



УДК 634\*861

## **ВЫДЕЛЕНИЕ ЭКСТРАКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ ИЗ ЛУБА КОРЫ БЕРЕЗЫ ПРИ ВОЗДЕЙСТВИИ СВЧ-ПОЛЯ**

*А.И. Захарова, асп.*

*С.И. Третьяков, канд. техн. наук, проф.*

*Н.А. Кутакова, канд. техн. наук, проф.*

*Е.Н. Коптелова, канд. техн. наук, преп.*

Северный (Арктический) федеральный университет им. М.В. Ломоносова,  
наб. Северной Двины, д. 17, г. Архангельск, Россия, 163002; e-mail: allenza@yandex.ru

Изучено влияние расхода щелочи и концентрации этилового спирта при проведении сверхвысокочастотной экстракции луба коры березы. Использовался луб, полученный путем отделения от технической бересты. Выбор луба обусловлен тем, что в нем содержится больше веществ, подверженных экстракции горячей водой, по сравнению с берестой. Данная береста является отходом окорки древесины березы. Эксперименты проводили с применением сверхвысокочастотной камеры, так как использование сверхвысокочастотного поля позволяет эффективно осуществить процесс экстракции и сократить ее продолжительность. Независимыми параметрами были выбраны: концентрация этилового спирта, расход щелочи (КОН), жидкостной модуль. Выходными параметрами являются выход экстрактивных веществ и продолжительность фильтрации проэкстрагированного луба. Изучено влияние основных параметров на процесс сверхвысокочастотной экстракции березовой коры. В ходе выполнения опытов было выявлено, что концентрация этилового спирта и расход щелочи оказывают существенное влияние на выход экстрактивных веществ. При снижении концентрации этилового спирта и увеличении расхода щелочи, выход экстрактивных веществ повышается и проходит через максимум при увеличении жидкостного модуля. Показано, что с увеличением расхода КОН от 10 до 30 % выход экстрактивных веществ возрастает, с увеличением концентрации этилового спирта от 10 до 30 % он уменьшается, с повышением жидкостного модуля от 10:1 до 20:1 – проходит через максимум. Было определено изменение продолжительности фильтрации от концентрации этилового спирта, расхода КОН и жидкостного модуля. Продолжительность фильтрации уменьшается при увеличении концентрации этилового спирта и снижается при уменьшении жидкостного модуля. Найдены оптимальные условия процесса сверхвысокочастотной экстракции по выходу экстрактивных веществ и продолжительности фильтрации. Оптимальные условия необходимы для того, чтобы достичь максимального значения выхода исходя из минимальной продолжительности процесса фильтрации. Исследована кинетика процесса экстракции с использованием сверхвысокочастотной камеры. Определено влияние выхода экстрактивных веществ от продолжительности экстрагирования. Установлено, что при сверхвысокочастотной экстракции возрастает скорость процесса и выход экстрактивных веществ по сравнению с экс-

тракцией методом настаивания. Определено время, за которое достигается выход, соответствующий содержанию экстрактивных веществ в исходном сырье.

*Ключевые слова:* луб, экстрактивные вещества, сверхвысокочастотная экстракция.

Березовая кора состоит из внешнего (береста) и внутреннего (луб), слоев, которые значительно отличаются по химическому составу [5]. Луб березовой коры, составляющий основную ее часть (около 80 %), содержит водорастворимые вещества, наиболее ценными из которых являются таниды – полифенольные соединения, обладающие дубящими свойствами.

Как было определено в работе [7], водорастворимые полифенолы (таниды), содержание которых в лубе может составлять 10 %, представлены катехинами, флавонолами, фенолкарбоновыми кислотами и другими соединениями. Луб содержит в 20 раз больше веществ, экстрагируемых горячей водой; в бересте веществ, извлекаемых 1 %-м раствором NaOH, больше, чем в лубе (соответственно 34,5 и 25,5 %) [2].

При наличии довольно высокого содержания танидов (8...11 % масс.) становится возможным проведение исследований по переработке луба с получением природных дубильных экстрактов, имеющих достаточный уровень качества [6].

В работе [3] показано, что одним из эффективных способов экстракции растительных материалов является микроволновая обработка в сверхвысокочастотном (СВЧ) поле. Основным преимуществом СВЧ-экстракции перед традиционными способами экстрагирования является значительное сокращение продолжительности экстракции, как правило, от нескольких секунд до нескольких минут (15...20 мин).

