УДК 615.322’451.16.015.21:582.475

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ЭЛЕКТРОРАЗРЯДНОЙ ТЕХНОЛОГИИ ДЛЯ ИНТЕНСИФИКАЦИИ ПРОЦЕССА ЭКСТРАГИРОВАНИЯ ДИГИДРОКВЕРЦЕТИНА

Ковалевская Е.Г.

Пятигорский медико-фармацевтический институт – филиал ГБОУ ВПО Волг ГМУ Минздрава России, Пятигорск, Россия (357500, г. Пятигорск, пр. Кирова, 33). E-mail: nplfarmak-50@yandex.ru

Изучены промышленные условия получения дигидрокверцетина из древесины комлевой части лиственницы даурской. Определена эффективность промышленного метода, которая составила около 40 %. С целью интенсификации процесса экстракции дигидрокверцетина применены методы турбоэкстракции, электроимпульсной обработки сырья и комбинация этих методов. Электроимпульсная обработка сырья проводилась в течение 10 минут разрядами 25 кВ, частотой 1 Гц, турбоэкстракция – 25 минут при 2000 об/мин. Результаты эксперимента показали, что комбинация предварительной электроимпульсной обработки с турбоэкстракцией при соотношении фаз 1:10 позволила увеличить степень истощения сырья до 83,9 %, сравнительно с 39,9 % по использующейся технологии, что привело к увеличению выхода дигидрокверцетина в 2,1 раза. Предложена принципиальная схема установки для предварительной электроразрядной подготовки сырья.

Ключевые слова: дигидрокверцетин, экстракция, электроимпульсная обработка.

USING ELECTRIC DISCHARGE TECHNOLOGY FOR INTENSIFICATION PROCESS OF DIHYDROQUERCETIN EXTRACTION

Kovalevskaya E.G.

Pyatigorsk State Medical and Pharmaceutical Institute , a subsidiary of SEI HPE "Volgograd State Medical University", Pyatigorsk, Russia (357500, Pyatigorsk, Kirova , 33). E -mail:nplfarmak-50@yandex.ru

The industrial conditions for obtaining dihydroquercetin from wood butt of Dahurian larch was studied. The efficiency of the industrial method was defined, which effect was near 40 %. In order to increase the degree of the extraction process of DHA the methods turboextraction and electroimpulssoaking treatmentof raw materials was used. Moreover, the combination of that’s methods was used completely. Theelectropulse soaking treatment was conducted for 10 minutes by 25 kV bits, with the frequency of 1 Hz. The results ofexperimentsare showed that the combination of pre- treatment with electro- turboekstraktsiey possible to increase the degree of depletion of raw materials up to 83.9 %, compared with 39.9 % on the use of technology, which has led to an increase in output dihydroquercetin 2.1 times. A basic schematic of the pre-electric-feed preparation of the raw material was proposed.

Keywords: Dihydroquercetin, extraction, processing electric pulse.

Введение. Одним из перспективных лекарственных средств для лечения и профилактики ряда заболеваний является биофлавоноид дигидрокверцетин (ДГК), который обладает антиоксидантными свойствами, капилляропротекторной и противоотечной активностью. Как вещество, обладающее высокой степенью биологической активности, дигидрокверцетин оказывает целую гамму положительных воздействий на обменные реакции в организме и динамику различных патологических процессов, что подтверждено многочисленными работами отечественных и зарубежных ученых [4].

Сырьем для производства ДГК служит древесная масса комлевой части ценных пород сибирской и даурской лиственницы от 100 до 200-летнего возраста. При производстве ДГК в Европейской части нашей страны стоимость его повышается из-за транспортировки сырья из районов Дальнего Востока и Сибири. Учитывая большую потребность в субстанции,

