

СОЗДАНИЕ МАЛОГАБАРИТНОГО УЛЬТРАЗВУКОВОГО ЭКСТРАКТОРА И ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТОДИЧЕСКИХ ОСОБЕННОСТЕЙ ЕГО ПРИМЕНЕНИЯ

Барсуков Р.В., Ламберова М.Э., Хмелёв В.Н., Цыганок С.Н.
БТИ АлтГТУ, г. Бийск

Несмотря на бурное развитие производства синтетических лекарственных препаратов, большинство биологически активных веществ получают из природного сырья растительного или животного происхождения. Известно, что на долю препаратов растительного происхождения приходится до 77 % сердечных, 72 – 75 % отхаркивающих и желудочных лекарственных препаратов. Основным технологическим процессом извлечения биологически активных веществ является экстракция. Традиционные методы экстрагирования требуют больших энергетических затрат и длительного времени. В связи с этим очень актуальной является проблема ускорения процесса и увеличения выхода полезных веществ.

Одним из наиболее эффективных способов интенсификации процесса экстракции является применение механических колебаний ультразвуковой частоты. Как следует из проводившихся ранее исследований [1], применение ультразвуковых колебаний высокой интенсивности обеспечивает сокращение времени протекания процесса в 10...1000 раз по сравнению с традиционными методами экстрагирования. Скорость извлечения биологически активных веществ зависит от их принадлежности к определенной химической группе и растет в следующем ряду: масла, алкалоиды, фуранохромы, сесквитерпены, флавоноиды, сапонины, таниды, гликозиды, ириноиды.

При использовании ультразвуковых колебаний наблюдается не только ускорение процесса во времени, но и увеличение, по сравнению с другими способами экстрагирования, выхода биологически активных веществ, а получаемые препараты отвечают всем требованиям Государственной фармакопеи.

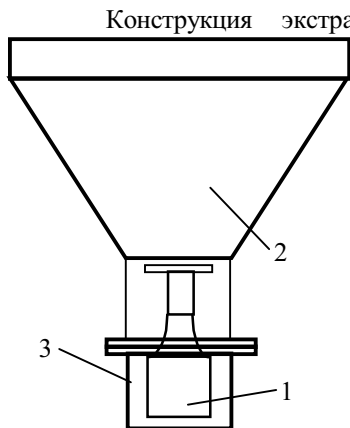
Ультразвуковой способ извлечения биологически активных веществ не нашел широкого применения в крупносерийном промышленном производстве из-за большой стоимости и низкой эффективности выпускавшихся ранее крупногабаритных технологических установок.

В мелкосерийном, аптечном производствах и в домашних условиях ультразвуковой способ экстракции не использует из-за полного отсутствия малогабаритных ультразвуковых экстракторов и методического обеспечения, регламентирующего их применение.

Для обеспечения современных высокотехнологичных малых производство и удовлетворения потребностей индивидуальных потребителей разработан малогабаритный ультразвуковой экстрактор, показанный на фото 1 и состоящий из генератора электрических колебаний ультразвуковой частоты и технологического объема с ультразвуковой колебательной системой – экстрактора.



Фото 1. Ультразвуковой малогабаритный экстрактор



Рисунк. 1

Конструкция экстрактора схематично показана на рис. 1. Экстрактор состоит из ультразвуковой колебательной системы 1, обеспечивающей преобразование электрических колебаний в механические; технологического объема 2 и корпуса 3.

Колебательная система обеспечивает введение в обрабатываемую среду ультразвуковых колебаний частотой 22 КГц. Электронный генератор характеризуется потребляемой от электрической сети мощностью 160 Вт и коэффициентом полезного действия не менее 60 %. Такие параметры электронного генератора позволяют обеспечить ультразвуковое воздействие с интенсивностью 5–7 Вт/см² с излучающей поверхности диаметром 2...3 см.

Технологический объем представляет собой усеченный конус, угол раскрытия которого определяется с учетом дифракционного расхождения ультразвуковых колебаний в обрабатываемой среде и составляет приблизительно 50 градусов. Продольный размер технологического объема не превышает 200...400 мм, что позволяет, даже при наличии существенного затухания в жидкодисперсных обрабатываемых средах, обеспечить условия развитого кавитационного процесса в любой точке объема.

При таких условиях обеспечиваются оптимальные условия ультразвукового воздействия на процесс экстракции.

Экстрактор обеспечивает проведение процесса в объеме жидкости 1...3 л. Для достижения требуемых производственных мощностей в серийном производстве могут формироваться линии из необходимого количества малогабаритных экстракторов.

