

УДК 674.031.632.13

Л.И. Селянина

Селянина Лира Ильинична родилась в 1939 г., окончила в 1961 г. Архангельский лесотехнический институт, кандидат технических наук, доцент кафедры лесохимических производств. Имеет 35 научных трудов в области исследования и интенсификации процессов и аппаратов лесохимических и гидролизных производств.



ВЫДЕЛЕНИЕ БЕТУЛИНА ИЗ ОТХОДОВ ПЕРЕРАБОТКИ БЕРЕЗЫ ЭКСТРАКЦИЕЙ СПИРТОМ

Разработаны основные технологические параметры экстракции спиртом бетулина из отходов переработки березы.

Ключевые слова: бетулин, береста, экстракция, этиловый спирт.

На крупных целлюлозно-бумажных и деревообрабатывающих предприятиях в результате окорки скапливается большое количество бересты. Содержание бетулина (тритерпеновый спирт) в ней составляет от 10 до 40 % в зависимости от вида, места и условий произрастания, возраста дерева. Доступность и биологическая активность бетулина ставит его в ряд ценных природных соединений, поэтому является актуальной разработка метода его извлечения, отличающегося простотой технологического осуществления.

Известно извлечение бетулина спирто-щелочной экстракцией. Недостатком его является сложность технологического процесса.

Было решено изучить экстракцию бетулина из бересты спиртом, исключив щелочной реагент. Блок-схема спиртовой экстракции приведена на рис. 1.

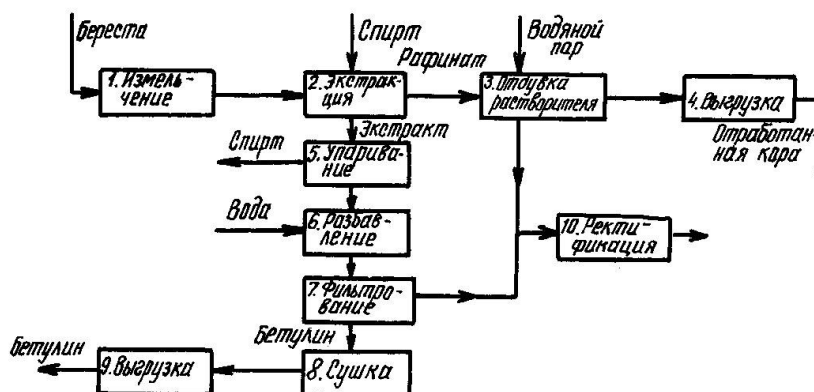


Рис. 1. Блок-схема экстракции этиловым спиртом

Для выбора оптимальной концентрации растворителя была изучена растворимость бетулина в растворах спирта разных концентраций и при температуре 8, 20, 40, 60 °С и кипения. Результаты приведены в табл. 1.

При концентрациях спирта 95 и 86 % растворимость бетулина примерно одинакова, при меньших – резко снижается. С повышением температуры с 8 °С до температуры кипения растворимость возрастает в 2,5–3,5 раза в зависимости от концентрации. Температура кипения используемых растворов спирта изменяется в пределах 78 ... 80 °С, т.е. отличается незначительно и не должна оказывать заметного влияния на результат. Очевидно, что процесс следует проводить при температуре кипения растворителя.

Было исследовано влияние размера частиц на коэффициент извлечения (табл. 2). Для этой цели использовали фракции бересты размером 10,0; 5,5 и 3,0 мм. Для сравнения использовали образец бересты, измельченной в

Таблица 1

| Концентрация этилового спирта, % | Растворимость бетулина при температуре, °С | | | | |
|-------------------------------------|--|------|------|------|---------|
| | 8 | 20 | 40 | 60 | кипения |
| 95 | 2,12 | 1,77 | 3,59 | 3,09 | 5,15 |
| 86 | 1,86 | 2,43 | 2,82 | 3,97 | 5,35 |
| 80 | 1,11 | 1,38 | 1,76 | 2,74 | 3,55 |
| 70 | 0,59 | 0,92 | 1,15 | 1,60 | 2,14 |
| 60 | 0,25 | 0,30 | 0,48 | 0,81 | 1,80 |

Таблица 2

| Порядковый номер опыта | Выход бетулина, % от массы абс. сухой бересты | | | |
|------------------------------|---|------|------|--------------------------------------|
| | для фракций размером, мм | | | измельченной на шнековом аппарате |
| | 10,0 | 5,5 | 3,0 | |
| 1 | 18,1 | 17,9 | 23,9 | 23,5 |
| 2 | 18,6 | 18,9 | 21,6 | 24,9 |
| Среднее | 18,4 | 18,4 | 22,8 | 24,2 |



шнековом аппарате. Наибольший выход (около 30 %) бетулина можно получить из фракций размером 3 мм и менее. При больших размерах (5 ... 10 мм) выход бетулина примерно одинаков и составляет 18,4 %.

Измельчение бересты с помощью шнека позволяет повысить выход бетулина на 1,4 %, но приводит к значительному увеличению расхода электроэнергии и усложнению технологического процесса, так как образуется много мелких частиц, засоряющих трубопроводы и оборудование.