ценность сырья и ограниченность его запасов, технологии его выделения должны быть в максимальной степени ресурсосберегающими. Существующий метод промышленного получения ДГК [2] основан на экстракции мелкоизмельченной комлевой части лиственницы 90 % спиртом этиловым в батарее из 2-х диффузоров в соотношении сырья и экстрагента 1:6. Для интенсификации процесса к диффузорам подключают роторно-пульсационный аппарат (РПА), экстрагируют в течение 20 минут, затем отделяют извлечение на фильтрующих центрифугах. Как показали наши исследования [5], эффективность промышленного метода экстрагирования дигидрокверцетина не превышает 40 %, что может быть связано с отсутствием стадии предварительного замачивания свежего сырья, в котором должны пройти процессы плазмолиза живых клеток, затем десорбция и растворение ДГК, а также недостаточная степень вскрытия фибриллярных полостей и разрушение клеток древесины в процессе экстрагирования. Для интенсификации процесса экстракции ДГК может использоваться механохимическая обработка древесины лиственницы в виброцентробежной мельнице (ВЦМ), которая позволяет совместить процессы измельчения и экстракции (Пат. РФ №2270218), импульсный гидроудар под давлением 10 атм с помощью генератора вакуум-импульсной нагрузки (Заявка: 2004121546/04, 15.07.2004).

Нами для интенсификации процесса замачивания использована электроимпульсная обработка сырья, которая способствует ускорению проникновения экстрагента в поры сырья за счет электрогидравлических ударов, достигающих сотен атмосфер, кавитационных процессов на границе раздела фаз, а также разрушения структуры сырья. Электрические разряды создают условия для очень быстрого течения внутренней диффузии. Эти условия возникают при создании в среде ударной волны высокой амплитуды, которая, распространяясь с большой скоростью, обуславливает интенсивное внедрение растворителя внутрь клеток [1]. Детальный поиск оптимальных условий проведения процесса экстракции показал, что можно успешно интенсифицировать процесс экстрагирования, не нарушая целостности молекулы.

В основу метода положены результаты анализа величин пробивных напряжений различных твердых и жидких диэлектриков при пробое на фронте импульсов напряжения косоугольной формы при одинаковых расстояниях между электродами и экспозиции напряжения порядка 10^{-7} с.

Сущность метода заключается в следующем. При параллельном подключении к источнику импульсов двух электродных систем, одна из которых содержит в межэлектродном промежутке твердое тело, погруженное в жидкость, и при условии, что длительность фронта воздействующего импульса напряжения меньше времени tk (tк – точка пересечения в/с характеристик, после которой электрическая прочность твердого тела

превышает прочность жидкости), происходит сквозной пробой твердого тела и последующее его разрушение.

Данные, полученные в результате экспериментов, проведенных для различных видов сырья, свидетельствуют о том, что эффективность процесса экстракции в большей степени зависит от длительности воздействия электрического импульса и в меньшей степени от количества разрядов. Т.е. чем больше продолжительность воздействия гидравлических ударов, тем большее количество разрушенных клеток сырья появляется в системе твердое тело (клетка) – жидкость.

Целью настоящего исследования явилось изучение возможности интенсификации процесса экстракции ДГК с помощью высоковольтных электроразрядов.

Материалы и методы. В качестве объектов исследования использовали комлевые части лиственницы даурской зимней заготовки, поставляемые из Зейского района Амурской области. Предприятие «Биотехнология-07» (г. Нальчик) предоставило 6 образцов сырья различных серий. Измельчение сырья проведено на токарном станке (степень измельчения 1–7 мм). Содержание ДГК определяли методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) на жидкостном хроматографе «Стайер» фирмы Аквилон, согласно методикам, описанным в литературе [3] при следующих параметрах: колонка Luna C 8 размером 250×4,60 мм, длина волны 287 нм, объем вводимой пробы 20 мкл.

Образец ГСО дигидрокверцетина (ВФС 42-2399-94) был предоставлен ООО «Биотехнология-07», г. Нальчик.

Для интенсификации процесса замачивания использовали электроимпульсную обработку сырья в течение 10 минут разрядами 25 кВ, частотой 1 Гц.

Схема установки для электроимпульсной обработки сырья показана на рисунке 1.

