Методы экстракции II: перколяция, реперколяция, циркуляционная экстракция.

Лектор:
PhD, ассоц. профессор
Оңалбек Дамира Дүйсембекқызы

Перколяция

Метод непрерывной экстракции растворителем через слой сырья. Применяется для термолабильных веществ.

•**Этапы:**

увлажнение → набухание → пропускание экстрагента.

•**Преимущества:** высокая полнота извлечения, равномерность.



Преимущества перколяции

Равномерность

Метод перколяции гарантирует равномерность экстракции, благодаря чему получаемые экстракты обладают стабильными свойствами. Это позволяет обеспечить высокое качество конечных продуктов, минимизируя потери активных веществ.

Полнота извлечения

Перколяция обеспечивает высокую полноту извлечения веществ, что делает её эффективным методом. Этот процесс позволяет извлекать даже термолабильные компоненты, что значительно увеличивает выход конечного продукта.

Виды перколяция:

Прямая перколяция – растворитель проходит через один слой сырья.

Фракционная перколяция – сырьё разделяют на несколько частей, экстрагент собирают фракциями (для более концентрированных извлечений).

Непрерывная перколяция – экстрагент подаётся и отбирается без остановки процесса.

Прямая перколяция

1. Экстрагент проходит через один слой сырья.
2. На выходе получается экстракт стандартной концентрации.
3. Применяется для настоек и жидких экстрактов.

Технология:

1.Подготовка сырья → загрузка в перколятор.

2.Увлажнение и выдержка.

3.Пропускание экстрагента сверху вниз.

4.Сбор перколята и его концентрация.

Фракционная перколяция

•Сырьё делят на несколько частей (фракций).

•Экстрагент пропускают через первую часть, затем через вторую и т.д.

•На каждой стадии получают более концентрированный раствор.

Технология:

1.Перколяторы заполняют частями сырья.

2.Экстрагент пропускают через первую фракцию → собирают часть экстракта.

3.Затем экстрагент проходит через следующую фракцию сырья.

4.В конце объединяют экстракты.

Непрерывная перколяция

•Экстрагент поступает постоянно и равномерно.
•Экстракт отбирают без остановки процесса.
•Более эффективна в промышленности.

Технология:

1.В перколятор подают экстрагент непрерывным потоком.
2.Одновременно отбирают насыщенный экстракт.
3.Процесс длится до полного истощения сырья.

Перколяция

Технологические параметры:

•**Размер частиц сырья:** 1–5 мм (слишком мелкое → забивает фильтр, слишком крупное → неполное извлечение).

•**Соотношение сырьё : экстрагент:** 1 : 5 – 1 : 10 (в зависимости от действующих веществ).

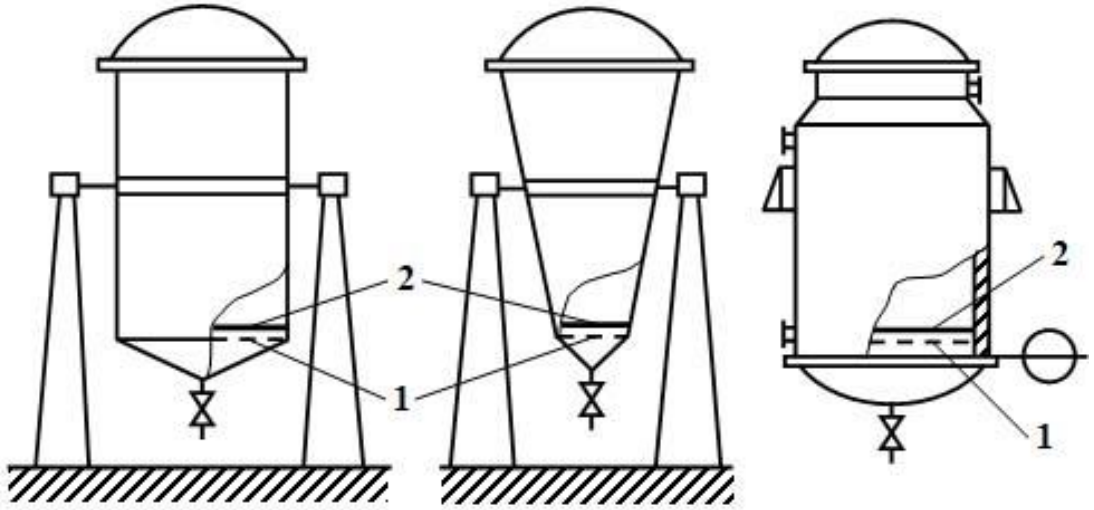
•**Температура:** обычно комнатная (18–25 °C), для термолабильных веществ – ≤ 20 °C.

