



DOI: 10.31388/2220-8674-2023-2-33

УДК 681.5:66.047.7

О. В. Радчук, к.т.н.

ORCID: 0000-0002-8228-2499

М. Ю. Савченко-Перерва, к.т.н.

ORCID: 0000-0002-8498-3272

Сумський національний аграрний університет

e-mail: marina.saw4encko2011@gmail.com, тел.: 099-383-43-98

АВТОМАТИЗОВАНА СИСТЕМА КЕРУВАННЯ АПАРАТАМИ ДЛЯ ЕКСТРАГУВАННЯ РОСЛИННОЇ СИРОВИНИ СУБКРИТИЧНОЮ РІДИНОЮ

Анотація. В статті розглянуто два типи обладнання для проведення технологічного процесу екстрагування рослинної сировини субкритичною рідиною - для статичних та динамічних систем екстрагування. Для автоматизованого керування параметрами запропоновано датчик тиску KELI P3400 та реле тиску MBC5000, термopара К-типу і нагрівальні елементи (ТЕНи). Загальне керування регулятором тиску та нагрівальними ТЕНами проводиться реле ОВЕН серії ПР1хх, яке програмується в середовищі OWEN Logic. Використання запропонованої автоматизованої системи керування апаратами для екстрагування рослинної сировини субкритичною рідиною дозволяє направлено керувати технологічним процесом із встановленням визначених параметрів тиску і температури і повторювати даний технологічний процес визначену кількість разів.

Ключові слова: апарат для екстрагування, субкритична рідина, тиск, температура, рослинна сировина, датчик, реле.

Постановка проблеми. В сьогоdnішніх умовах, коли провідні, економічно розвинені країни випускають нове енергозберігаюче обладнання особливо гостро стає проблема забезпечення вітчизняних підприємств модернізованим, удосконаленим та енергоефективним устаткуванням, яке б по якості виробництва продукції могло б конкурувати з світовими виробниками. На сучасному етапі, низка технологічних перетворень, з яких складається процес виготовлення екстрактів супроводжується значними витратами продукту та втратою летких ароматичних та смакових речовин, яка загалом може сягати 4/5 від початкового вмісту. Втрачається якість продукту [6,12]. Особливість процесу екстрагування рослинної сировини полягає в тому, що фізичні властивості сировини значно змінюються в процесі екстрагування, і це суттєво впливає на всі стадії технологічного процесу. Технологія переробки рослинної сировини потребує



максимального збереження біоактивних компонентів, що може забезпечити проведення екстрагування при невисоких температурах. А також використання найдешевшого та екологічного екстрагенту, розробка більш досконалого обладнання або альтернативних технологій виробництва екстракту [7], а також застосування автоматизованої системи керування апаратами для екстрагування рослинної сировини дозволять вивести процес отримання екстрактів належної якості на відповідний рівень. При розробці конкретних технологій і апаратів слід враховувати, застосування якого саме механізму забезпечує найбільшу продуктивність і ефективність, який спосіб енергетичного впливу дозволяє досягати максимально можливих ККД, а також який спосіб проведення технологічної операції найбільшою мірою знижує собівартість продукції. Конкурентний вплив цих факторів визначає вибір енергетичного впливу.

Аналіз останніх досліджень. В проаналізованих наукових роботах наведені основні положення щодо вирішення проблеми удосконалення технологій екстрагування [1-3]. Розроблено додаткове обладнання, що дозволяє вловлювати втрачені ароматичні компоненти [4,5]. Окрім того, розвиваються інноваційні методики інтенсифікації процесів екстрагування з залученням вібраційного впливу на сировину [6], ефектів кавітації, вакууму, дискретно-імпульсного введення енергії та хімічні методи інтенсифікації, адресної доставки енергії до наномасштабних елементів харчової сировини [7-10], тощо.

«Зеленим» методом екстрагування є використання води з високою температурою та тиском. Субкритична водна екстракція (SWE) — це технічний процес, у якому вода як екстрагент використовується при температурі від 100°C до 374°C з досить високим тиском (близько 10-60 бар), щоб підтримувати воду в рідкому стані. Це екологічно чиста, легко доступна, економічно ефективна, не токсична технологія, яка забезпечує набагато вищі результати екстракції твердих зразків [11,12]. Принцип цієї методики заснований на мінливості діелектричних властивостей води. За кімнатної температури вода дуже полярна з діелектричною проникністю близько 80. Оскільки вода нагрівається під тиском, щоб зберегти свій рідкий стан, діелектрична проникність зменшується так, що при 250°C діелектрична проникність становить близько 27 [13].

Основний процес є відносно простим із резервуаром для води, з'єднаним з насосом високого тиску, який вводить розчинник у систему, піч, у якій розміщено екстракційну комірку з обмежувачем або клапаном для підтримки тиску. Екстракти збираються у флакон на кінці екстракційної системи, який можна швидко охолодити для стабілізації видаленої біоактивної речовини [14].