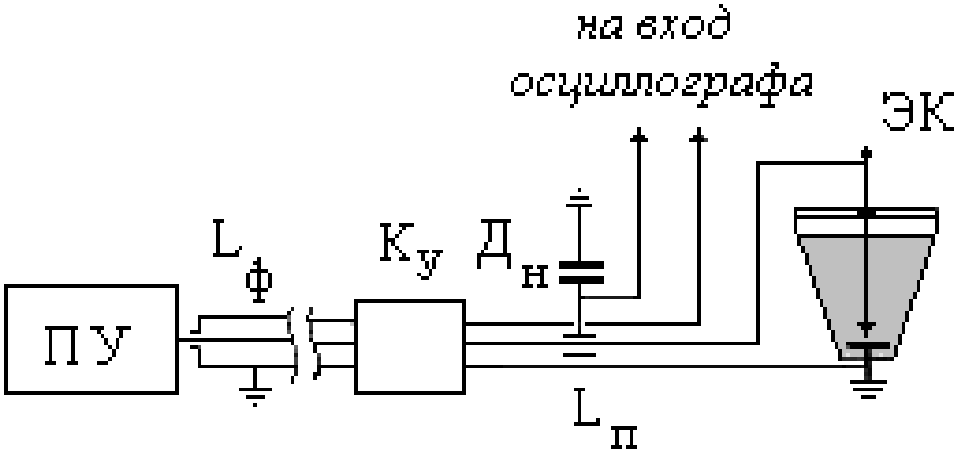

Рисунок 1. Схема лабораторной установки для электроразрядной обработки лекарственного растительного сырья

ПУ – пульт управления; $L_ф$ – формирующая линия; $К_у$ – коммутирующее устройство; $L_п$ – передающая линия; $Д_н$ – делитель напряжения; ЭК – экстракционная камера.

Результаты и их обсуждение. Нами проведен эксперимент, позволяющий провести сравнительную характеристику методов интенсификации процесса экстракции: электроимпульсную обработку, турбоэкстракцию и сочетание этих методов. Для исследования взят образец сырья серии 020310, в котором исходное содержание дигидрокверцетина составляло 2,41 %.

Опыт 1. Электроимпульсная обработка сырья (ЭИО)

Первый образец сырья заливали экстрагентом в соотношении 1:10. Экстрагентом служил 90 % спирт этиловый. Обработку производили в электроразрядной камере в течение 10 минут, разрядами 25 кВ, частотой 1 Гц.

Опыт 2. Турбоэкстракция (ТЭ)

Второй образец сырья экстрагировали в течение 25 минут. Для интенсификации процесса экстрагирование проводили с помощью высокоскоростного лабораторного миксера-измельчителя (при 2 тыс. об/мин), при соотношении сырья и экстрагента 1:10. В качестве экстрагента использовали спирт этиловый 90 %.

Опыт 3. Электроимпульсная обработка + турбоэкстракция (ЭИО+ ТЭ)

Третий образец сырья подвергали предварительной обработке в электроимпульсной эстановке при условиях, указанных в опыте 1. Затем проводили турбоэкстракцию в течение 25 минут. (Опыт 1 + Опыт 2.)

Полученные извлечения отстаивали, фильтровали на мелкопористых бумажных фильтрах и анализировали на содержание дигидрокверцетина методом ВЭЖХ. Результаты представлены в таблице 1.

Таблица 1. Зависимость эффективности экстракции от методов интенсификации процесса

Метод экстракции	Содержание ДГК в извлечении, %	Эффективность экстракции, %
ЭИО	0,18±0,019	74,7±3,71
ТЭ	0,16±0,016	66,4±2,64
ЭИО+ ТЭ	0,205±0,014	83,9±2,36

Из таблицы 1 следует, что применение предварительной электроимпульсной обработки позволило увеличить степень истощения сырья до 74,7 %, сравнительно с 39,9 % по использующейся технологии.

В свою очередь, использование комбинации предварительной электроимпульсной обработки с турбоэкстракцией при соотношении фаз 1:10 позволило увеличить степень истощения сырья до 83,9 %, сравнительно с 39,9 % по использующейся технологии. Таким образом, удалось повысить выход ДГК в 2,1 раза.

На производстве может быть использована непрерывная схема загрузки сырья с предварительной электроимпульсной обработкой. Принципиальная схема экстракционной установки с электроразрядной подготовкой сырья показана на рисунке 2.

