Табиғи қосылыстарды бөліп алу: мацерациядан суперкритикалық флюидтік экстракцияға дейін

Дәріс оқытушысы:
PhD, қауымд. профессор
Оңалбек Дамира Дүйсембекқызы
d.ongalbek@satbayev.university

Дәрістің мақсаты

Негізгі міндеттері

Экстракцияның физика-химиялық негізін түсіну

Классикалық және заманауи әдістерді салыстыру

Әдісті нысаналы қосылысқа сай таңдау

Шикізат пен еріткіш қасиеттерін бағалау

Процесс параметрлерін негіздеу

Экстракт сапасына әсер ететін факторларды анықтау

Экстракцияның ғылыми негізі

Қозғаушы күш

Еріген зат концентрациясының градиенті

Жасуша ішіндегі заттың еріткішке өтуі

Масса алмасу жылдамдығы

Негізгі сатылар

Еріткіштің шикізатқа енуі

Қосылыстың еруі

Диффузия және сыртқы ортаға тасымалдану

Шикізатты алдын ала дайындау

- Түрлік сәйкестендіру
- Кептіру режимін таңдау
- Ұсақтау өлшемін таңдау
- Ылғалдылықты анықтау
- Бөгде қоспалардан тазарту

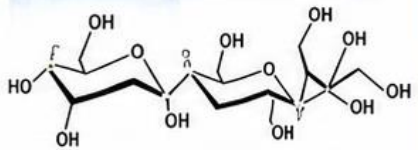


Ұсақ бөлшек экстракцияны жылдамдатады, бірақ сүзуді қиындатуы мүмкін

Еріткішті таңдау

Су



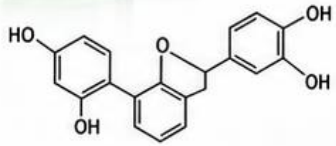


Полисахаридтер, таниндер

Мацерация, инфузия

Этанол–су



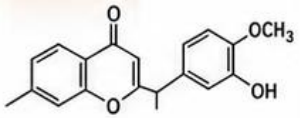


Фенолдар, флавоноидтар, гликозидтер

Мацерация, перколяция, УДЭ

Этилацетат





Орташа полярлы қосылыстар

Сұйықтық–сұйықтық экстракция

Гексан





Майлар, балауыздар, пигменттер

Сокслет, майсыздандыру

Суперкритикалық CO_2





Эфир майлары, терпендер, липидтер

SFE, 31,1 °C; 7,38 МПа-дан жоғары

Полярлығы жоғары → Полярлығы төмен

Полярлығы жоғары — Полярлығы төмен

Полярлық | Селективтілік | Уыттылық | Қайнау температурасы | Қайта пайдалану



Артықшылықтары мен шектеулері: Жабдық қарапайым; Жылуға сезімтал заттарға қолайлы; Ұзақ уақыт және көп еріткіш қажет

