

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПАРАМЕТРОВ ДО- И СВЕРХКРИТИЧЕСКОЙ УГЛЕКИСЛОТНОЙ ЭКСТРАКЦИИ СЫРЬЯ РАСТИТЕЛЬНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ

¹В. К. Иконников*, ¹П. А. Егоянц, ¹С. А. Сиротин, ²Труонг Тат Хиеу

¹ФГУП Российский научный центр «Прикладная химия», Санкт-Петербург, Россия
²Институт химии природных соединений, Ханой, Социалистическая Республика Вьетнам

*vikonnikov@rscac.spb.ru

Поступила в редакцию 2.12.2009 г.

Исследован процесс экстракции диоксидом углерода биологически активных веществ из различного растительного сырья: семян амаранта, бутонов цветов *Sophora japonica*, стволов *Stephania rotunda* и листьев *Stevia rebaudiana* при до- и сверхкритических параметрах. Разработана лабораторная установка для проведения экстракции растительного сырья сжиженными газами и сверхкритическими флюидами при давлениях 5 ÷ 35 МПа и температурах 285 ÷ 350 К. Установлено, что максимальный выход экстрагируемого вещества для указанных растений имеет место при температуре и давлении, превышающих критические для CO₂ (320 — 330 К; 28 — 30 МПа).

Ключевые слова: диоксид углерода, сверхкритический флюид, экстракция, растительное сырье, биологически активные вещества, рутин, лабораторная установка.

ВВЕДЕНИЕ

Использование диоксида углерода вместо часто применяемых в фармацевтической промышленности органических растворителей (бензола, метилового спирта, гексана и др.) для извлечения из растительного сырья физиологически активных веществ, которые могут использоваться как биологически активные добавки (БАД), субстанции для получения лекарственных препаратов, является перспективным направлением. Растворяющая способность CO₂ определяется его фазовым состоянием, которое в свою очередь зависит от параметров процесса экстракции — давления и температуры [1—4].

Метод CO₂-экстракции растительного сырья имеет ряд преимуществ перед другими:

- простота отделения экстрагируемого вещества от растворителя (CO₂);
- высокая селективность извлечения компонентов непосредственно в процессе экстракции;
- экологичность (отсутствие остаточных количеств органических растворителей в извлекаемых компонентах);
- низкие эксплуатационные затраты.

Применяемые в промышленности способы и установки для получения CO₂-экстрактов из растительного сырья чрезвычайно разнообразны и представлены в ряде работ [3—18].

Для проведения исследований по CO_2 -экстракции различных видов растительного сырья по заданию Института химии природных соединений (г. Ханой, Вьетнам) в Российском научном центре «Прикладная химия» (г. Санкт-Петербург) спроектирована и совместно с ЗАО «ГОРО-Инжиниринг» (г. Ростов-на-Дону) создана лабораторная установка, на которой отработана методика проведения экстракции диоксидом углерода в до- и сверхкритических условиях, позволяющая оптимизировать рабочие параметры технологического процесса при использовании различного растительного сырья.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Установка позволяет проводить экстракцию при подаче диоксида углерода плунжерным насосом высокого давления в непрерывном режиме в до- и сверхкритическом состоянии, или в докритическом состоянии — с использованием теплового насоса. Диапазон давлений — $5 \div 35$ МПа, температур — $285 \div 350$ К, объемный расход сжиженного CO_2 — $5 \div 10$ л/ч.

Схема лабораторной установки представлена на рис. 1. Установка состоит из рампы баллонов CO_2 (8), расходной емкости CO_2 (2), конденсатора (1), реактора-экстрактора (5), двух сепараторов — сборников экстракта (6) и (7), теплообменника — охладителя диоксида углерода (3), плунжерного насоса (9), теплообменника — нагревателя CO_2 (4), редукторов *P1* и *P2*, фильтра (10), манометров *M1*—*M8*, запорных вентилях, предохранительных клапанов.