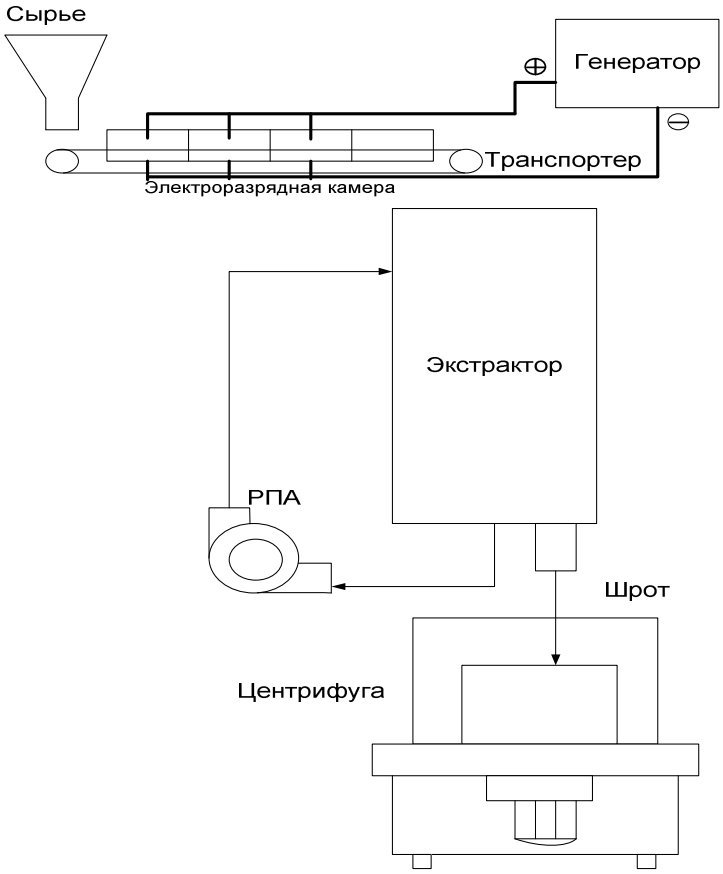

Рисунок 2. Принципиальная схема экстракционной установки с электроразрядной подготовкой сырья (обозначения на схеме)

Выводы

1. Изучен существующий метод промышленного получения дигидрокверцетина. Определена его эффективность.

2. Для сравнения методов интенсификации процесса проведен эксперимент по сравнению турбоэкстракции, предварительной электроимпульсной обработки сырья и комбинации этих методов.

3. Проведенные исследования позволили увеличить степень истощения сырья до 83,9 %, сравнительно с 39,9 % по использующейся технологии, и повысить выход ДГК в 2,1 раза.

Список литературы

1. Казуб В.Т. Кинетика и основы аппаратурного оформления процессов экстрагирования биологически активных соединений с применением электрических разрядов в жидкости. – Пятигорск: Граффити, 2009. – 320 с.
2. Патент РФ 2346941(RU), 16.04.2007. Кислицын А.Н., Мальчиков Е.Л. Способ выделения дигидрокверцетина из древесины лиственницы и установка для его осуществления / (RU)// Заявка: 2007114401/04, опубл. 20.02.2009. – Бюл. №18.
3. Тюкавкина Н.А. ВЭЖХ как метод стандартизации нового фитопрепарата «Диквертин» / Н.А. Тюкавкина, И.А. Руленко, Ю.А. Колесник // Формирование приоритетов лекарственной политики: материалы Рос. нац. конф. – М., 1995. – С. 185-186.
4. Уминский А.А. Биохимия флавоноидов и их значение в медицине // А.А. Уминский, Б.Х. Хавстеен, Б.Ф. Баканева. – Пущино: ООО Фотон-век, 2007. – 264 с.
5. Шевченко А.М. Выбор параметров оптимизации промышленной схемы выделения дигидрокверцетина /А.М. Шевченко, Е.Г. Ковалевская, Н.Т. Карданов // Научные ведомости БГУ. – Белгород, 2011. – Серия: Медицина. Фармация. – Вып. 13/2, № 4 (99). – С.124-128.

Рецензенты:

Репс В.Ф., д.б.н., профессор, зав. отделом изучения механизмов действия физических факторов ФГБУ «Пятигорский государственный НИИ курортологии» ФМБА России, г. Пятигорск.

Молчанов Г. И., д.фарм.н., профессор кафедры мировой экономики и управления торговли Пятигорского филиала ГБОУ ВПО «Российский государственный торгово-экономический университет», г. Пятигорск.