Цель настоящей работы – выделение экстрактивных веществ из луба коры березы при воздействии СВЧ-поля с определением оптимальных условий процесса.

#### ***Экспериментальная часть***

Исходным сырьем в данной работе является измельченный луб (фракция менее 1 мм), отделенный от технической бересты, – отхода окорки березовой древесины, полученной на Архангельском фанерном заводе. Влажность луба 10 %. В качестве экстрагента использовали водный раствор этилового спирта (этанола) с добавлением гидроксида калия (KOH).

Экстракцию вели в СВЧ-камере, подробное описание которой представлено в работе [4]. Сначала луб загружали в колбу и заливали соответствующим количеством экстрагента, колбу помещали в СВЧ-камеру и подсоединяли ее к обратному холодильнику, затем включали мешалку. Полученный раствор фильтровали. Для фильтрования применяли двухслойный фильтр: нижний слой – фильтровальная бумага, верхний слой – фильтрующая ткань (полиэстер), уровень фильтрации которой 10...50 мкм. Далее фильтрат упаривали на водяной бане.

Основные факторы и уровни их варьирования при реализации планированного эксперимента представлены в табл. 1. Продолжительность процесса экстракции с использованием СВЧ-установки составляет 15 мин.

В качестве независимых параметров были определены:  $X_1$  – концентрация этилового спирта ( $C_2H_5OH$ ), %;  $X_2$  – расход  $KOH$ , %;  $X_3$  – жидкостной модуль, мл/г. В качестве выходного параметра  $Y$  служил выход ЭВ, % от массы луба.

Условия планированного эксперимента и выходные данные представлены в табл. 2.

Таблица 1

**Основные факторы и уровни их варьирования**

Характеристика плана	Переменные факторы		
	Концентрация $C_2H_5OH$ , %	Расход $KOH$ , %	Жидкостной модуль, мл/г
Основной уровень $X_i^0$ (0)	20	15	15
Шаг варьирования $\lambda_i$	10	5	5
Верхний уровень $X_i^+$ (+1)	30	20	20
Нижний уровень $X_i^-$ (-1)	10	10	10

Таблица 2

**Условия планированного эксперимента**

№ опыта	Концентрация $C_2H_5OH$ ( $X_1$ ), %	Расход $KOH$ ( $X_2$ ), %	Жидкостной модуль ( $X_3$ ), мл/г	Выход ЭВ ( $Y$ ), %
1	10	10	10	15
2	30	10	10	10
3	10	20	10	20
4	30	20	10	21
5	10	10	20	15
6	30	10	20	15
7	10	20	20	30
8	30	20	20	22
9	3	15	15	33
10	37	15	15	21
11	20	6	15	11
12	20	23	15	26
13	20	15	6	10
14	20	15	23	24
15	20	15	15	25
16	20	15	15	27
17	20	15	15	21
18	20	15	15	24
19	20	15	15	26
20	20	15	15	25

Примечание. Опыты с 1 по 8 – основные; с 9 по 14 – звездные точки; с 15 по 20 – центр плана («0»).

**Обсуждение результатов**

В результате математической обработки [1] экспериментальных данных для выхода ЭВ получено уравнение регрессии:

$$Y = 24,74 - 2,29 x_1 + 4,61x_2 + 2,90x_3 - 2,61 x_2^2 - 3,14 x_3^2.$$

Проверку уравнения регрессии на адекватность осуществляли с помощью критерия Фишера ( $F$ ). Полученное нами значение  $F = 2,19$  меньше табличного, равного 4,78, при уровне значимости 0,05 и числе степеней свободы  $f_1 = 9, f_2 = 5$ . Таким образом, можно сделать вывод о том, что уравнение регрессии адекватно эксперименту.

С помощью этого уравнения регрессии построены поверхности отклика для выхода ЭВ, представленные на рис. 1. Показано, при увеличении расхода КОН от 13 до 20 % выход ЭВ возрастает от 20 до 30 %, при повышении концентрации этилового спирта от 3 до 37 % выход ЭВ уменьшается от 30 до 10 %.

С увеличением жидкостного модуля (ЖМ) от 6 до 20 выход ЭВ проходит через максимум и приближается к 40 %. При этом один из параметров зафиксирован на значении, соответствующем центру плана.