Аппараты (2) — (7) имеют рубашки для термостатирования и быстросъемные фланцевые соединения. Расходная емкость и сборник (7) на боковой поверхности имеют окна Дюренса, через которые можно наблюдать за процессом с использованием видеокамеры.

Система термостатирования включает в себя три термостата, водоохладитель-криостат и обеспечивает нагрев или охлаждение аппаратов до требуемой температуры.

Система измерения и контроля параметров процесса включает датчики давления, хромель-алюмелевые термопары, датчики объемного расхода жидкости, щит управления и персональный компьютер.

Принцип работы установки для получения CO_2 -экстракта сводится к следующему. Сырье, подготовленное для экстракции, предварительно измельченное (при необходимости высушенное), в количестве до 1 кг загружается в экстрактор (5). В сборники экстракта (6) и (7) устанавливаются стеклянные цилиндры. При экстракции в докритических условиях сборник (6) исключается, экстрактор (5) термостатируется при заданной температуре ($293 - 301$ К), сепаратор (7) — на $5 - 7$ К выше, расходная емкость (2) и конденсатор (1) — на $5 - 7$ К ниже.

После термостатирования расходная емкость (2) и конденсатор (1) дополнительно заполняются конденсирующимся в них диоксидом углерода из баллона, который подогревается до температуры 313 К гибкой нагревательной лентой марки ЭНГЛ1. Контроль за процессом заполнения (1) и (2) осуществляется с помощью видеокамер через окна в расходной емкости по уровню жидкой фазы CO_2 , который отображается на мониторе ПК. После этого жидкий CO_2 из расходной емкости (2) насосом (9) подается с объемным расходом $0,16 \pm 0,01$ л/мин в экстрактор снизу (или сверху) и далее — в сборник (7). Давление экстракции устанавливается регулировочным вентилем *B11*.

В нижнюю часть сборника (7) CO_2 с экстрагируемым веществом поступает через обогреваемую трубку и расширяется через устанавливаемое сопло. Диоксид

