



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 163 827** ⁽¹³⁾ **C2**
(51) МПК⁷ **B 01 D 11/02**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

(21), (22) Заявка: 98113349/12, 06.07.1998

(24) Дата начала действия патента: 06.07.1998

(43) Дата публикации заявки: 20.04.2000

(46) Дата публикации: 10.03.2001

(56) Ссылки: SU 1286232 C, 30.01.1987. RU 2067491 C1, 10.10.1996. RU 2039782 C1, 20.07.1995. DE 2150240 B2, 21.08.1975. DE 2909872 A1, 09.06.1982. EP 0308675 A1, 29.03.1989. EP 0372761 A2, 13.06.1990. WO 93/12214 A1, 24.06.1993.

(98) Адрес для переписки:
659305, Алтайский край, г. Бийск, ул.
Липового, 72, кв.49, Абрамову Я.К.

(71) Заявитель:

Абрамов Яков Кузьмич,
Голицын Владимир Петрович,
Молокеев Владимир Алексеевич,
Сидоров Сергей Иванович,
Малютин Виктор Егорович

(72) Изобретатель: Абрамов Я.К.,
Голицын В.П., Молокеев В.А., Сидоров
С.И., Малютин В.Е., Борисов С.И., Белоус В.К.

(73) Патентообладатель:

Абрамов Яков Кузьмич,
Голицын Владимир Петрович,
Молокеев Владимир Алексеевич,
Сидоров Сергей Иванович,
Малютин Виктор Егорович

(71) Заявитель (прод.):

Борисов Сергей Иванович, Белоус Виталий Кузьмич

(73) Патентообладатель (прод.):

Борисов Сергей Иванович, Белоус Виталий Кузьмич

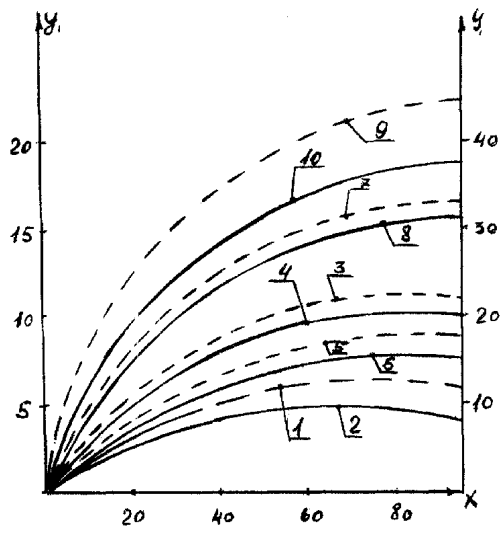
(54) СПОСОБ ЭКСТРАГИРОВАНИЯ МАТЕРИАЛОВ

(57)

Изобретение относится к способам экстрагирования растворителями с применением вакуума и может быть использовано для извлечения ценных компонентов из растительного сырья, применяемых в химико-фармацевтической и пищевой промышленности, а также для удаления нежелательных элементов из различных соединений в химической промышленности, например низкомолекулярных соединений из капролактама при производстве полиамидного волокна. Предлагаемый способ предусматривает перед экстракцией сырье подвергнуть дегазации с использованием импульсного вакуумирования, растворитель

(экстрагент) нагреть до температуры, не вызывающей денатурацию материала, осуществить смачивание и пропитку нагретого и дегазированного сырья нагретым растворителем в вакуум-импульсном режиме, после чего провести экстракцию также в вакуум-импульсном режиме. Импульсное вакуумирование проводят при остаточном давлении 0,1-13,3 кПа, времени его достижения и скоростного сбора за 0,05-1,0 с. Способ обеспечивает проведение экстрагирования с высокими эксплуатационными характеристиками, интенсификацию процесса и повышение качества экстрагируемых веществ из растительного сырья. 4 з.п.ф-лы, 1 ил.

RU 2163827 C2



RU 2163827 C2



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 163 827** ⁽¹³⁾ **C2**
 (51) Int. Cl.⁷ **B 01 D 11/02**

RUSSIAN AGENCY
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 98113349/12, 06.07.1998
 (24) Effective date for property rights: 06.07.1998
 (43) Application published: 20.04.2000
 (46) Date of publication: 10.03.2001
 (98) Mail address:
 659305, Altajskij kraj, g. Bijsk, ul.
 Lipovogo, 72, kv.49, Abramovu Ja.K.