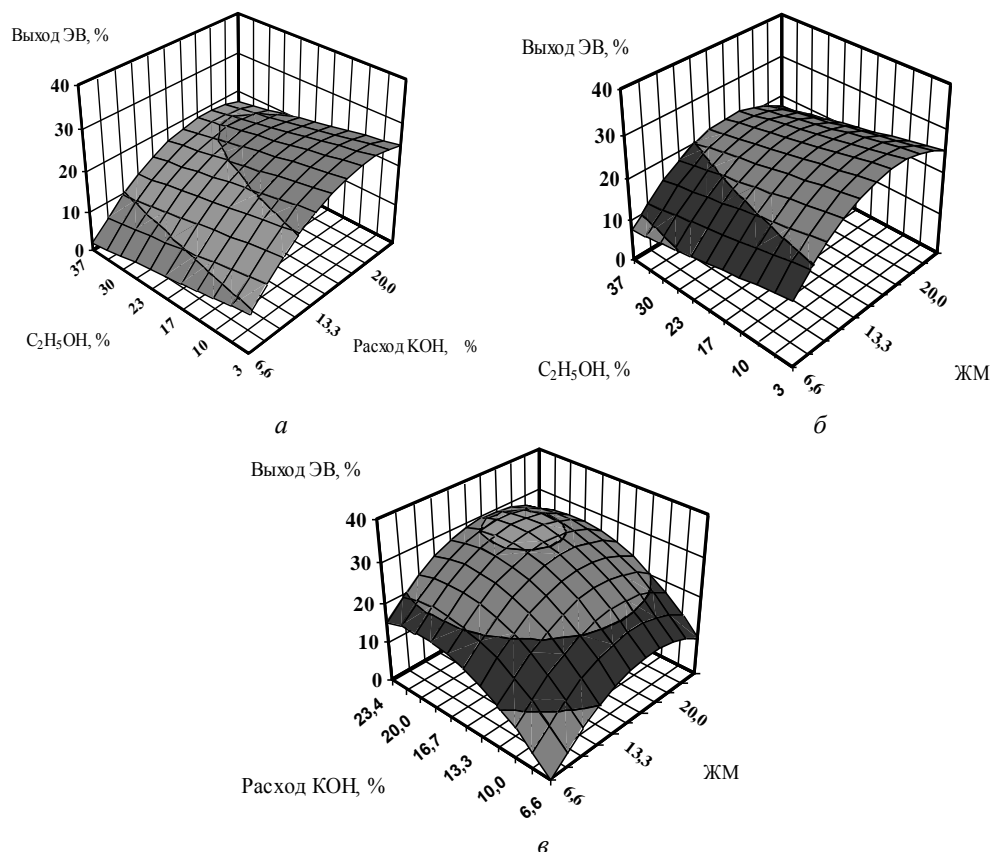


Рис. 1. Поверхности отклика для выхода ЭВ в зависимости от концентрации  $C_2H_5OH$  и расхода КОН (а), концентрации  $C_2H_5OH$  и ЖМ (б), расхода КОН и ЖМ (в)

Одним из важных технологических параметров является продолжительность фильтрации. В результате математической обработки экспериментальных данных для продолжительности фильтрации (ПФ) получено уравнение регрессии:

$$\bar{Y} = 14,20 + 3,49 x_2 - 3,72 x_3 + 8,25 x_1 x_3 - 2,00 x_2 x_3 + 3,44 x_1^2 + 1,67 x_2^2 + 3,44 x_3^2.$$

С помощью этого уравнения регрессии построены поверхности отклика для продолжительности фильтрации, представленные на рис. 2. Проверку полученного уравнения регрессии на адекватность также осуществляли с помощью критерия  $F$ . Исходя из того, что полученное нами значение критерия  $F = 4,58$  меньше табличного, равного 4,89, при уровне значимости 0,05 и числе степеней свободы  $f_1 = 7, f_2 = 5$ . Таким образом, уравнение регрессии адекватно эксперименту.

На рис. 2 показано, что с уменьшением расхода КОН от 20 до 6 % продолжительность фильтрации снижается от 40 до 10 мин. Увеличение концентрации этилового спирта от 3 до 37 % приводит к изменению продолжительности фильтрации от 60 до 10 мин. С уменьшением жидкостного модуля с 23 до 6 продолжительность фильтрации снижается от 40 до 10 мин.