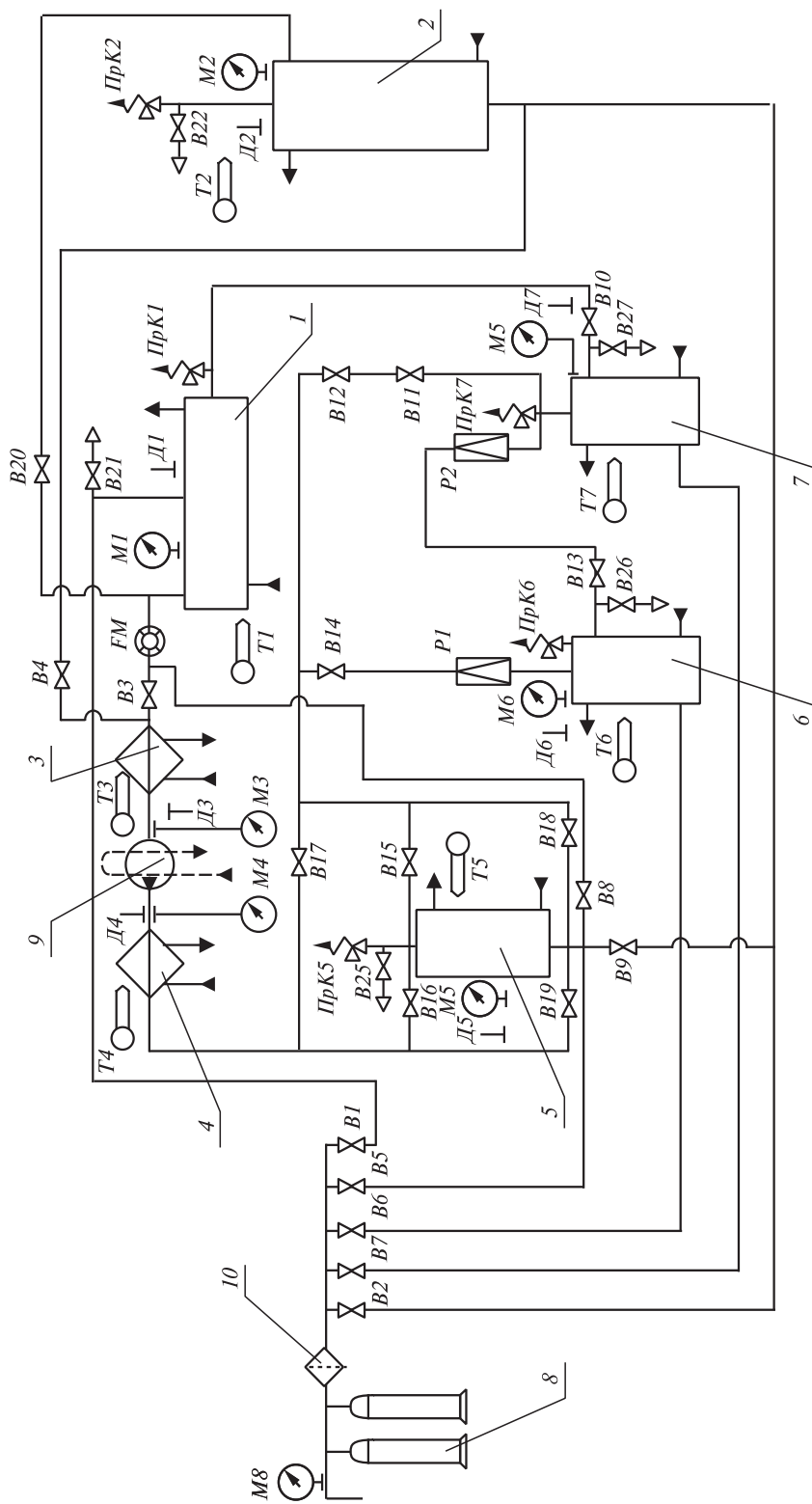


Рис. 1. Принципиальная схема установки до- и сверхкритической экстракции с применением диоксида углерода: 1 — конденсатор; 2 — расходная емкость; 3, 4 — теплообменники; 5 — экстрактор; 6, 7 — сборники; 8 — рама баллонов; 9 — фильтр; 10 — расходомер; M — манометры; PrK — предохранительный клапан; P — редуктор; Д — датчик давления; T — термомпара; FM — расходомер

углерода переходит в газообразное состояние, а извлеченное вещество выделяется в виде жидкой и твердой фаз. Контроль за фазовым состоянием CO_2 в сборнике (7) осуществляется с помощью видеокамеры через смотровое окно.

Газообразный CO_2 направляется в конденсатор (1), откуда после ожижения поступает в теплообменник (3), в насос (9) и далее — в экстрактор (5). Для контроля расхода CO_2 на линии после конденсатора (1) установлен расходомер.

При работе в докритических условиях без насоса жидкий диоксид углерода из конденсатора (1), который установлен на 1,5 м выше экстрактора (5), подается в систему напрямую. За счет термостатирования конденсатора на ~10 — 12 К ниже температуры сборника (7) и экстрактора (5) создается режим прокачки жидкого CO_2 через экстрактор (5) и сборник (7) с возвратом в конденсатор (1). Объемный расход сжиженного углекислого газа достигает 8 — 10 л/ч. Давление и расход в системе регулируются вентилями $B11$, $B10$ и $B11$ и режимом термостатирования сборника (7).