Для подтверждения эффективности разработанного ультразвукового экстрактора были проведены сравнительные исследования экстракции хмеля общепринятым способом – настаиванием и способом, предусматривающим обработку смеси экстрагент – сырье механическими колебаниями ультразвуковой частоты. Используемое сырье представляло сухой измельченный хмель с размерами 0,5 – 1 мм.

Образцы настойки хмеля готовились из расчета (1 : 10) на 70 %-ном спирте. При экстрагировании соотношение экстрагент – сырье варьировалось в различных пределах. Количество экстрагента принималось равным 100 мл и 500 мл (с первого по пятый опыт – 100 мл спирта, в остальных случаях – 500 мл спирта).

Контрольным образцом явилась настойка хмеля, полученная методом мацерации в течение 7 суток при температуре 30 – 40 °С. После УЗ обработки немедленно проводилось отделение жидкой фазы. Сравнение проводилось также с образцами экстракта хмеля, полученными кипячением в течение двух часов (экстракция, принятая в производстве пива).

Электрическая мощность генератора варьировалась при изменении объемов обрабатываемых веществ таким образом, что бы обеспечивалась одинаковая объемная плотность энергии.

Полученные образцы настоек и экстрактов подвергались контролю на содержание сухого остатка и альфа кислоты в соответствии с требованиями Госфармакопеи.

Полученные результаты представлены в таблице 1.

Из приведенных в таблице данных следует, что ультразвуковой обработки в пределах 30 минут достаточно для получения таких же (или превышающих норму ГФК) показателей по сухому остатку и содержанию альфа кислоты. Использование ультразвуковых колебаний позволяет ускорить процесс экстракции в 400 раз. При увеличении мощности генератора увеличивается выход сухих веществ.

Для подтверждения эффективности разработанного экстрактора, в условиях ЗАО "Эвалар" (г. Бийск) [2] были проведены сравнительные исследования экстракции корня валерианы общепринятым способом мацерации (или настаиванием) и способом, предусматривающим обработку смеси сырье – экстрагент с помощью ультразвуковых колебаний.

Используемое сырье представляло собой дробленые сухие корни и корневища валерианы с размерами частиц 7 – 10 мм стандартной поставки. Соотношение сырье – экстрагент выбиралось равным 1 : 10 и 1 : 4.

Таблица 1.

Результаты экстрагирования сухого хмеля методом мацерации, кипячением и обработкой в ультразвуковом поле.

Номер образца	Соотношение	Мощность генератора, Вт	Время обработки	Сухой остаток, %	Альфа кислота
Треб. ГФК					2,35–2,5
1	1 : 10	Мацерация	7 суток	1,8121	2,23
2	1 : 4	40	30 минут	1,9923	2,29
3	1 : 5	40	30 минут	2,0097	2,31
4	1 : 7	40	30 минут	2,0106	2,33
5	1 : 10	120	30 минут	2,0756	2,38
6	1 : 10	150	30 минут	2,1228	2,44
7	1 : 10	160	30 минут	2,1506	2,47
8	1 : 10	Кипячение	2 часа	1,5163	

Контрольными образцами являлись настойка и экстракт, полученные методом мацерации в течение 7 суток. Образцы, обрабатываемые ультразвуком, предварительно замачивались в течение 30 мин, а затем подвергались озвучиванию в режиме: 5 минут воздействия, затем 40 – 50 минут перерыв и повторное озвучивание. Потребляемая мощность аппарата устанавливалась равной 120 Вт.

Выбор мощностных и временных режимов обработки обусловлен значительным выделением тепла в процессе ультразвукового воздействия. После озвучивания немедленно производилось отделение жидкой фракции.

Полученные образцы настоек и экстрактов подвергались контролю на содержание сухого остатка и валериановой кислоты в соответствии с требованиями Госфармакопеи.

Результаты исследований приведены в таблице 2.

Таблица 2.

Результаты экстрагирования валерианового корня методом мацерации и в ультразвуковом поле

Номер образца	Соотношение	Спирт, %	Время обработки	Сухой остаток, %	Валериан. кислота
Треб. ГФК				3,0	0,2
1	1 : 10	40	7 суток	3,4	0,3

	(без УЗ)				
2	1 : 4 (без УЗ)	70	7 суток	7,1	0,4
3	1 : 10 (с УЗ)	40	10 минут	2,9	0,2
4	1 : 10 (с УЗ)	40	20 минут	3,4	0,3
5	1 : 4 (с УЗ)	70	10 минут	6,9	0,4
6	1 : 4 (с УЗ)	70	20 минут	8,2	0,5

Как видно из таблицы, для настойки (1 : 10) и экстракта (1 : 4) время ультразвуковой обработки в пределах 10 – 20 минут достаточно для получения таких же (или превышающих норму Госфармакопеи) показателей по сухому остатку и содержанию валериановой кислоты, как и при мацерации в течение 7 суток. Таким образом, использование ультразвуковых аппаратов позволяет ускорить процесс экстракции примерно в 500 – 900 раз.