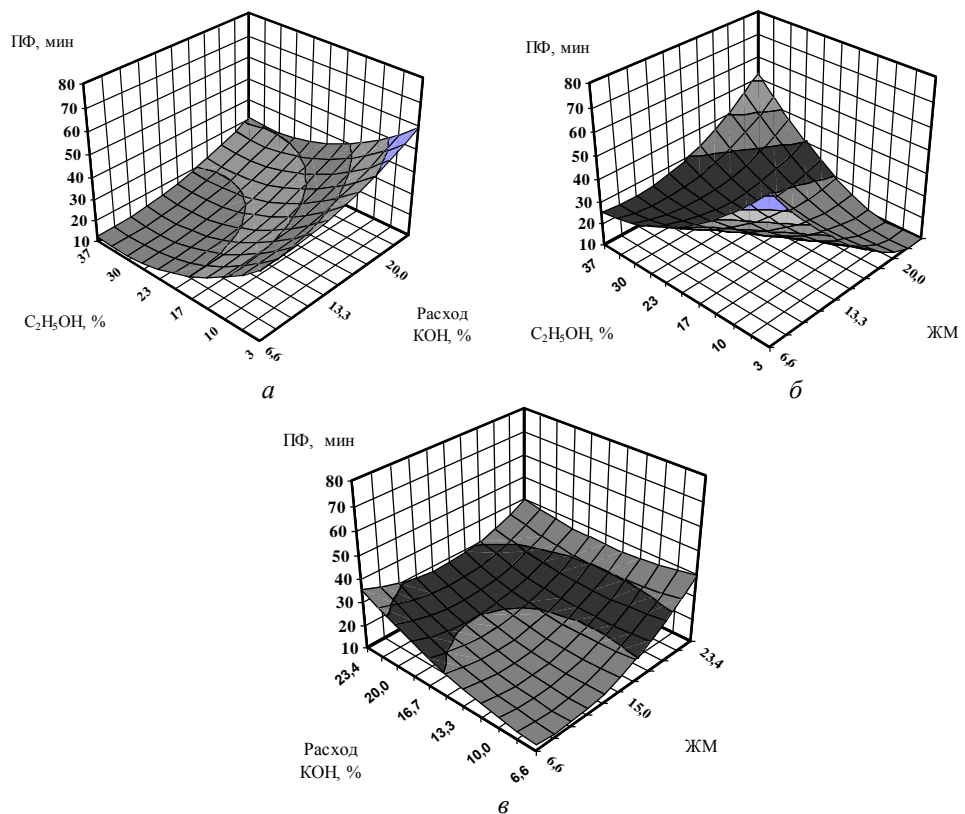


Рис. 2. Поверхности отклика для продолжительности фильтрации (ПФ) в зависимости от концентрации  $C_2H_5OH$  и расхода КОН (а), концентрации  $C_2H_5OH$  и ЖМ (б), расхода КОН и ЖМ (в)

В результате планированного эксперимента определены оптимальные условия СВЧ-экстракции для выхода ЭВ и продолжительности фильтрации: концентрация  $C_2H_5OH$  – 10 %; расход  $KOH$  – 16 %; ЖМ – 16.

При этих оптимальных условиях были проведены исследования кинетики процесса СВЧ-экстракции и для сравнения экстракции методом настаивания при  $90\text{ }^\circ C$ . Использовали измельченный луб (фракция менее 1 мм).

Общая продолжительность СВЧ-экстракции составила 15 мин. Отбор проб производили через каждые 2 мин. Последнюю пробу отбирали через 15 мин от начала опыта. Экстракцию методом настаивания проводили в течение 120 мин. В начале пробы отбирали через каждые 2 мин, затем – через 5 мин, в конце опыта – через 30 мин.

На рис. 3 показаны зависимости выхода ЭВ от продолжительности процесса экстрагирования, из которых видно, что скорость процесса при воздействии СВЧ-поля возрастает в 1,5 – 2,0 раза, выход ЭВ – от 20 до 34 %. При СВЧ-экстракции в течение 15 мин достигается выход ЭВ, соответствующий их содержанию в лубе.