При работе в сверхкритических условиях отличие состоит в том, что после насоса диоксид углерода в теплообменнике-нагревателе (4) нагревается до температуры выше критической (> 308 К), экстрактор (5) термостатируется также при сверхкритической рабочей температуре (308 — 353 К) и в экстракторе (5) устанавливается давление выше критического (10 — 35 МПа). Редуктором $P1$ устанавливается режим с более низким давлением CO_2 в сборнике (6) по сравнению с экстрактором (5); температура в сборнике (6) выше критической (304 К). Редуктором $P2$ устанавливается давление в сборнике (7) ниже критического (3,5 — 6,5 МПа); температура в сборнике (7) также устанавливается ниже критической (298 — 301 К).

Для контроля за процессом экстракции предусмотрены манометры $M1—M8$, показывающие термопары $T1—T7$, а также датчики давления и термопары с записью на ПК.

Качественная реакция на флавоноиды в экстрагируемых веществах, полученных из софоры японской при сверх- и докритических параметрах, проводилась по методике, приведенной в [19]. 0,1 г экстракта заливался 10 мл 95 %-го этанола, нагревался на водяной бане до кипячения и настаивался 3 часа. Спиртовой экстракт отфильтровывали, упаривали до 2 мл, делили пополам и переносили в две пробирки. В каждую пробирку прибавляли по три капли концентрированной соляной кислоты, в одну из пробирок было прибавлено 0,04 г цинковой пыли, пробирка была нагрета на водяной бане до кипения. При этом в пробирке с цинковой пылью жидкость окрасилась в вишнево-красный цвет. Окрашивание было отчетливо заметно при сравнении испытуемого раствора с контрольным, т. е. без цинковой пыли. Полученные результаты свидетельствуют, что основным компонентом экстракта является флавоноидный гликозид — рутин.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Обработка методики определения параметров процесса экстракции при до- и сверхкритических условиях проводилась на четырех видах растительного сырья: семенах амаранта, бутонах цветов *Sophora japonica*, стволах *Stephania rotunda* и листьях *Stevia rebaudiana*. Их выбор определялся тем, что по амаранту имеются опубликованные экспериментальные данные [12, 13] и можно провести оценку эффективности процесса экстракции на разработанной установке. Остальное растительное сырье было поставлено Институтом химии природных соединений (СРВ).

Определение параметров до- и сверхкритической углекислотной экстракции сырья растительного происхождения

Молотые семена амаранта массой 1 кг, влажностью 8 %, с размером частиц ~0,5—2 мм помещались в корзину. Корзина изготовлена из тонкостенной трубы диаметром 30 мм и высотой 520 мм, которая закрывается дырчатými крышками с сеткой. Крупные семена засыпались снизу и сверху, мелкие — в середину.

Полученные данные приведены в таблице 1.

После трех последовательно проведенных циклов экстракции на одной загрузке при сверхкритических параметрах CO₂ (315—330 К; 33—39 МПа) убыль массы семян амаранта составила 80 г, что совпадает с общим содержанием экстрагируемых веществ, включая воду (~3 г). За общее время экстракции 3,5 часа через реактор прокачано 30 кг CO₂ (35 л при 287 К и 6,5 МПа), при этом среднее содержание масла в экстрагенте составляет 2,4 г на 1 кг CO₂ (2,1 г на 1 л сжиженного CO₂).

При экстракции в докритических условиях (301 К; 6,5 МПа), температуре в сборнике (7), равной 323 К, и времени работы 2 часа в сборнике (7) выделено 4 г экстракта (жидкость желто-зеленого цвета, опыт 4), который по внешнему виду сильно отличается от масла, извлеченного при сверхкритических условиях.

Наибольший выход масла из семян амаранта (7,7 % мас.) достигается при сверхкритической экстракции диоксидом углерода при параметрах в экстракторе 330 К, 35—38 МПа.