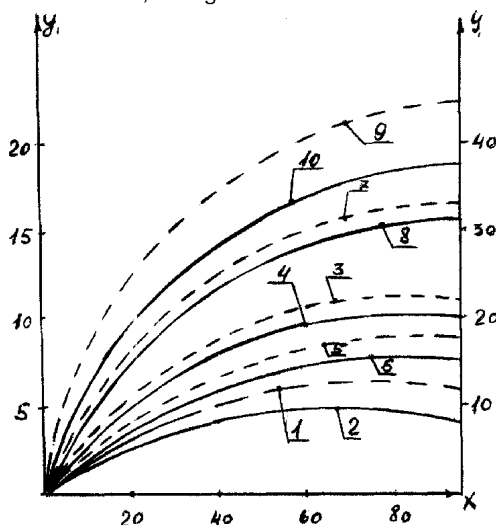
(71) Applicant:
 Abramov Jakov Kuz'mich,
 Golitsyn Vladimir Petrovich,
 Molokeev Vladimir Alekseevich,
 Sidorov Sergej Ivanovich,
 Maljutin Viktor Egorovich
 (72) Inventor: Abramov Ja.K.,
 Golitsyn V.P., Molokeev V.A., Sidorov
 S.I., Maljutin V.E., Borisov S.I., Belous V.K.
 (73) Proprietor:
 Abramov Jakov Kuz'mich,
 Golitsyn Vladimir Petrovich,
 Molokeev Vladimir Alekseevich,
 Sidorov Sergej Ivanovich,
 Maljutin Viktor Egorovich

(71) Applicant (cont.):
 Borisov Sergej Ivanovich, Belous Vitalij Kuz'mich
 (73) Proprietor (cont.):
 Borisov Sergej Ivanovich, Belous Vitalij Kuz'mich

(54) **METHOD OF EXTRACTION OF MATERIALS**

(57) Abstract:
 FIELD: methods of extraction by solvents with the use of vacuum; extraction of valuable components from vegetable raw materials; chemical, pharmaceutical and food-processing industries; removal of unwanted elements from various compounds, for example, low-molecular compounds from caprolactam in production of polyamide fibers. SUBSTANCE: proposed method consists in preliminary degassing by means of vacuum evacuation before extraction; solvent (extractive reagent) is heated to temperature which does not cause denaturation of material; then heated and degassed material is subjected to wetting and impregnation with preheated solvent in vacuum pulse mode, after which extraction is performed in vacuum pulse mode. Pulse evacuation is effected at residual pressure of 0.1 to 13.3 kPa at rate of 0.05 to 1.0 s. EFFECT: improved operating characteristics; intensification of process; improved quality

of substances extracted from vegetable materials. 5 cl, 1 dwg



RU 2 163 827 C2

RU 2 163 827 C2

Изобретение относится к технике экстрагирования растворителями с применением вакуума и может быть использовано для извлечения ценных компонентов из растительного сырья, применяемых в химико-фармацевтической и пищевой промышленности, а также для удаления нежелательных элементов их химических соединений в производстве различных материалов на основе таких соединений.

Известны способы экстрагирования с использованием вакуума, например а.с. NN 827100, 1055759, 1065468, 1286232, заявка Японии N 60-20041, публ. 85.05.20, N 2-502 и др.

Наиболее близким по технической сущности и достигаемому эффекту является взятое за прототип изобретение по а.с. N 1286232 "Способ экстрагирования из твердого тела" по кл. МПК В 01 D 11/02. Способ предусматривает этапы подготовки сырья к экстракции и непосредственно экстракцию.

При подготовке сырья измельчают, измельченное сырье вакуумируют, заливают растворителем, эту смесь нагревают до рабочей температуры процесса (40 - 80°C). При этом над раствором устанавливается равновесное давление паров растворителя. В процессе нагревания газовый объем над паровым пространством соединяется с источником давления (атмосферой).