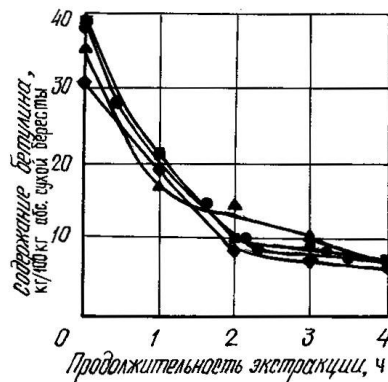
Влияние соотношения расхода масс растворителя и твердой фазы (жидкостный модуль) неоднозначно, оно определяет вклад процессов растворения и внутренней диффузии на общую скорость извлечения. На рис. 2 приведены результаты экстракции четырех проб бересты 86 %-м спиртом.

Пробы экстракта отбирали через определенные промежутки времени и рассчитывали количество извлеченного бетулина и его выход. Продолжительность стадии настаивания во всех случаях 30 мин. Для экстракции использовали фракцию бересты размером 3 мм. Опыты отличались величиной жидкостного модуля, который рассчитывали как отношение массы растворителя в патроне аппарата Сокслета в момент начала перелива экстракта к массе навески бересты.

Как видно из рис. 2, основная доля компонента извлекается в течение первых двух часов. В дальнейшем идет медленное увеличение выхода. За 4 ч выход составлял от 24,8 до 30,9 %, в среднем – 28,3 % от массы абс. сухой бересты.

На рис. 3 показано изменение содержания бетулина в бересте в процессе экстракции. За первый час удаляется больше половины этого вещества, вероятно то его количество, которое находится на поверхности бересты или в свободном виде. После часа обработки содержание бетулина в бересте плавно снижается, что можно объяснить извлечением его из внутренних слоев частиц. Данные по содержанию бетулина в остатке во всех случаях отличались незначительно в пределах ошибки опыта. Статистическая обработка полученных данных говорит о достоверности полученных результатов.

Рис. 3. Зависимость содержания бетулина в бересте от продолжительности экстракции (см. обозначения на рис. 2)



При увеличении жидкостного модуля, т.е. увеличении удельного расхода растворителя, быстрее обновляется поверхность контакта фаз, весь растворенный бетулин удаляется с поверхности, что приводит к росту скорости внутренней диффузии. При меньшем жидкостном модуле (пробы 1 и 2) четко выражен участок, на котором преобладает процесс растворения, а скорость извлечения меняется мало. Можно заключить, что продолжительность процесса экстракции должна составлять не менее 3 ч. Целесообразно работать при возможно меньшем жидкостном модуле, так как в этом случае снижаются затраты на регенерацию растворителя.

Нами была рассчитана скорость извлечения бетулина, равная изменению его концентрации ΔC в твердой фазе за определенный промежуток времени Δt (рис. 4). Весь процесс можно разделить на два периода: период падающей скорости, который продолжается 2-3 ч в зависимости от жидкостного модуля, период постоянной скорости.

Во всех случаях качество полученного продукта оценивали по температуре плавления, цвету, кислотному числу, ИК-спектрам. Температура плавления бетулина находилась в пределах 240 ... 250 °С; бетулин имел белый цвет с сероватым или кремоватым оттенком; кислотное число 20 ... 24 мг КОН/г продукта. ИК-спектры показали наличие всех функциональных групп бетулина. Данный продукт может быть использован как таковой или подвергнут перекристаллизации гидро-фобным растворителем в зависимости от требований потребителя.

На основании следования разработана

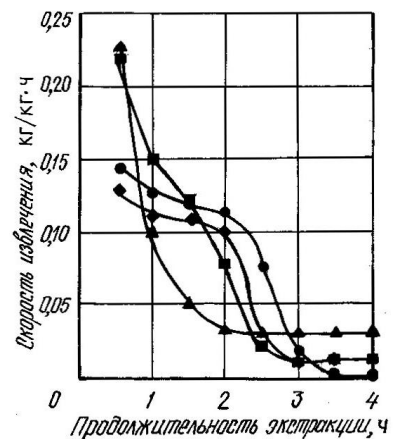


Рис. 4. Зависимость скорости процесса $\Delta C/\Delta t$ от продолжительности экстракции

проведенного технологическая

схема, включающая в себя основные стадии: экстракцию, отгонку части растворителя, разбавление экстракта водой, фильтрацию и промывку выделенного при разбавлении бетулина, ректификацию растворов спирта в целях регенерации растворителя. В схеме предусмотрен замкнутый технологический цикл: отработанная береста направляется на сжигание, для разбавления экстракта и промывки бетулина используется вода – кубовый остаток ректификационной колонны.

Архангельский государственный
технический университет

Поступила 10.06.03

L.I. Selyanina

**Betulin Extraction out of Birch Processing Wastes
by Alcohol Extraction**

Main technological parameters of betulin extractions out of birch processing wastes by alcohol have been developed.