Экспериментально определены параметры процесса экстракции растительного сырья. Характеристики сырья, поставленного Институтом химии природных соединений, представлены в таблице 2. Бутоны софоры японской (*Sophora japonica*) высушены, имеют продолговато-яйцевидную форму длиной 4—5 мм, толщиной 2—3 мм, бледно-желтого цвета со слабым запахом. Они содержат флавоноловый гликозид — рутин. По литературным данным его содержание может достигать 10—15 % мас. В воде и спирте при комнатной температуре он нерастворим. При экстракции из софоры японской в экстрактор (5) загружалось до 1 кг сырья —

Таблица 1

Результаты процесса экстракции семян амаранта

№ опыта	Параметры процесса	Экстрактор	Сборник (6)	Сборник (7)	Время экстракции, ч	Масса экстракта (масло), г	
						Сборник (6)	Сборник (7)
1	Температура, К	315	318	303	0,5	5,0 (в т.ч. около 1 г)	5,0 (масло + воск)
	Давление, МПа	35,0	14,0—17,0	6,5—7,0			
2	Температура, К	330	333	303	1	14,0 (в т.ч. около 2 г воды)	24,0 (масло кремowego цвета)
	Давление, МПа	35,0	14,0—17,0	6,5—7,0			
3	Температура, К	330	335	303	2	14,0 (прозрачное масло)	18,0 (масло кремowego цвета)
	Давление, МПа	35,0—38,8	17,0—18,0	6,5—6,8			
4	Температура, К	301	—	323	2	Нет данных	4,0 (жидкость желто-зеленого цвета)
	Давление, МПа	6,5	—	6,4			

Таблица 2

Описание проб растительного сырья, полученного из СРВ

№ п/п растения	Наименование растения	Собранные части	Состояние пробы	Цвет растения
1	<i>Sophora japonica</i> L.	Бутон цветка	Высушенные, измельченные	Желто-зеленый
2	<i>Stephania rotunda</i>	Ствол растения	Высушенные, измельченные	Белый
3	<i>Stevia rebaudiana</i>	Листья и ветки	Высушенные, измельченные	Зеленоватый

немолотого (опыты 1, 2) или молотого (остальные опыты) (таблица 3). Его исходная влажность составляла 12 %. Экстракция проводилась при сверхкритических параметрах CO_2 в экстракторе (5) в диапазоне температур $320 \div 330$ К, давлений $15,0 \div 30,0$ МПа; в сборнике (6) поддерживались сверхкритические ($308 - 313$ К; $7,5 - 16,7$ МПа), а в сборнике (7) — докритические параметры ($300 - 301$ К; $6,1 - 6,0$ МПа).

Полученные данные представлены в таблице 3. Опыты 1 и 2 проведены последовательно с одной партией неизмельченного сырья.

При давлении в экстракторе (5) $26 - 30$ МПа экстрагируемое вещество выделяется только в сборнике (7) и имеет 2 фазы: жидкую красного цвета (12 г за 2 опыта) и твердую (также 12 г) желто-коричневого цвета.

Влажность сырья после опытов 1 и 2 уменьшилась на 2 %, т. е. из сырья было извлечено около 19,5 г воды, но в сборнике (7) было собрано всего 12 г жидкости. Измельчение сырья до размера 1—2 мм (опыт 3) привело к росту количества экстрагируемого твердого вещества приблизительно в 1,5 раза. Влажность сырья после экстракции также снизилась приблизительно на 2 % (до 10 %), но в сборнике жидкости также было мало. Очевидно, это объясняется уносом паров воды в конденсатор.

Уменьшение давления в реакторе до 15 МПа (опыт 5) и, соответственно, в сборнике (6) до 7,5 МПа привело к выделению экстрагируемого вещества также в сборнике (6) в виде жидкой фазы желтого цвета (2 г) и твердой фазы (4 г), состоящей примерно в равных количествах из двух компонент — белого и зеленого цвета.

В целом, максимальное количество твердого экстрагируемого вещества $\sim 1,8$ % от массы сырья получено при температуре в экстракторе 323 К и давлении 30 МПа.