При экстракции уменьшают давление (соединяют с вакуумом), в результате чего сырье и растворитель оказывается перегретыми от точки кипения. Это обуславливает вскипание жидкости в парах твердого тела, выталкивание растворителя с целевым продуктом из клеток сырья в объем растворителя, деформацию и разрушение межфазного диффузионного пограничного слоя при общем перемешивании объема жидкости пузырьками пара и образование взвешенного слоя сырья. Как только растворитель вскипел, давление в системе увеличивают (сбрасывают вакуум). При этом сырье и растворитель оказываются переохлажденными от точки кипения, вскипание мгновенно прекращается за счет "схлопывания" пузырьков пара в порах сырья и объеме растворителя. "Схлопывание" пузырьков пара в порах и капиллярах твердого тела сопровождается заполнением их новой порцией растворителя, частичным разрушением части пор твердой фазы и увеличением за счет этого массопереноса. Импульсный характер чередования давления в системе при экстракции обеспечивает интенсивное вымывание целевого продукта из клеток сырья, а регенерация энергии фазового перехода растворителя позволяет осуществлять циклы чередования давления в течение длительного времени без перерыва для компенсации необратимых тепловых потерь.

Способ предусматривает следующие режимы: при подготовке сырья - вакуумирование до остаточного давления 20 - 30 кПа (150 - 225 мм рт.ст.), выдержку при этом давлении, нагрев системы твердое тело-жидкость до 40 - 80°C, выдержку при этой температуре, затем в течение 1 мин цикл сброса и последующее повышение давления при вскипании раствора с частотой таких циклов в диапазоне 0,1 - 2 Гц, при этом при

понижении давления поддерживают перегрев на 5 - 15°C от точки кипения. Способ позволяет интенсифицировать массоперенос (выход полезных веществ 97%) с одновременным уменьшением энергозатрат.

Однако данный способ имеет ограниченные эксплуатационные возможности. Он может использоваться только для экстракции из растительного сырья с неплотной структурой, такого как крапива, ромашка. При экстракции сырья с высокой плотностью (например, лопух) режимы этого способа недостаточно эффективны. Для этого понадобится более длительное количество циклов, что приведет к более длительному нагреву сырья и как следствие к ухудшению качества и уменьшению количества экстрагируемых ценных компонентов, а также к увеличению энергозатрат. Кроме того, этот способ недостаточно обеспечивает увеличение массопереноса при экстракции сырья с неплотной структурой и имеет недостаточную степень перегрева растворителя в материале при вакуумировании.

Задачей настоящего изобретения является разработка способа экстракции, позволяющего повысить его эксплуатационные возможности за счет создания условий для возможности экстрагирования веществ с повышенной плотностью с одновременным повышением интенсивности процесса, выхода экстрагируемых веществ и повышения их качества.

Для решения поставленной задачи предлагаемый способ предусматривает перед экстракцией сырье подвергнуть дегазации с использованием импульсного вакуумирования, растворитель (экстрагент) нагреть, осуществить смачивание и пропитку дегазированного сырья нагретым растворителем в вакуум-импульсном режиме, после чего провести экстракцию также в вакуум-импульсном режиме. Импульсное вакуумирование проводят при остаточном давлении 0,1 - 13,3 кПа, времени его достижения и скоростном сбросе его за 0,05 - 1,0 с.

Предложенный способ представлен ниже с более подробным изложением операций и обеспечивающих их режимов.

Подготовка растительного сырья.

Измельченное сырье нагревают до предельно допустимой температуры, не вызывающей денатурацию (изменение качественных характеристик сырья). Для растительного сырья это температура обычно не выше 56°C. Проводят импульсное вакуумирование до остаточного давления 0,1 - 13,3 кПа с временем его достижения за 0,05 - 1,0 с, дают выдержку при этом давлении в течение 1 - 3 мин в зависимости от вида растительного сырья. Нагретое сырье, подвергаясь импульсному вакуумированию, освобождается от газов, находящихся между частичками сырья, в его капиллярах и внутренней поверхности частичек, а также происходит удаление с их поверхности адсорбционных газов. Одновременно происходит дополнительное разрушение волокон сырья за счет разрушения их структуры расширением объема газов и паров в фибриллярной структуре растительного сырья. При этом можно использовать свежее,

невысушенное сырье, т.к. влага не только не мешает, но и при данных режимах способствует улучшению его смачиваемости на границе раздела фазы и последующей пропитке экстрагентом по объему экстрагируемого сырья. После выдержки сырья под вакуумом производят скоростной сброс вакуума (за 0,05 - 1,0 с), после чего циклы нагрева, импульсного вакуумирования, выдержки под вакуумом повторяют 2 - 3 раза в зависимости от вида сырья. При этих режимах дополнительно повышаются удельная поверхность сырья и удаление газов из внутренних слоев и с поверхности материала, что благоприятствует более эффективной последующей экстракции.