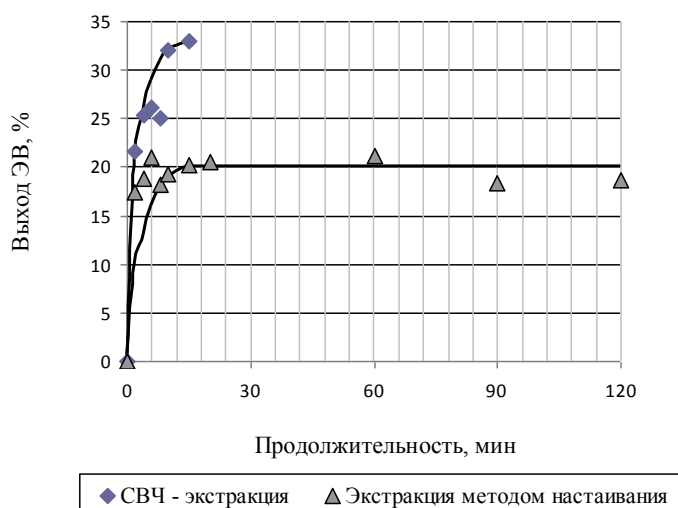


Рис. 3. Динамика спирто-щелочной экстракции луба

### Выводы

1. Изучено влияние основных параметров на процесс СВЧ-экстракции луба березовой коры: концентрации  $C_2H_5OH$ , расхода  $KOH$ , жидкостного модуля. Показано, что выход ЭВ с увеличением расхода  $KOH$  от 10 до 30 % возрастает, с ростом концентрации  $C_2H_5OH$  от 10 до 30 % – уменьшается, с увеличением жидкостного модуля от 10:1 до 20:1 он проходит через максимум.

2. Определены оптимальные условия процесса экстрагирования для достижения максимального выхода с учетом минимальной продолжительности фильтрации. Показано, что при воздействии СВЧ-поля скорость экстракции и выход ЭВ возрастают в 1,5 – 2,0 раза.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Богданович Н.И., Кузнецова Л.Н., Третьяков С.И., Жабин В.И. Планирование эксперимента в примерах и расчетах: учеб. пособие. Архангельск: Изд-во САФУ, 2010. 126 с.
2. Ведерников Д.Н., Шабанова Н.Ю., Роцин В.И. Изменение химического состава корки и луба березы повислой *Betula pendula* Roth. (*Betulaceae*) по высоте дерева // Химия растительного сырья. 2010. № 2. С. 43–48.
3. Коптелова Е.Н., Кузнецова Л.Н., Кутакова Н.А., Третьяков С.И. Интенсификация процесса выделения бетулина из бересты с использованием СВЧ-поля // Лесн. журн. 2013. № 5. С. 193–201. (Изв. высш. учеб. заведений).
4. Коптелова Е.Н., Кутакова Н.А., Третьяков С.И. Извлечение экстрактивных веществ и бетулина из бересты при воздействии СВЧ-поля // Химия растительного сырья. 2013. № 4. С. 159–164.
5. Похило Н.Д., Уварова Н.И. Изопреноиды различных видов рода *Betula* // Химия природных соединений. 1988. Т. 3. С. 325–341.
6. Рязанова Т.В., Кузнецов Б.Н., Кузнецова С.А., Левданский В.А., Чупрова Н.А., Киселев Е.Г. Оптимизация процесса получения дубильного экстракта из луба березовой коры // Химия растительного сырья. 2004. № 3. С. 2–33.
7. Черняева Г.Н., Долгодворова С.Я., Бондаренко С.М. Экстрактивные вещества березы. Красноярск: Ин-т леса СО РАН, 1986. 125 с.