При экстракции в докритических условиях (опыт 7) в сборнике (7) жидкая фаза отсутствовала; в нем выделялась только паста желто-зеленого цвета. В опыте 7 через каждые 2 часа без остановки процесса определялось количество выделяемого экстрагируемого вещества, которое постепенно снижалось.

Количество экстрагируемого вещества при докритических параметрах CO_2 уменьшилось примерно в 2 раза. Влажность сырья после обработки CO_2 при докритических параметрах практически не изменилась, что свидетельствует о том, что в жидком диоксиде углерода вода практически не растворяется.

Результаты процесса экстракции измельченных стволов *Stephania rotunda* (таблица 4) и листьев и веток *Stevia rebaudiana* (таблица 5) подтверждают, что максимальный выход экстрагируемого вещества достигается при сверхкритических пара-

Таблица 3
Результаты процесса экстракции бутонов софоры японской (*Sophora japonica*)

№ опыта	Параметры процесса	Экстракт	Сборник (б)	Сборник (г)	Время экстракции, ч	Масса сырья, г		Экстрагируемое вещество, г	
						До	После	Сборник (б)	Сборник (г)
1	Температура, К	326	313	301	2,5	970	946	Следы желтого порошка на стенках стакана	6,0 — жидкость красного цвета; 6,0 — паста желто-коричневого цвета
	Давление, МПа	26,0	16,7	6,5					
2*	Температура, К	320	308	301	3,5	946	929	То же	6,0 — жидкость красного цвета; 6,0 — паста желто-коричневого цвета
	Давление, МПа	29,0	14,2	6,1					
3	Температура, К	330	310	301	4,5	1008	990	То же	3,0 — жидкость красного цвета; 11,0 — паста желто-зеленого цвета
	Давление, МПа	30,1	16,1	6,6					
4**	Температура, К	323	313	302	2,0	990	980	То же	2,0 — жидкость красного цвета; 6,0 — паста желто-зеленого цвета
	Давление, МПа	30,0	15,0	6,6					
5	Температура, К	323	308	300	1,5	1016	1008	2,0 — жидкость желтого цвета; 4,0 — паста бело-зеленого цвета	2,0 — паста желто-красного цвета
	Давление, МПа	15,0	7,5	6,6					
6**	Температура, К	325	313	300	1,5	1008	994	2,0 — порошок белого цвета	4,0 — жидкость красного цвета; 6,0 — паста желто-зеленого цвета
	Давление, МПа	29,6	14,8	6,6					
7***	Температура, К	294	—	313	3 2 2	910	902	—	4,0 — паста желто-зеленого цвета; 2,0 — паста желто-зеленого цвета; 1,5 — паста зеленого цвета; сумма — 7,5 г
	Давление, МПа	6,75	—	6,70					

* Повторная экстракция после опыта 1, сырье без помолы.

** Повторная экстракция, сырье молотое.

*** Экстракция жидким CO₂, контроль количества экстрагируемого вещества в сборнике (г), без остановки процесса экстракции.

Таблица 4

Результаты процесса экстракции *Stephania rotunda*

№ опыта	Параметры процесса		Экстракт	Сборник (6)	Сборник (7)	Время экстракции	Масса сырья, г		Экстрагируемое вещество, г	
	Температура, К	Давление, МПа					До	После	Сборник (6)**	Сборник (7)
1	330	25,0—30,0	330	326	300—310	2 ч 16 мин	802	794	1 — паста светло-желтого цвета	5,0 — паста желтого цвета; 2,0 — красноватая жидкость
				15,0	6,0					
2	333		333	323	327	2 ч	794	788	На стенках следы пасты светло-желтого цвета	6 — паста светло-желтого цвета
				12,5	6,7					
3	333	15,0—17,0	333	—	300—313	4 ч 15 мин	782	770	—	8 — паста светло-желтого цвета; 2 — жидкость красного цвета
				—	4,8—5,0					
4	295—300		295—300	—	310—323	2 ч 46 мин	722		—	5,0 — паста желтоватого цвета
				—	5,4—6,3					
5*	293—300		293—300	—	323—330	3 ч 30 мин		715	—	2,0 — паста желтоватого цвета
				—	6,8—7,1					Всего в опытах 4 и 5 сумма — 7 г пасты

* Докритический режим, без насоса высокого давления (продолжение опыта 4).