•**Время увлажнения:** 12–24 ч.

•**Скорость перколяции:** 1–3 мл/мин на 100 г сырья (контролируется, чтобы не было слишком быстро).

•**Общее время:** 24–72 ч (зависит от сырья).

Применение: настойки, жидкие экстракты.



Метод перколяции

Метод перколяции включает три последовательно протекающие стадии: намачивание сырья (набухание сырья), настаивание, собственно перколяция.

Намачивание (набухание) проводится вне перколятора. Чаще для этого используют мацерационные баки или другие емкости, из которых удобно выгружать замоченное сырье. Для намачивания используют от 50 до 100% экстрагента по отношению к массе сырья. После перемешивания сырье оставляют на 4-5 часов в закрытой емкости. За это время экстрагент проникает между частичками растительного материала и внутрь клеток, сырье набухает, увеличиваясь в объеме. При этом происходит растворение действующих веществ внутри клетки.

В производственных условиях намачивание может быть совмещено с настаиванием, но если сырье способно сильно набухать, стадию намачивания обязательно проводят в отдельной емкости, так как вследствие большого увеличения объема материала в перколяторе оно может сильно спрессовываться и вообще не пропустить экстрагент.

Настаивание – вторая стадия процесса перколяции. Набухший или сухой материал загружают в перколятор на ложное дно с оптимальной плотностью, чтобы в сырье оставалось как можно меньше воздуха. Сверху накрывают фильтрующим материалом, прижимают перфорированным диском и заливают экстрагентом так чтобы максимально вытеснить воздух. Возможна загрузка материала в мешок из фильтрующего материала, заполняющего весь объем перколятора. В верхней части мешок завязывают и кладут груз. Сырье заливают экстрагентом до образования «зеркала», высота слоя, которого над сырьем должен быть около 30-40 мм, и проводят настаивание 24-48 часов, время, в течение которого будет достигнута равновесная концентрация. Для многих видов сырья время настаивания может быть сокращено.

Собственно перколяция – непрерывное прохождение экстрагента через слой сырья и сбор перколята. При этом слив перколята и одновременная подача сверху экстрагента проводится со скоростью не превышающей 1/24 или 1/48 (для крупных производств) части используемого объема перколятора за 1 час. При этом насыщенная вытяжка вытесняется из растительного материала током свежего экстрагента и создается разность концентраций экстрагируемых веществ в сырье и экстрагент. Скорость перколяции должна быть такой, чтобы успевала произойти диффузия экстрагируемых веществ в вытяжку. При приготовлении настоек перколирование заканчивают получением пяти или десяти объемов (в зависимости от свойств сырья) вытяжки по отношению к массе загруженного сырья.

Реперколяция

Реперколяция — разновидность перколяции, основанная на последовательном прохождении полученных извлечений через несколько порций свежего растительного сырья.

Главная задача метода — получение более концентрированного извлечения при рациональном использовании экстрагента.

В отличие от обычной перколяции процесс осуществляется, как правило, в системе нескольких перколяторов.

Принцип реперколяции

- Общее количество лекарственного растительного сырья разделяют на несколько частей.
- Каждую часть помещают в отдельный перколятор.

Например: **Перколятор №1 → Перколятор №2 → Перколятор №3**

- Экстрагент первоначально контактирует с первой порцией сырья.
- Полученный перколят используется в качестве экстрагента для следующей порции.
- Затем извлечение из второго аппарата направляют на третью порцию сырья.
- Таким образом, по мере движения через систему концентрация целевых веществ в извлечении возрастает.