Поступила 17.11.2014

UDC 634\*861

**Extractives Isolation Procedure from Birchbark Bast on Exposure to the Microwave Field**

*A.I. Zakharova, postgraduate student*

*S.I. Tretyakov, candidate of Engineering, Professor*

*N.A. Kutakova, candidate of Engineering, Professor*

*E.N. Koptelova, candidate of Engineering, Teaching Assistant*

Northern (Arctic) Federal University named after M.V. Lomonosov, Naberezhnaya Severnoy Dviny, 17, Arkhangelsk, 163002, Russia; e-mail: allenza@yandex.ru

The paper investigates the effect of alkali consumption and ethyl alcohol concentration during the microwave extraction from birchbark bast. The bast obtained by separation from the technical bark was used. Bast was chosen due to the number of substances exposed to the hot water extraction as distinct from birchbark. This birchbark is a waste of raw material barking. Experiments were performed with the use of the microwave chamber, since the use of a microwave field allows effectively to carry out the extraction process and to reduce its duration. The independent selected parameters were the next: ethyl alcohol concentration, alkali consumption (KOH), liquid module. The output data are: extractives yield and a period of extracted bast filtration. The influence of the basic parameters of the process of microwave extraction of birchbark is studied. In the course of the experiments it was found that ethyl alcohol concentration and alkali consumption have a significant effect on the yield

of extractives. The output of extractives can be speeded by reducing the ethyl alcohol concentration and increasing alkali consumption and it culminates with increasing liquid module. The yield of extractives increases if KOH consumption increases of from 10 to 30 %; it decreases if ethyl alcohol concentration increases from 10 to 30 %; it culminates if liquid module increases from 10:1 to 20:1. The dependence of the filtration period of ethyl alcohol concentration, KOH consumption and a liquid module was determined. The period of filtration decreases by increasing ethyl alcohol concentration and it decreases as the liquid module is decrease. The optimal parameters of microwave extraction process concerning the yield of extractives and filtration period are established. These parameters are required to attain the maximum output value based on the minimum time duration of a period of filtration. The kinetics of the extraction process with the use of microwave chamber. The microwave extraction increases the seed of the process speed and output of extractives as distinct from the by infusion. The period of the output, corresponding to the content of extractives in the feedstock is defined.

*Keywords:* cork, extractives, microwave extraction.

#### REFERENCES

1 *Planirovanie jeksperimenta v primerah i raschetah*: [Design of an Experiment in Examples and Calclations] / Ed. by N.I. Bogdanovich, L.N. Kuznecova, S.I. Tret'jakov, V.I. Zhabin. Arkhangelsk: Northern (Arctic) Federal University, 2010. p. 126

2 Vedernikov D.N., Shabanova N.Ju., Roshhin V.I. *Izmenenie himicheskogo sostava korki i luba berezy povisloj betula pendula roth. (Betulaceae) po vysote dereva. [Change in the Chemical Composition of the Crust and Bast of Birch Betula Pendula Roth. (Betulaceae) Along the Tree Height]*. *Khimiya rastitel'nogo syr'ja* Chemistry of plant raw material, 2010. no. 2. pp. 43–48.

3 Koptelova E.N., Kuznetsova L.N., Kutakova N.A., Tret'yakov S.I. *Intensifikacija processa vydelenija betulina iz beresty s ispol'zovaniem SVCh – polya [Intensification of the Betulin Isolation Procedure Birchbark with the Use Microwave – Field]*. *Lesnoy zhurnal*, 2013. no. 5. pp. 193–201.

4 Koptelova E.N., Kutakova N.A., Tret'yakov S.I. *Iz vlechenie ekstraktivnyh veshhestv i betulina iz beresty pri vozdejstvii SVCh - polya [Extractives and Betulin Recovery from BirchBark with the Use of Microwave Field]*. *Himiya rastitel'nogo syr'ya* [Chemistry of plant raw material], 2013. no. 4. pp. 159–164.

5. Pohilo N.D., Uvarova N.I. *Izoprenoidy razlichnyh vidov roda betula [Isoprenoids of Different Species of the Genus Betula. Khimiya prirodnykh soedineniy [Chemistry of Natural Compounds]*, 1988. vol. 3. pp. 325–341.

6 Ryazanova T.V., Kuznetsov B.N., Kuznetsova S.A., Levdanskiy V.A., Chuprova N.A., Kiselev E.G. *Optimizaciya processa polucheniya dubil'nogo ekstrakta iz luba berezovoy kory [Process Optimization of obtaining Tanning Extract from Birch Bark Bast. Khimiya rastitel'nogo syr'ya [Chemistry of Plant Raw Material]*, 2004. no. 3. pp. 29–33.

7. Chernjaeva G.N., Dolgodvorova S.Ja., Bondarenko S.M. *Ekstraktivnye veshhestva berezy [Birch Extractives]*. Krasnoyarsk, 1986. p. 125.

Received on November 17, 2014