** В опытах 3—5 сборник (6) не подключался.

Таблица 5

Результаты процесса экстракции листьев *Stevia rebaudiana*

№ опыта	Параметры процесса	Экстрактор	Сборник (6)	Сборник (7)	Время экстракции	Масса сырья, г		Экстрагируемое вещество, г Сборник (7)
						До	После	
1*	Температура, К	333	325	318	4,0 ч	470	458	8 — паста зеленого цвета; 1 — жидкость зеленоватого цвета
	Давление, МПа	25,0	15,0	5,0				
2	Температура, К	333	—	313—323	3 ч 40 мин	468	462	4,5 — паста зеленого цвета; следы жидкости зеленоватого цвета
	Давление, МПа	15,0	—	6,0				
3**	Температура, К	293	—	313	2 ч 45 мин	492	490	2,0 — паста зеленого цвета
	Давление, МПа	6,7	—	6,7				
4	Температура, К	333	—	313	4,5 ч	490	472	8 — паста зеленого цвета; 4 — жидкость зеленоватого цвета
	Давление, МПа	15,0	—	6,0—6,5				

* В сборнике (6) экстракт отсутствовал, в последующих опытах 2—4 сборник (6) не подключался.

** Экстракция при докритических параметрах.

метрах CO₂ в экстракторе (330 К; 25—30 МПа); эта величина составляет для *Stephania rotunda* 1,4 % мас., а для *Stevia rebaudiana* — 1,7 % мас. При экстракции жидким диоксидом углерода (ниже 300 К, давление 15—18 МПа) из *Stephania rotunda* экстрагируется до 1,0 % мас. вещества желтого цвета, по внешнему виду не отличающегося от сверхкритического экстракта. При экстракции жидким диоксидом углерода выход экстракта из *Stevia rebaudiana* составляет ~0,5 % мас.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Разработана экспериментальная установка, которая позволяет проводить экстракцию растительного сырья диоксидом углерода при до- и сверхкритических параметрах в широком диапазоне и обеспечивает определение оптимальных параметров технологического процесса как в экстракторе, так и в сепараторах — сборниках экстрагируемого вещества.

Для исследуемого растительного сырья — семян амаранта, бутонов цветов *Sophora japonica*, стволы *Stephania rotunda* и листьев *Stevia rebaudiana* — получены опытные данные по экстракции диоксидом углерода при до- и сверхкритических параметрах в экстракторе (320—330 К; 28—30 МПа) и параметрах в сборнике 300—310 К, 5,5—6,5 МПа.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Жузе Т.П. Сжатые газы как растворители. М.: Наука, 1974.
2. Brunner Gerd und Siegfried Peter. Chem. Ing. Tech. 1981. В. 53. № 7. S. 529.