Реперколяция

Виды:

1.Последовательная реперколяция – экстрагент проходит через несколько перколяторов один за другим.

2.Каскадная реперколяция – непрерывный поток растворителя циркулирует через систему перколяторов.

3.Многоступенчатая реперколяция – применяется для получения высококонцентрированных экстрактов, с 3–5 перколяторами в системе.

Производственная технология:

•Используются **батареи перколяторов**, соединённые трубопроводами.

•Экстрагент после прохождения через сырьё в одном перколяторе направляется в следующий, содержащий свежую порцию сырья.

•На выходе получают **более насыщенный экстракт**.

•Применяется при производстве:

- •густых и сухих экстрактов,
- •препаратов, требующих высокой концентрации действующих веществ.

Вид реперколяция

1. Последовательная реперколяция

•Экстрагент проходит через несколько перколяторов последовательно.

•Каждый следующий перколятор содержит свежую порцию сырья.

Технология:

1.Экстрагент проходит через сырьё в первом аппарате.

2.Затем направляется во второй, третий и т.д.

3.На выходе – высококонцентрированный экстракт.

Вид реперколяция

2. Каскадная реперколяция

Экстрагент циркулирует каскадом: из последнего перколятора возвращается в первый.

Экстракция идёт по принципу противотока.

Технология:

Экстрагент после насыщения частично возвращается в предыдущий аппарат.

Так достигается высокая концентрация вещества в конечном экстракте.

Вид реперколяция

3. Многоступенчатая реперколяция
Используется 3–5 перколяторов.
Каждый из них работает на разных стадиях насыщения сырья.
Обеспечивает максимальное извлечение и минимальные потери экстрагента.
Технология:
Система батареи перколяторов.
Перемещение экстрагента по ступеням (от свежего сырья к истощённому).
Получение густого или сухого экстракта.

Реперколяция

Технологические параметры:

- **Размер частиц сырья:** 1–3 мм.
- **Соотношение сырьё : экстрагент:** 1 : 8 – 1 : 12 (так как растворитель используется последовательно).
- **Количество перколяторов:** 2–5 (чаще 3).
- **Температура:** 18–25 °C, допускается подогрев до 40 °C для труднорастворимых веществ.
- **Скорость перколяции:** 0,5–1 мл/мин на 100 г сырья (медленнее, чем при прямой).
- **Время процесса:** 2–5 суток (в зависимости от числа ступеней).

Применение: производство густых и сухих экстрактов (например, экстракт валерианы, крапивы).

Реперколяция

Аппарат: батарея перколяторов (несколько аппаратов, соединённых трубопроводами).
Технология получения:
1.Подготовка сырья
- •Измельчение до 1–3 мм.
- •Сырьё распределяют по нескольким перколяторам.

2.Заполнение перколяторов
- •Каждый перколятор заливается экстрагентом.
- •Сырьё увлажняется и выдерживается (8–12 ч).

3.Последовательное перколирование
- •Экстрагент проходит сначала через сырьё в первом перколяторе → затем направляется во второй → затем в третий.
- •Таким образом, растворитель обогащается действующими веществами на каждом этапе.

4.Перемещение экстрагента
- •Первый порция растворителя используется для экстракции свежего сырья.
- •Менее концентрированный экстрагент подают к уже частично истощённому сырью.

5.Сбор перколята
- •На выходе получают высококонцентрированный экстракт.

6.Концентрирование и стандартизация
- •Упаривание под вакуумом.
- •Стандартизация по содержанию действующих веществ.

Особенность: сырьё используется более рационально, растворитель экономится, экстракт получается насыщенным.