Подготовка экстрагента.

При экстракции растительного сырья в качестве экстрагентов наиболее часто используется вода, этиловый спирт или его водный раствор.

Экстрагент перед экстракцией нагревают до той же температуры, что и сырье (не выше 56°C).

Контактирование компонентов.

Подготовленное сырье (подогретое, дегазированное, разрыхленное) заливают под вакуумом подогретым экстрагентом в количестве, необходимом для обеспечения модуля ванны не более чем 1:10 (до образования зеркала над поверхностью материала). После заливки производят скоростной (за 0,05 - 1,0 с) сброс вакуума и дают выдержку 1 - 3 мин, при этом происходит пропитка сырья экстрагентом. Циклы набора и импульсного сброса повторяют 2 - 3 раза для более глубокой пропитки материала экстрагентом.

Экстрагирование.

Смесь смоченного и пропитанного экстрагентом сырья нагревают при атмосферном давлении до рабочей температуры, проводят импульсное вакуумирование при остаточном давлении 0,1 - 13,3 кПа за время достижения 0,05 - 1,0 с и дают выдержку в течение 1,0 - 10,0 мин. За это время происходит интенсивное кипение смеси, при котором частично испаряется экстрагент, и как следствие снижается температура смеси. После выдержки осуществляют скоростной сброс вакуума за 0,05 - 1,0 с, во время которого происходит более глубокое проникновение экстрагента в капиллярную структуру сырья. При атмосферном давлении производят нагрев смеси не выше 56°C. Далее циклы нагрева, вакуумирования, выдержки под вакуумом, скоростного сброса вакуума в зависимости от вида сырья повторяют 3 - 10 и более раз до окончания процесса экстракции. Такие режимы экстрагирования способствуют более глубокой пропитке экстрагируемой массы и более полному извлечению экстрагируемых компонентов. После экстрагирования экстракт отделяют от массы и при необходимости подвергают фильтрации, концентрированию, сушке.

При реализации заявляемого способа используется импульсное вакуумирование с величиной остаточного давления 0,1 - 13,3 кПа, временем достижения за 0,05 - 1,0 с и скоростным сбросом вакуума за то же время.

При скоростном вакуумировании экстрагент вскипает не только в объеме смеси, но и внутри экстрагируемого

материала, обеспечивая тепло- и массообмен и дополнительно разрыхляя его структуру. При этом тепло- и массообмен имеют максимальное значение, что ведет к интенсивному растворению ценных компонентов сырья в экстрагенте. Чем выше скорость вакуумирования экстрагируемой смеси, тем выше нерелаксируемое давление паров воды и газов, образующихся внутри экстрагируемого материала, и, соответственно, выше степень разрыхления материала. Чем выше скорость сброса вакуума, тем выше импульс градиента атмосферного давления для лучшего проникновения экстрагента во внутреннюю структуру материала, способствующего большему извлечению экстрагируемых веществ.

Увеличение глубины вакуума технически нецелесообразно, т.к. температура растворителя может снизиться настолько, что растворитель становится неактивным. При уменьшении глубины вакуума степень перегрева незначительна и время кипения при каждом цикле сокращается. При этом разрыхление и дегазация экстрагируемого материала, а также смачивание и пропитка его растворителем ухудшаются, что приводит к снижению эффективности процесса.

На стадиях дегазации сырья и экстрагирования температура нагрева связана со свойствами растительного сырья и она не должна влиять на изменение свойств экстрагируемого материала. Для различных материалов температура подбирается экспериментально.

Ниже приведены примеры экстрагирования растительного сырья, а также экстракции полиакриламида.