Перколяция

Принципі

Еріткіш шикізат қабаты арқылы үздіксіз өтеді

Концентрация градиенті сақталады

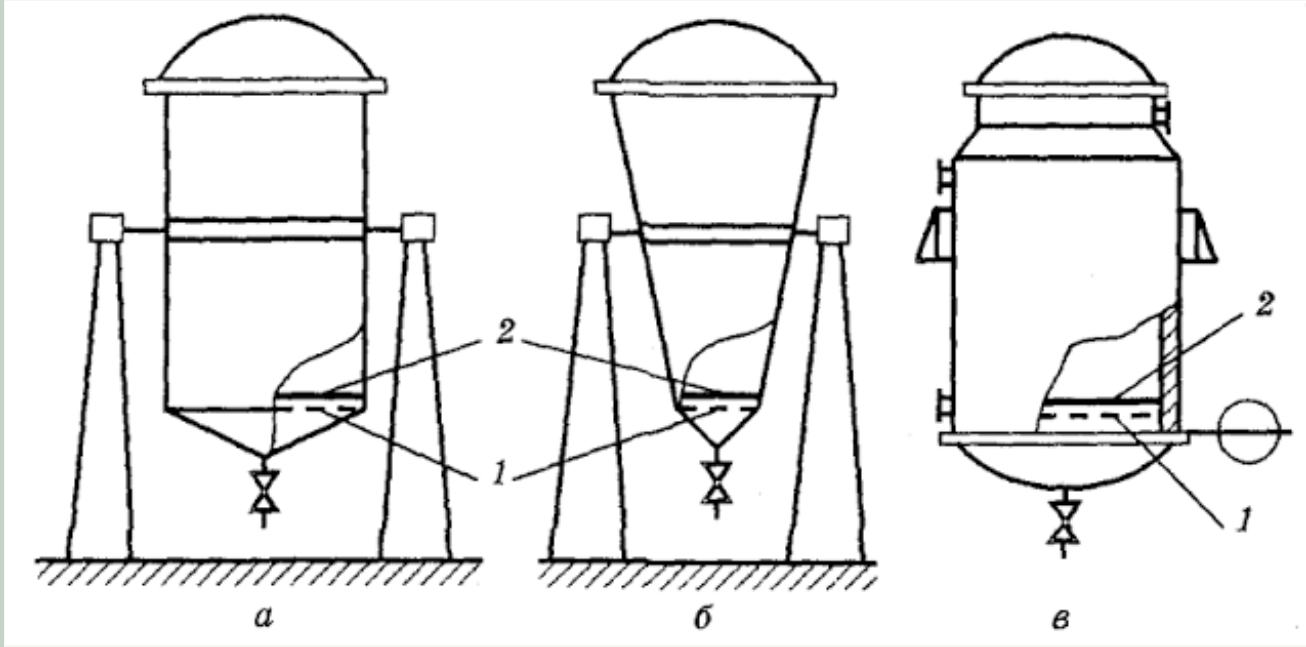
Перколят фракциялармен жиналады

Маңызды параметрлер

Шикізаттың біркелкі ылғалдануы

Қабаттың тығыздығы

Еріткіштің өту жылдамдығы



Сокслет экстракциясы



Жұмыс циклі

Еріткіш қайнайды және конденсацияланады

Шикізат камерасы ыстық еріткішпен толады

Сифон арқылы экстракт колбаға қайтады

Бағалау

Экстракция қайталанып, шығым жоғарылайды

Еріткіш көлемі салыстырмалы аз

Жылуға сезімтал қосылыстарға жарамсыз болуы мүмкін

Қарқынды экстракция әдістері

Ультрадыбыстық экстракция



Кавитация



- 20–40 кГц
- 20–60 минут
- Төмен температура

Микротолқынды экстракция



Диэлектрлік қыздыру



- 2,45 ГГц
- 5–20 минут
- Жылдам экстракция

Қысымдағы ыстық су экстракциясы



Субкритикалық су



- 100–200 °C
- Қысымда
- Органикалық еріткішсіз



Жасуша қабырғасының бұзылуы → Массаның тасымалдануы → Экстракцияның жеделдеуі

Суперкритикалық CO_2 экстракциясы



Жұмыс жағдайлары

Критикалық нүкте: 31,1 °C; 7,38 МПа

Жұмыс аймағы: 35–60 °C; 10–35 МПа

Полярлы қосылыстар үшін модификатор ретінде этанол қолданылуы мүмкін

Экстракция механизмі



Еріту — Масса алмасу

Қолданылатын табиғи қосылыстар

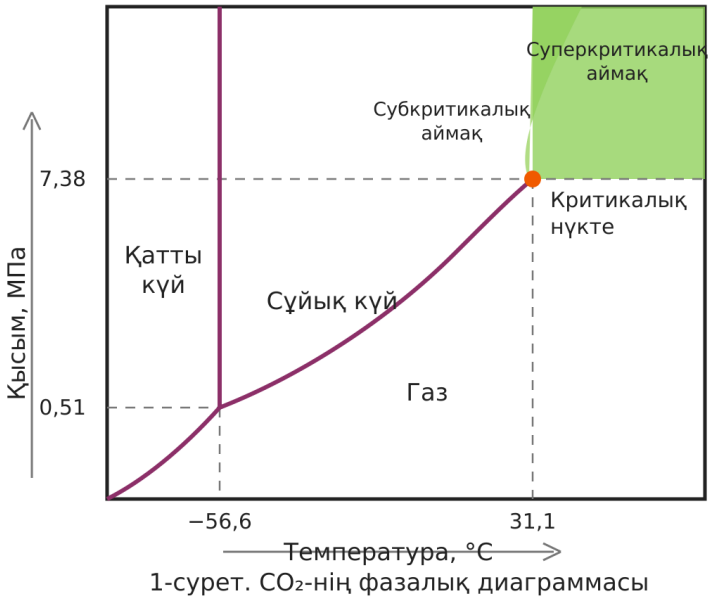


Эфир майлары — Терпендер — Липидтер — Хош иісті қосылыстар

Артықшылықтары

- Еріткіш қалдығы жоқ
- Төмен температура
- Селективті
- CO_2 қайта пайдаланылады

Суперкритикалық CO_2 экстракциясы



1-сурет. CO_2-нің фазалық диаграммасы

Диаграмма көмірқышқыл газының температура мен қысымға байланысты фазалық күйінің өзгеруін көрсетеді:

- Диаграммада қатты, сұйық және газ фазаларының тепе-теңдік шекараларын көрсетеді.
- **−56,6 °C және 0,51 МПа** шамасында CO_2-нің қатты, сұйық және газ фазалары тепе-теңдікте болатын үштік нүктесі орналасады.
- **31,1 °C және 7,38 МПа** — CO_2-нің критикалық нүктесі.
- Температура 31,1 °C-тан, ал қысым 7,38 МПа-дан жоғары болғанда CO_2 суперкритикалық күйге өтеді.