Схема перерколяции с делением сырья на равные части с незаконченным циклом

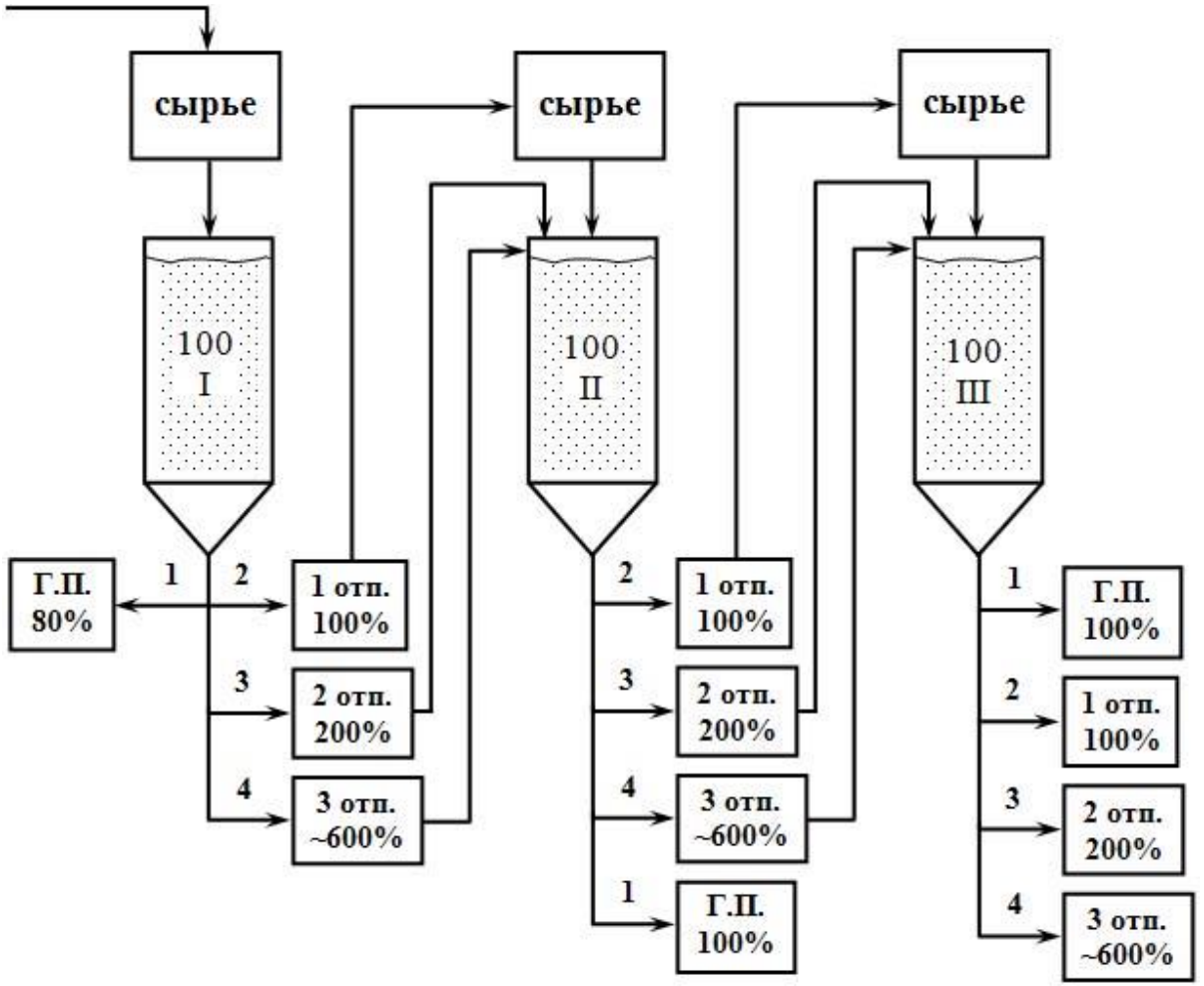
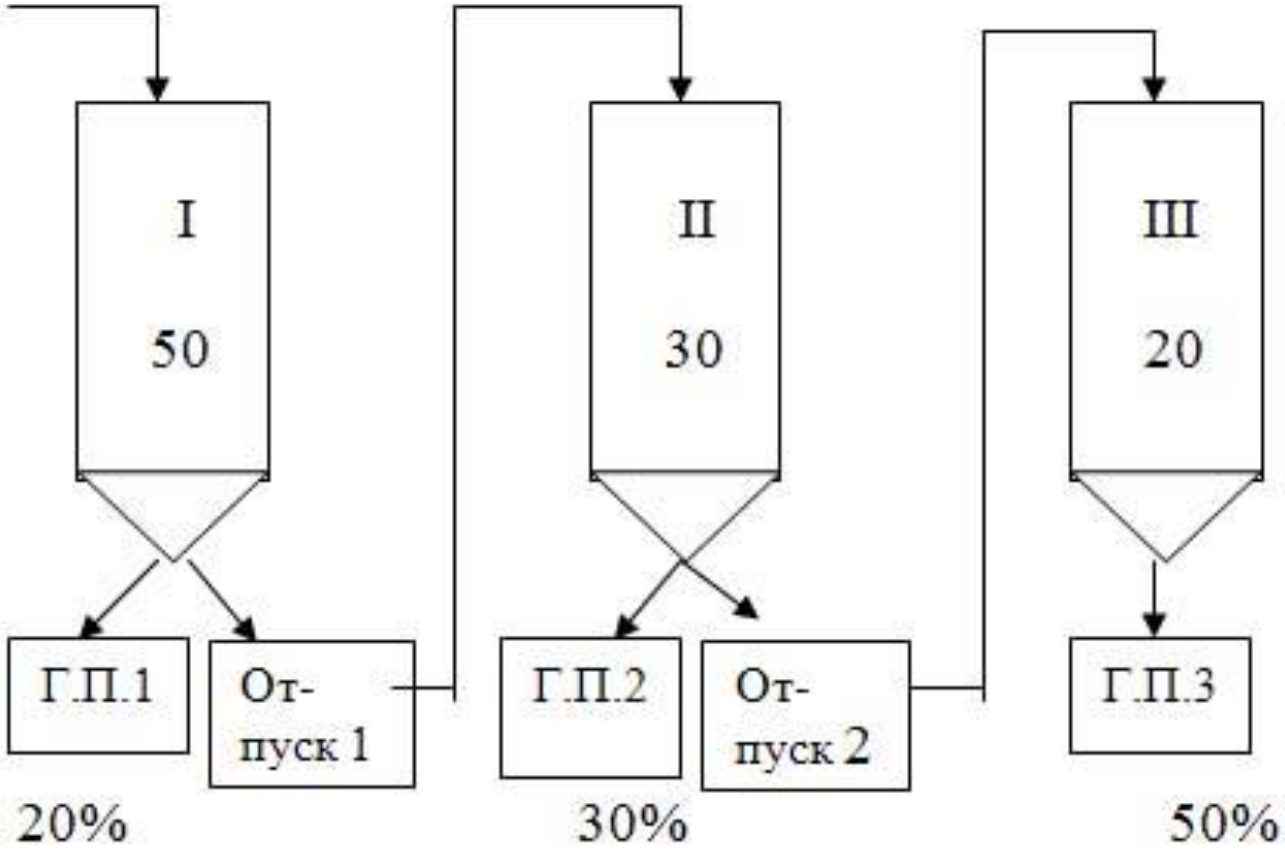