1. Экстракция солодкового корня.

0,5 кг измельченного солодкового корня нагревали до 40°C и подвергали импульсному вакуумированию до остаточного давления 2,6 - 6,6 кПа и выдержке при данном вакууме в течение 3 мин. Экстрагент - дистиллированную воду - нагревали до 40°C, под вакуумом заливали им массу солодкового корня (модуль 1: 10), подвергали импульсному вакуумированию за 0,5 с до остаточного давления 2,6 - 6,6 кПа, выдерживали при этом давлении 3 мин, затем сбрасывали вакуум и выдерживали при атмосферном давлении 10 мин. При этом проводили нагрев остывшей смеси (до 25°C) в процессе вакуумирования смеси до 40°C. Проводили 3 цикла нагрева массы смеси, набора вакуума, выдержки под вакуумом, скоростного сброса и выдержки массы при атмосферном давлении. Общее время экстрагирования составило 60 мин. Полученный экстракт после фильтрации полностью соответствует требованиям ГОСТа 22840-77 "Экстракт солодкового корня".

Жидкий экстракт солодки подвергали концентрированию и сушке до влажности 3 - 5%. Выход сухого экстракта достигает 22 - 26% от массы исходного сухого сырья. Данный экстракт полностью соответствует требованиям Государственной фармакопеи X изд., ст. 260 "Экстракт корня солодки". Содержание глицирризиновой кислоты в сухом экстракте достигает 30%, содержание тяжелых металлов не превышает установленных норм.

На чертеже показаны сравнительные результаты экстрагирования солодкового корня при различных условиях. На чертеже

обозначены: на оси X - время в мин, на оси Y_1 - выход сухого экстракта в %, на оси Y_2 - выход глицирризиновой кислоты в %. Кривые 1,2 - выход сухого экстракта и содержание глицирризиновой кислоты при экстракции под вакуумом ($p=2,6$ кПа) при температуре 40°C . Кривые 3,4 - выход сухого экстракта и содержание глицирризиновой кислоты после вакуум-импульсной обработки только экстрагируемого сырья и последующей экстракции в вакууме ($p=2,6$ кПа) при 40°C . Кривые 5,6 - выход сухого экстракта и содержание глицирризиновой кислоты после обработки только экстрагента и последующей экстракции в вакууме ($p=2,6$ кПа) при 40°C . Кривые 7,8 - выход сухого экстракта и содержание глицирризиновой кислоты без предварительной обработки сырья и растворителя и вакуум-импульсного экстрагирования при $p=2,6$ кПа и 40°C . Кривые 9, 10 - выход сухого экстракта и содержание глицирризиновой кислоты после вакуум-импульсной обработки сырья, растворителя и вакуум-импульсной экстракции при 40°C и $p=2,6$ кПа.

Как видно из чертежа наибольший эффект имеет место при предварительной подготовке экстрагируемого материала, экстрагента и последующей экстракции в вакуум-импульсном режиме.

2. Экстракция шиповника.

0,5 кг измельченных плодов шиповника нагревали до 56°C , подвергали импульсному вакуумированию за 0,05 с до остаточного давления 0,1 - 13,3 кПа, давали выдержку под вакуумом в течение 3 мин.

Экстрагент - воду - нагревали до 56°C , заливали массу плодов шиповника под вакуумом при модуле 1:10 и осуществляли экстрагирование при остаточном давлении 0,1 - 13,3 кПа со скоростью набора вакуума за 0,5 с. При этом масса охлаждалась до $25 - 30^\circ\text{C}$. В течение 5 мин массу нагревали при атмосферном давлении до $55 - 56^\circ\text{C}$ и вновь повторяли этапы цикла: набор вакуума, выдержка, сброс его, нагрев массы смеси при атмосферном давлении, количество циклов - 5, общее время экстрагирования - 60 мин, выход аскорбиновой кислоты 98,82%, выход органических кислот до 98,27%, выход каротиноидов до $12,75 \pm 2,32\%$. Кроме того, извлекаются флавоноиды и другие биологически активные вещества.

3. Корень лопуха (репейника).