3. Касьянов Г.И., Пехов А.В., Таран А.А. Натуральные пищевые ароматизаторы — CO₂-экстракты. М.: Пищевая промышленность, 1978. 176 с.
4. Stahl E., Quirin K.W., Gerard D. Verdichtete Gase zur Extraction und Raffination. Berlin; Heidelberg; New York; London; Paris; Tokio; Springer, 1987.
5. Банашек В.М., Сапегина Ж.М. Экстракция липидов из растительного сырья сжиженными и сжатыми газами. ВНИИТЭИагропром, АгроНИИТЭИПП. Сер. 21. Парфюмерно-косметическая промышленность. Вып. 3. М., 1987. С. 1.
6. Ключкин В.В., Быкова С.Ф. Перспективы использования CO₂ в качестве растворителя растительных масел. ВНИИТЭИагропром, АгроНИИТЭИПП. Сер. 20. Масложировая промышленность. Вып. 11. М., 1991. С. 1.
7. Дадашев М.Н., Абдулагатов И.М. Хим. промышленность. 1993. № 10. С. 40.
8. Sovova H., Kusera J., Jez J. Chemical Engineering Science. 1993. Vol. 49. No. 3. С. 415.
9. Sovova H. Chemical Engineering Science. 1994. Vol. 49. No. 3. С. 409.
10. Гумеров Ф.М., Сабирзянов А.И., Гумерова Г.И. Суб- и сверхкритические флюиды в процессах переработки полимеров. Казань: ФЭН, 2000.
11. Truong Nam Hung, Фахреев А.К., Гумеров Ф.М., Габитов Ф.Р., Чеманов Р.А., Амирханов Д.Г., Ярулин Р.С. СКФ-ТП. 2008. Т. 3. № 2. С. 7.
12. Максудов Р.Н., Егоров А.Г., Мазо А.Б., Аляев В.А., Абдуллин И.Ш. СКФ-ТП. 2008. Т. 3. № 2. С. 20.
13. Максудов Р.Н., Егоров А.Г., Мазо А.Б., Аляев В.А., Абдуллин И.Ш. СКФ-ТП. 2008. Т. 3. № 3. С. 39.
14. Урьяш В.Ф., Груздев А.Е., Кокурина Н.Ю., Гришатова Н.В., Урьяш А.В., Карпова И.Г. СКФ-ТП. 2008. Т. 3. № 4. С. 35.
15. Залепугин Д.Ю., Тилькунова Н.А., Яшин Ю.С., Чернышов И.В., Мишин В.С., Мулюкин А.Л. СКФ-ТП. 2010. Т. 5. № 1. С. 88.
16. Natalia Mezzomo, Julian Martinez, Sandra R.S. Ferreir. J. Supercritical Fluids. 2009. Vol. 51. No. 1 (November). P. 10.
17. Erkucuk A., Akgun I.H., Yesil-Celiktas O. J. Supercritical Fluids. 2009. Vol. 51. No. 1 (November). P. 29.
18. Wei-Heng Chen, Ching-Hung Chen, Chieh-Ming J. Chang, Yung-Ho Chiu, Daina Hsiang. J. Supercritical Fluids. 2009. Vol. 51. No. 2 (December). P. 174.
19. Георгиевский В.П., Комиссаренко Н.Ф., Дмитрук С.Е. Биологически активные вещества лекарственных растений. Новосибирск: Наука, Сиб. отд-е, 1990.

EVALUATION OF CARBON DIOXIDE SUB- AND SUPERCRITICAL FLUID EXTRACTION CONDITIONS FOR PLANT RAW MATERIALS

¹V.K. Ikonnikov, ¹P.A. Egojants, ¹S.A. Sirotin, ²Truong Tat Hieu

¹Russian Scientific Center "Applied Chemistry", Saint-Petersburg, Russia

²Institute of Natural Products Chemistry, Ha Noi, Viet Nam

Carbon dioxide extraction of biologically active components from seeds of *Amaranthus*, flower buds of *Sophora japonica*, branches of *Stephania rotunda* and leaves of *Stevia rebaudiana* was investigated. A laboratory setup that allows one to run sub- and supercritical fluid extraction within wide ranges of pressure and temperature (5 ÷ 35 MPa and 285 ÷ 350 K, respectively) is developed. The optimum extract yields were obtained for *Sophora japonica* flowers at temperature and pressure exceeding the critical values for carbon dioxide (320 — 330 K, 28 — 30 MPa).

Key words: carbon dioxide, supercritical fluid, extraction, plant raw material, biologically active substance, rutine, pilot scale equipment.