Схема перколяции с делением сырья на неравные части по фармакопее США

- **Перколяция с делением сырья на неравные части по фармакопее США и Германии**. Эти варианты перколяции официнальны в указанных странах.
- Согласно фармакопее США исходное сырье принимают за 100% и загружают в перколяторы в соотношении 5:3:2 (рис. 5.9). Работу начинают с наибольшей порцией сырья и обрабатывают ее чистым экстрагентом. Перколят собирают в два приема: готовый продукт 1 в количестве 20% от общего количества сырья и отпуск, который используют для набухания, настаивания и перколяции во II-м перколяторе. Из II-го перколятора получают готовый продукт 2 в количестве 30% от общего количества сырья и отпуск 2, используемый для III-го перколятора. Из III-го перколятора собирают 50% готового продукта по отношению к массе сырья. Всего получают 20+30+50=100% готового продукта на 100% исходного сырья, т.е. 1:1.

Г.П.1 – готовый продукт 1, в количестве 20% от общей массы сырья;
Г.П.2 – готовый продукт 2, в количестве 30% от общей массы сырья;
Г.П.3 – готовый продукт 3, в количестве 50% от общей массы сырья.



Реперколяция

- В соответствии с Германской фармакопеей все сухое сырье загружают в три перколятора в соотношении 5:3,25:1,75 и проводят процесс аналогично описанному выше для фармакопеи США.
- Реперколяция с делением сырья на неравные части по фармакопеям США и Германии могут применяться для небольших производств при получении незначительного количества продукта, т.к. в этих модификациях реперколяции сырье во II-м и в III-м перколяторах истощается не полностью. Меньше всего сырье истощается в III-м перколяторе.

Варианты реперколяции

В фармацевтической технологии могут применяться различные схемы реперколяции.

Реперколяция с законченным циклом

- Сырье распределяется между несколькими перколяторами, а извлечения последовательно используются для обработки следующих порций сырья.

Реперколяция с незаконченным циклом

- Часть полученных извлечений используется на последующих стадиях процесса, а наиболее концентрированные фракции отбираются в качестве готового продукта или полуфабриката.

Батарейная реперколяция

- Используется система соединенных перколяторов.
- Потоки организуют таким образом, чтобы поддерживать наиболее благоприятный концентрационный градиент.

Циркуляционная экстракция

Метод, при котором экстрагент многократно **циркулирует по замкнутому контуру** через слой сырья.

Принцип работы:

•Растворитель прокачивается насосом.

•Экстрагент постоянно перемешивается и насыщается веществами.

•Сбор готового экстракта производится после достижения равновесия.

Преимущества:

•Сокращение времени экстракции.

•Высокая полнота извлечения.

•Автоматизация и масштабирование процесса.

Применение:

•В **крупнотоннажном фармацевтическом производстве** (жидкие и концентрированные экстракты).

Циркуляционная экстракция

Виды:

1.Открытая циркуляция – экстрагент возвращается в сырьё без полного замыкания цикла (используется для жидких экстрактов).

2.Замкнутая циркуляция – экстрагент непрерывно прокачивается насосом по контуру «сырьё → сборник → снова сырьё».

3.Непрерывная циркуляционная экстракция – используется в промышленности, когда сырьё подаётся и выгружается без остановки аппарата.

Циркуляционная экстракция

1. Открытая циркуляция

•Экстрагент циркулирует частично, часть выводится наружу.

•Используется при необходимости обновления растворителя.

Технология:

1.Экстрагент прокачивается насосом через сырьё.

2.Часть насыщенного экстракта отбирается.

3.Остаток возвращается в контур.

Циркуляционная экстракция

2. Замкнутая циркуляция

•Экстрагент циркулирует по полностью замкнутому контуру.

•На выходе получается равномерно насыщенный экстракт.

Технология:

1.Сырьё помещают в камеру.

2.Растворитель непрерывно циркулирует насосом по кругу.

3.После достижения равновесия экстракт отбирают полностью.

Циркуляционная экстракция

3. Непрерывная циркуляция
•Наиболее технологичный вид.
•Одновременно происходит загрузка свежего сырья и выгрузка отработанного.
•Подходит для крупнотоннажного производства.
Технология:
1.Сырьё подаётся в экстрактор непрерывно.
2.Растворитель циркулирует постоянно.
3.Насыщенный экстракт выводится и поступает на упаривание.

Циркуляционная экстракция

Производственная технология:

Аппараты: **экстракторы с мешалками, насосами и теплообменниками**.

Этапы:

- Подготовка сырья (измельчение, загрузка в экстрактор).
- Заполнение экстрагентом.
- Циркуляция растворителя при контролируемой температуре.
- Сбор насыщенного экстракта в приёмный резервуар.
- Концентрация под вакуумом и стандартизация.

Применение:

Крупнотоннажное производство экстрактов (настойки, концентраты).

Особенно актуально для сырья с труднодоступными действующими веществами (кора, корни).

Циркуляционная экстракция

Технологические параметры:

- **Размер частиц сырья:** 2–10 мм (чтобы не создавалось сопротивление потоку).
- **Соотношение сырьё : экстрагент:** 1 : 6 – 1 : 15 (в зависимости от технологии и масштаба).
- **Скорость циркуляции растворителя:** 2–10 оборотов/час (всё сырьё омывается многократно).
- **Температура:**
  - для этанола – до 40–50 °C,
  - для термолабильных веществ – ≤ 30 °C.
- **Давление:** атмосферное или вакуум (0,6–0,8 атм) для ускорения массопереноса.
- **Время процесса:** 6–12 ч (значительно быстрее, чем перколяция).

