Будаева, В.В. Биологически активные комплексы из отходов растениеводства и диких растений / Будаева В.В., Якимов Д.И. // Ползуновский вестник. – 2007. – № 3. – С. 15-25.

Кухленко Алексей Анатольевич, старший научный сотрудник лаборатории процессов и аппаратов химических технологий, кандидат технических наук, доцент Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института проблем химико-энергетических технологий Сибирского отделения Российской академии наук (ИПХЭТ СО

ХИМИЯ И ПЕРЕРАБОТКА РАСТИТЕЛЬНОГО СЫРЬЯ

РАН), ak-79@rambler.ru, ул. Социалистическая, 1, Бийск, 659322, Россия. Тел. (3854) 30-18-69.

Василишин Михаил Степанович, заведующий лабораторией процессов и аппаратов химических технологий, кандидат технических наук, доцент Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института проблем химико-энергетических технологий Сибирского отделения Российской академии наук (ИПХЭТ СО РАН), admin@ipcet.ru, ул. Социалистическая, 1, Бийск, 659322, Россия. Тел. (3854) 30-18-37.

Будаева Вера Владимировна, заведующая лабораторией биоконверсии, кандидат химических наук, доцент Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института проблем химико-энергетических технологий Сибирского отделения Российской академии наук (ИПХЭТ СО РАН), budaeva@ipcet.ru, ул. Социалистическая, 1, Бийск, 659322, Россия. Тел. (3854) 30-59-85, факс (3854)

30-17-25.

Орлов Сергей Евгеньевич, младший научный сотрудник лаборатории процессов и аппаратов химических технологий Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института проблем химико-энергетических технологий Сибирского отделения Российской академии наук (ИПХЭТ СО РАН), serrr@mail.ru, ул. Социалистическая, 1, Бийск, 659322, Россия. Тел. (3854) 30-18-69.

Иванов Олег Сергеевич, научный сотрудник лаборатории процессов и аппаратов химических технологий, кандидат технических наук Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института проблем химико-энергетических технологий Сибирского отделения Российской академии наук (ИПХЭТ СО РАН), osi85@mail.ru, ул. Социалистическая, 1, Бийск, 659322, Россия. Тел. (3854) 30-59-40.