0,5 кг высушенного корня лопуха измельчали, нагревали до $50 - 55^\circ\text{C}$, подвергали импульсному вакуумированию при остаточном давлении 0,1 - 1,3 кПа и времени его достижения за 0,05 - 0,07 с, выдерживали под вакуумом в течение 5 мин.

Экстрагент - дистиллированную воду - нагревали до этой же температуры, заливали под вакуумом массу лопуха (при модуле 1:10) и проводили импульсное вакуумирование. После набора вакуума и выдержки проводили резкий сброс его и давали выдержку при атмосферном давлении в течение 5 - 6 мин. При выдержке под вакуумом смесь охлаждается до $25 - 30^\circ\text{C}$. При атмосферном давлении проводили нагрев смеси до $50 - 55^\circ\text{C}$ и вновь осуществляли импульсное вакуумирование. Общее время экстрагирования составляет 2,5 часа. Такая

длительность связана с наличием на поверхности экстрагируемого материала слизи, препятствующей более интенсивному протеканию процесса экстрагирования.

Процесс экстрагирования корня лопуха в приборе Сокслета при температуре $75 - 95^\circ\text{C}$ достигает 48 часов.

Выход сухих веществ при термо-вакуум-импульсном экстрагировании достигает 22 - 24%, а при экстрагировании в приборе Сокслета - 16 - 18%.

4. Экстракция крапивы двудомной.

0,5 кг высушенной до 10 - 12%-ной влажности крапивы двудомной нагревали до 55°C , после чего подвергали импульсному вакуумированию до остаточного давления 2,6 кПа при времени его достижения за 0,07 с и подвергались выдержке под вакуумом в течение 1 мин.

Экстрагент - дистиллированную воду - нагревали до 55°C , после чего под вакуумом заливали ею крапиву (модуль 1:10), а затем сбрасывали вакуум за 0,07 с до атмосферного давления и производили выдержку при этом давлении в течение 1 мин. Далее экстрагируемую смесь вновь подвергали импульсному вакуумированию до остаточного давления 1,3 - 2,6 кПа при времени его достижения за 0,07 с и выдержке при данном вакууме при интенсивном кипении смеси в течение 3 - 5 мин, при этом температура массы смеси снижается до $25 - 30^\circ\text{C}$. После выдержки под вакуумом производили импульсный сброс вакуума до атмосферного давления и нагрев смеси до $40 - 50^\circ\text{C}$, а затем вновь осуществляли импульсный набор вакуума, выдержку смеси под вакуумом и импульсный сброс вакуума. Циклы нагрева при атмосферном давлении, импульсного вакуумирования с выдержкой смеси под вакуумом и скоростного сброса вакуума повторяли 3 раза. Общее время процесса экстрагирования не превышает 20 - 30 мин (процесс экстрагирования крапивы водой в аппарате Сокслета при температуре $80 - 95^\circ\text{C}$ при атмосферном давлении длится 18 - 20 ч). Экстрагент фильтруют и при необходимости подвергают концентрированию и сушке. Полученный экстракт крапивы двудомной полностью соответствует требованиям ТУ 426-МП-178/70-038-92. Экстракт содержит до 0,4% аскорбиновой кислоты, 18 - 24% органических кислот, до 3,75% хлорофилла, дает положительную реакцию на витамин "К", содержание тяжелых металлов не превышает установленных норм (не более 0,01%). Сухой экстракт с влажностью 5% представляет собой мелкокристаллический порошок зеленовато-бурого цвета, слабого травянистого запаха, горьковатого вкуса, легко растворим в воде комнатной температуры.

5. Экстрагирование золотого корня.

Подготовка к экстрагированию измельченного корня проводилась так же, как в предыдущих примерах (нагрев до температуры $40 - 45^\circ\text{C}$, импульсное вакуумирование до остаточного давления 1,3 - 2,6 кПа и времени его достижения за 0,05 - 0,07 с, выдержке под вакуумом в течение 5 мин). В качестве экстрагента использовался 20%-ный водно-спиртовый раствор. Модуль процесса 1:10. Экстрагент нагревали до $40 - 45^\circ\text{C}$, под вакуумом заливали в массу корня,

проводили импульсное вакуумирование до 1,3 - 2,6 кПа, при скорости набора и сброса вакуума за 0,05 - 0,07 с, выдерживали под вакуумом 5 мин, осуществляли сброс вакуума до атмосферного давления, выдерживали в течение 5 мин с одновременным нагревом смеси до 40 - 45°C. Общее время экстрагирования 45 мин.