Необходимое и достаточное время протекания процесса экстракции в ультразвуковом поле составляет 20 – 30 минут.

Как и ожидалось, соотношение сырье – экстрагент 1 : 10 и 1 : 15 является оптимальным при проведении экстрагирования в ультразвуковом поле.

Таким образом, оптимальные параметры ультразвукового воздействия на процесс экстракции будут следующими:

1. Соотношение сырье – экстрагент лежит пределах 1 : 10 и 1 : 15;
2. Время проведения экстрагирования в ультразвуковом поле не превышает 20 – 30 минут.

Проведенные лабораторные и производственные исследования позволили выявить следующие методические особенности эффективного применения разработанного малогабаритного ультразвукового экстрактора на малых предприятиях и в домашних условиях, для производства настоев и экстрактов.

1. Ультразвуковые колебания позволяют значительно сократить время замачивания. Так, если для измельченной травы горичвета, чабреца, пустырника время оптимального набухания в обычных условиях 2 часа, а для корневищ валерианы, синюхи, девясила, аира и других видов сырья оно равно 6...8 часов, то при использовании ультразвукового экстрактора достаточно 30 минут замачивания и всего лишь 10 минут ультразвукового воздействия. При этом сырье полностью набухает.

2.. Если в качестве исходного сырья используются травы растений, имеющих тонкую рыхлую листовую пластинку с мягкими оболочками и большим количеством путепроводящих тканей, межклеточных пространств (трава ландыша, полынь горькая, листья мяты перечной, зверобоя, красавки, наперстянки, горичвета, цельнолистника, тысячелистника, цветы ромашки аптечной, ноготков и др.), то размер частиц не играет существенной роли и может колебаться от 2 до 8 мм.

Для экстрагирования сырья с одревесневшими клетками плотной структуры размер частиц должен быть гораздо меньше. Оптимальный выход биологически активных веществ при использовании ультразвука для экстрагирования корней или корневищ чемерицы, женьшеня, стальника, радиолы, заманихи, шароплодки, красавки, кермека, валерианы, лопуха, крестовника наблюдается при размере частиц 0,25 – 1,0 мм.

Оптимальный размер частиц для экстрагирования коры обвойника, дуба, крушины, плодов соборы, боярышника, кожуры граната составляет 0,5 – 1,5 мм.

3. Наилучшие результаты по экстрагированию получены при использовании спиртово-водных смесей, так как диэлектрическая постоянная смеси может быть изменена в больших пределах и это позволяет такими смесями экстрагировать широкий круг веществ.

4. Полное истощение сырья при величине частиц 0,5 мм и воздействии ультразвука происходит в течение 15 минут, при величине частиц 1 мм полное истощение наступает через 60 мин обработки, 2 часа требуется для полного истощения сырья с размерами частиц 2 мм. При величине частиц 8...10 мм за 2 часа обработки выходит менее 55 % биологически активных веществ. Таким образом, предварительное измельчение сырья до размера частиц менее 0,5 мм обеспечивает при оптимальных условиях полное истощение сырья за 10...20 минут ультразвуковой обработки.

5. С увеличением температуры экстрагента начинается интенсивное образование газовых пузырьков на границах раздела и интенсивность передачи ультразвуковой энергии падает, поэтому оптимальное ультразвуковое воздействие протекает при температуре 30...60 °С.

При экстрагировании необходимо учитывать повышение температуры экстрагента за счет поглощения ультразвуковой энергии и следить за тем, что бы температура озвучиваемой среды не превышала допустимых значений.

Таким образом, созданный малогабаритный ультразвуковой экстрактор обеспечивает ускорение процесса экстракции растительного сырья в сотни раз при одновременном увеличении выхода полезных веществ на 10...20 % и может быть рекомендован для промышленного применения в условиях малых производств, аптечном производстве и домашнем хозяйстве.

Литература

1. Молчанов Г.И. Ультразвук в фармации. М., Медицина 1980, 176с.
2. Гавинский Ю.В., Мисовец А.Н. Исследование возможности применения ультразвука в фармации. Отчет по поисковой НИР. ЗАО «Эвалар», г. Бийск, 1997, с.23.