Суперкритикалық CO_2 газ сияқты өсімдік шикізатына жақсы енеді және сұйықтық сияқты липофильді қосылыстарды ерітеді. Сондықтан ол эфир майларын, терпендерді, майлар мен басқа полярлығы төмен табиғи қосылыстарды экстракциялауда қолданылады. Қысым төмендеген кезде CO_2 газға айналып, экстрактіден оңай бөлінеді. Полярлы компоненттерді алу үшін аз мөлшерде этанол сияқты модификатор қосуға болады.

Әдістерді салыстыру және таңдау алгоритмі

Әдіс	Температура	Уақыт	Негізгі артықшылық	Кемшіліктері
Мацерация	20-25 °C	12-72 сағ	Қарапайым, жұмсақ режим	Ұзақ, еріткіш шығыны жоғары
Перколяция	20-40 °C	Бірнеше сағат	Үздіксіз градиент	Арна түзілуі мүмкін
Сокслет	Еріткіштің қайнау t	2-8 сағ	Толық экстракция	Жылулық әсер
УДЭ	20-60 °C	10-60 мин	Жылдам және икемді	Кавитациялық деградация
МТЭ	40-150 °C	5-30 мин	Өте жылдам қыздыру	Қысым мен температураны бақылау
Қысымдағы ыстық су	100-200 °C	5-60 мин	Органикалық еріткіш аз	Гидролиз қаупі
SFE-CO_2	35-60 °C	30-180 мин	Қалдықсыз, селективті	Күрделі жоғары қысымды жабдық

Әдіс таңдау реті

1. Мақсатты қосылыс класы мен полярлығын анықтау.
2. Термиялық, тотығу және гидролитикалық тұрақтылығын бағалау.
3. Шикізаттың ылғалы, бөлшек өлшемі және матрица ерекшелігін анықтау.
4. Өнімнің қолданылуына сәйкес еріткіш қауіпсіздігін белгілеу.
5. Зертханалық скринингте шығым мен селективтілікті салыстыру.
6. Энергия, еріткішті қалпына келтіру және қалдық көлемін есептеу.
7. Масштабтау алдында сапа көрсеткіштері мен процестің беріктігін растау.

Оңтайландыру және масштабтау

Бір факторды жеке өзгерту қарапайым болғанымен, факторлар арасындағы өзара әсерді көрсетпейді. Сондықтан тәжірибені жоспарлау әдістері арқылы еріткіш құрамы, температура, уақыт, сұйық-қатты қатынасы және энергия енгізу деңгейі бірге зерттеледі. Оңтайландыру критерийі тек жалпы шығым емес, мақсатты маркердің мөлшері, экстракт тазалығы, антиоксиданттық белсенділік, еріткіш пен энергия шығыны болуы тиіс.

Масштабтауда сақталатын параметрлер

- қатты және сұйық фазалардың қатынасы;
- араластырудың меншікті қуаты және гидродинамика;
- бөлшек өлшемі мен қабаттың өткізгіштігі;
- температура мен қысымның біркелкілігі;
- ұстау уақыты және еріткіштің меншікті шығыны;
- жабдықтың материалдық үйлесімділігі және қауіпсіздік қоры.

Сапаны бақылау және қауіпсіздік

Қауіпсіздік талаптары еріткіштің жанғыштығын, уыттылығын, жарылыс қаупін және қысымдағы жабдықтың тұтастығын қамтиды. SFE жүйесінде қорғаныс клапандары, қысым датчиктері, авариялық тоқтату және жоспарлы герметикалығын тексеру міндетті.

Бақылау нысаны	Ұсынылатын көрсеткіш
Шикізат	Сәйкестік, ылғал, күл, бөгде қоспа, бөлшек өлшемі
Аралық экстракт	Құрғақ қалдық, pH, тығыздық, маркерлік профиль
Дайын экстракт	Маркер мөлшері, хроматографиялық профиль, еріткіш қалдығы
Микробиологиялық сапа	Жалпы сан, патогендердің болмауы
Тұрақтылық	Температура, жарық, оттек және ылғал әсері
Процесс	Уақыт, температура, қысым, ағын, еріткіш шығыны

Қорытынды

Мацерация қарапайым және жұмсақ әдіс ретінде бастапқы деңгейде маңызды. Перколяция масса алмасуды жақсартады, ал Сокслет толық экстракцияға мүмкіндік береді. Ультрадыбыс пен микротолқын уақыт пен еріткіш шығынын азайтады. Қысымдағы ыстық су полярлығы реттелетін жасыл орта ретінде қолданылады. Суперкритикалық CO_2 эфир майлары, терпендер мен липидтер үшін жоғары селективті және қалдықсыз технология ұсынады. Әдіс таңдау өнім сапасы, қауіпсіздік, тұрақтылық және экономикалық орындылықты бір уақытта ескеруі тиіс.