Выход сухого вещества составил 30 - 34%, содержание биологически активного вещества цероброзида 0,78% (теоретически возможное его содержание 0,8%).

Действующими методами экстрагирования в водно-спиртовом экстракте 40 или 70%-ной крепости выход цероброзида, как правило, не более 0,35 - 0,45%.

6. Экстрагирование жомов клюквы, моркови, белых грибов.

После отжима соков сырые жомы подвергались измельчению. Затем нагреву до 40°C и импульсному вакуумированию при 1,3 - 2,6 кПа за время достижения 0,1 с, выдержке в течение 5 - 8 мин. Экстрагент - дистиллированная вода - до модуля 1: 10 добавлялся с учетом влажности сырых измельченных жомов. Процесс экстрагирования вели при температурах 35 - 40°C в вакуум-импульсном режиме с выдержкой под вакуумом в течение 5 - 8 мин, с последующим сбросом его до атмосферного давления и нагревом с 20 - 25°C до 35 - 40°C в течение 5 мин. Время экстрагирования сырого жома клюквы составляет 60 мин, моркови 45 мин, разных грибов 60 - 90 мин. Полученные экстракты осветляют фильтрацией, концентрируют и сушат до влажности 5 - 8% с получением после измельчения хорошо растворимых в воде порошков.

Экстрагированию подвергались и другие травы, в частности цветы душицы, календулы, мать-и-мачеха, тысячелистник, подорожник, банан, полынь, мята, зверобой.

7. Экстракция полиакриламида.

Полиакриламид используется в технике для получения полиамидного волокна. Перед производством нити из него следует максимально извлечь низкомолекулярные соединения (НМС), отрицательно влияющие на качество получаемого волокна.

Крошку технического полиакриламида с содержанием 11% НМС нагревали до температуры 80 - 85°C, проводили импульсное вакуумирование при остаточном давлении 1,3 - 6,6 кПа при скорости набора вакуума 0,1 с и давали выдержку при этом давлении 5 - 7 мин.

Экстрагент (воду) нагревали до той же температуры, под вакуумом заливали крошку полиакриламида при модуле 1:1,8, подвергали импульсному вакуумированию при остаточном давлении 1,3 - 6,6 кПа при скорости набора вакуума 0,1 с, выдерживали при этом давлении 5 - 7 мин, затем проводили резкий сброс вакуума (за 0,1 с) и при атмосферном давлении выдерживали 5 - 7 мин и вновь проводили нагрев массы до 80 - 85°C. После этого проводили набор вакуума, выдержку под вакуумом, скоростной его сброс, выдержку при атмосферном давлении. Этот цикл повторяли 3 - 5 раз в зависимости от количества НМС в исходном сырье. После экстракции сырье высушивали.

После экстракции предложенным способом

массовая доля НМС снижалась в сравнении с действующими с 2,3 - 2,5% до 1,08%, время экстракции с 15 - 20 ч и более снижается до 2 - 4 ч. Известный способ экстракции водой при температуре 95 - 100°C проводится под давлением в среде азота 0,6 мПа.

Сравнение предложенного способа экстракции со способом-прототипом показывает, что общим у них является наличие операций подготовки растительного сырья к экстрагированию с использованием вакуума, контактирование компонентов (заливка сырья экстрагентом) нагревание массы до рабочей температуры процесса и экстрагирование с использованием импульсного вакуумирования.