Применение: крупнотоннажное производство экстрактов, концентратов, фитопрепаратов.

Циркуляционная экстракция

Аппарат: циркуляционный экстрактор (состоит из экстракционной камеры, насоса, сборника экстракта и трубопроводов).

Технология получения:

1.Подготовка сырья

- Измельчение (1–10 мм в зависимости от плотности).
- Загрузка в экстракционную камеру.

2.Заливка экстрагентом

- Камеру заполняют растворителем (этанол, вода, водно-спиртовые смеси).

3.Сбор циркуляции

- Экстрагент при помощи насоса циркулирует по замкнутому контуру:
  сырьё → трубопровод → сборник → снова сырьё.
- Одновременно идёт экстрагирование и перемешивание.

4.Ускорение процесса

- Возможен подогрев (30–50 °C).
- Можно использовать вакуум для улучшения массопереноса.

5.Сбор экстракта

- После достижения равновесия растворённого вещества, экстракт направляют в сборный резервуар.

6.Концентрация и стандартизация

- Экстракт упаривают, сгущают и приводят к заданной концентрации.
- Далее выпускают как жидкий, густой или сухой экстракт.

Особенность: этот метод наиболее технологичен и применяется в **крупнотоннажном фармацевтическом производстве**.

Итоговое сравнение

Метод	Виды	Особенности	Применение
Перколяция	Прямая, фракционная, непрерывная	Простая технология, высокая полнота извлечения	Настойки, жидкие экстракты
Реперколяция	Последовательная, каскадная, многоступенчатая	Концентрированный экстракт, экономия экстрагента	Густые и сухие экстракты
Циркуляционная	Открытая, замкнутая, непрерывная	Быстрота, автоматизация, промышленный масштаб	Крупнотоннажные экстракты

Итоговое сравнение по параметрам

Метод	Размер сырья	Соотношение сырьё : экстрагент	Температура	Время процесса	Особенности
Перколяция	1–5 мм	1 : 5 – 1 : 10	18–25 °C	1–3 суток	Простая, длительная
Реперколяция	1–3 мм	1 : 8 – 1 : 12	18–40 °C	2–5 суток	Концентрированные экстракты
Циркуляционная	2–10 мм	1 : 6 – 1 : 15	30–50 °C	6–12 ч	Быстрая, автоматизированная

Методы экстракции II — преимущества и недостатки



Перколяция

Преимущества:

•Более полное извлечение, чем при мацерации.

•Экстракт получается равномерным по концентрации.

•Простота оборудования (перколятор).

•Можно регулировать скорость процесса.

•Подходит для термолабильных веществ (идёт при комнатной температуре).

Недостатки:

•Процесс длительный (сутки и более).

•Невозможно быстро увеличить масштаб.

•Требуется контроль скорости прохождения экстрагента.

•Большой расход растворителя по сравнению с современными методами.

Методы экстракции II — преимущества и недостатки



Перколяция

Преимущества:

•Получение более концентрированных экстрактов.

•Рациональное использование растворителя.

•Высокая полнота извлечения действующих веществ.

•Подходит для густых и сухих экстрактов.

Недостатки:

•Более сложное оборудование (батарея перколяторов).

•Увеличение длительности процесса (2–5 суток).

•Требует контроля за последовательностью подачи экстрагента.

•Больше энергозатрат при промышленном производстве.

Методы экстракции II — преимущества и недостатки



Циркуляционная экстракция

Преимущества:

•Высокая скорость процесса (6–12 ч вместо нескольких суток).

•Высокая степень извлечения действующих веществ.

•Экономия растворителя при замкнутом контуре.

•Возможность автоматизации и масштабирования.

•Подходит для крупнотоннажного производства.

Недостатки:

•Сложность оборудования (насосы, теплообменники, автоматическое управление).

•Более высокая стоимость установки и эксплуатации.

•Возможен нагрев → риск разрушения термолабильных веществ.

•Требуется контроль давления и температуры.

Спасибо за внимание!