Отличие же состоит в следующем: 1. В предложенном способе при подготовке растительного сырья проводят его глубокую дегазацию, для чего сырье нагревают, проводят импульсное вакуумирование, дают выдержку под вакуумом и осуществляют скоростной сброс вакуума. В способе-прототипе осуществляют вакуумирование сырья до остаточного давления 2 кПа, т.е. отсутствует предварительный нагрев сырья и импульсное вакуумирование его. 2. В предложенном способе подготовку растворителя (нагревание) ведут отдельно от подготовки сырья. В прототипе операция нагрева растворителя отсутствует. 3. В предложенном способе нагретое и отвакуумированное сырье заливают нагретым экстрагентом под вакуумом, дают выдержку, затем осуществляют импульсный сброс вакуума и выдержку при атмосферном давлении до снижения температуры массы до постоянного значения. При таком режиме контактирования создаются идеальные условия для эффективного смачивания и глубокой пропитки сырья растворителем и достигается максимальный тепло- и массообмен. В прототипе: сырье заливают неподогретым растворителем, осуществляют нагрев смеси при атмосферном давлении. 4. В предложенном способе все операции импульсного вакуумирования ведут в режиме: остаточное давление 0,1 - 13,3 кПа, время его достижения и скоростной сброс вакуума 0,05 - 1,0 с, при этом степень перегрева 50°C. В прототипе: остаточное давление 20 - 30 кПа, сброс вакуума 1 мин. При таких условиях степень нагрева (20°C) недостаточна. 5. В предложенном способе температура компонентов, а затем их смеси в процессе импульсного вакуумирования составляет не более 56°C. В прототипе 40 - 80°C, что недопустимо, т.к. при температуре выше 56°C происходит разрушение свойств материала.

Таким образом, отличие состоит в ином режиме подготовки сырья и растворителя, ином режиме их контактирования, иных режимах импульсного вакуумирования, т.е. предложение обладает новизной.

При таких режимах процесса разрыхлению подвергаются более глубокие слои структуры материала, что способствует лучшему смачиванию и пропитке сырья экстрагентом и создаются условия для более эффективной степени экстракции. Этому же способствуют и используемые режимы вакуумирования.

Предложенный способ универсален. Он может быть использован для экстракции не только растительного сырья, но и для

извлечения ненужных примесей из исходных компонентов в ряде химических производств. При необходимости способ позволяет вести процесс при более низких температурах. При этом увеличивается количество циклов импульсного вакуумирования.

При использовании данного способа сырье не обязательно сушить, что значительно снижает трудозатраты при его подготовке. Все это повышает его эксплуатационные возможности.

Сравнение предложенного способа с другими известными способами показало следующее. Известны способы экстракции, в которых используется отдельная подготовка компонентов перед контактированием, а затем их контактирование и экстракция. См. , например, патент ФРГ N 3318317, а.с. СССР N 579300 и др. Однако эти способы предусматривают использование не вакуума, а повышенного давления, использование которого не может привести к результатам, достигаемым предложенным способом.

Реализация предложенного способа не вызовет затруднений и не требует каких-либо специальных средств, не известных в технике. Аппараты для экстрагирования, средства создания вакуума и сброса его в технике известны. Способ позволит с большей эффективностью использовать природные ресурсы страны и упростить ряд процессов в химической промышленности, связанных с извлечением заданных компонентов из химических соединений.

Формула изобретения:

1. Способ экстрагирования материалов

преимущественно из растительного сырья, включающий измельчение сырья, вакуумирование его, контактирование с растворителем, нагревание смеси и экстракцию в вакуум-импульсном режиме, отличающийся тем, что перед контактированием компонентов растворитель нагревают, сырье нагревают и подвергают дегазации, при этом дегазацию и последующее контактирование компонентов осуществляют с использованием импульсного вакуумирования.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что импульсное вакуумирование стадии экстракции осуществляют при остаточном давлении 0,1 - 13,3 кПа и времени его достижения и скоростного сброса за 0,05 - 0,1 с.

3. Способ по п.1, отличающийся тем, что нагрев компонентов и их смеси осуществляют до температуры, не вызывающей денатурацию материала.

4. Способ по п.1, отличающийся тем, что контактирование подготовленных компонентов проводят под вакуумом, дают выдержку в течение 1 - 5 мин, после чего осуществляют импульсный сброс вакуума и выдержку при атмосферном давлении до снижения температуры до постоянного значения в течение 1,0 - 10,0 мин.

5. Способ по п.1, отличающийся тем, что цикл нагрева массы, набора вакуума, выдержки под вакуумом, скоростного сброса и выдержки массы при атмосферном давлении повторяют 3 - 5 раз в зависимости от вида сырья до полного экстрагирования.

35

40

45

50

55

60