Екстракція субкритичною водою виявилася дуже ефективним



альтернативним методом концентрації біологічно активних речовин, таких як антиоксиданти, лігнани та антокваніни, з природних матеріалів [15-16].

Wang, Y. et al. (2019) використовували субкритичну воду для вилучення лігнанів із цільного насіння льону. У той час як максимальна кількість лігнанів та інших білкових біологічно активних речовин була екстрагована при 160 °С і 5,2 МПа, найбільш концентровані екстракти лігнанів і фенольних сполук (на основі сухої маси) були отримані при нижчій температурі 140 °С і 5,2 МПа. Іншими факторами, що впливають на швидкість вилучення, були вищі швидкості потоку та глибина шару [17].

На швидкість та якість процесу екстрагування також впливає механізм вилучення БАВ – статичне та динамічне екстрагування [18].

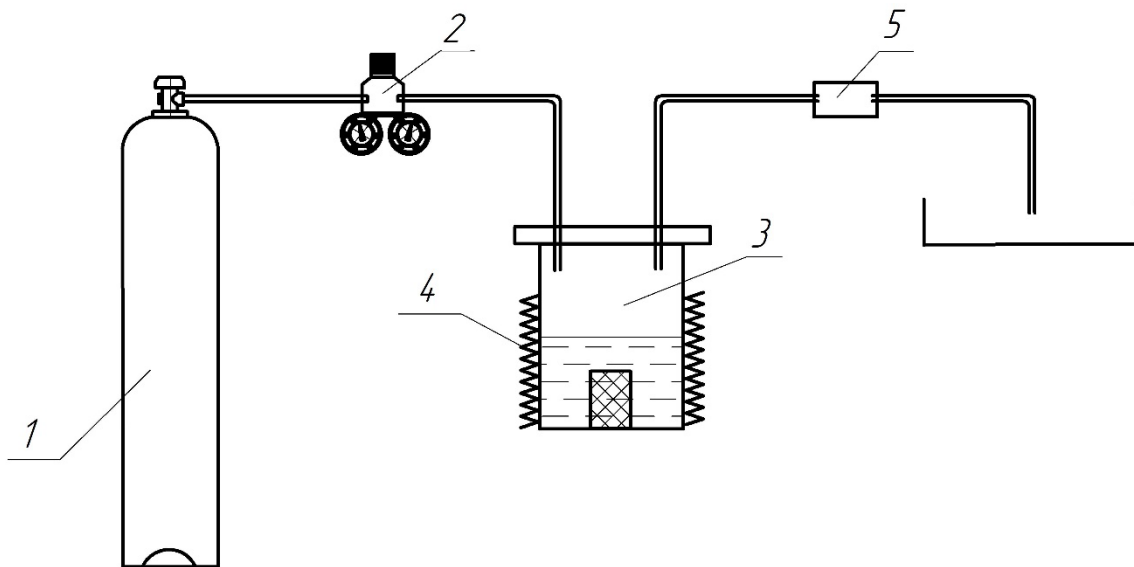
Формулювання цілей статті. Визначити основні параметри технологічного процесу екстрагування рослинної сировини субкритичною рідиною, їх кількісні показники та вибір і застосування засобів автоматизованого керування цими параметрами для забезпечення керованості і повторюваності процесу.

Основна частина. Автоматизована система керування апаратами для екстрагування рослинної сировини субкритичною рідиною може різнитися в залежності від типу устаткування.

Існує два типи обладнання для проведення процесу екстрагування рослинної сировини субкритичною рідиною. Перший тип - це обладнання для статичних систем екстрагування. Другий тип – системи динамічного екстрагування. Такі системи ще називають «системами безперервного потоку». Розглянемо схеми цих процесів, апарати і параметри, які необхідно забезпечити для керованості процесу отримання екстракту. Саме дотримання цих складових дозволить проводити направлений, керований технологічний процес екстрагування і отримувати необхідні екстракти з рослинної сировини.

На рисунку 1 представлена схема установки для проведення статичної екстракції з рослинної сировини субкритичною рідиною.

Установка для проведення статичної екстракції складається із ємності 1 в якій міститься рідина для екстрагування під тиском. Через редуційний клапан 2 рідина подається по трубопроводу у реактор 3, де відбувається сам процес екстракції. Реактор 3 має нагрівальні елементи 4 для нагрівання рідини і рослинної сировини, яка підлягає екстрагуванню. Реактор обладнаний запобіжним клапаном 5, який контролює максимальний тиск і запобігає його перевищення. В залежності від додаткових можливостей, реактор може бути обладнаний системою перемішування, наприклад, магнітною мішалкою.



1 – ємність для субкритичної рідини під тиском; 2 – редукційний клапан; 3 – реактор; 4 – нагрівальні елементи; 5 – запобіжний клапан.

Рисунок 1. Схема установки для проведення статичної екстракції з рослинної сировини субкритичною рідиною

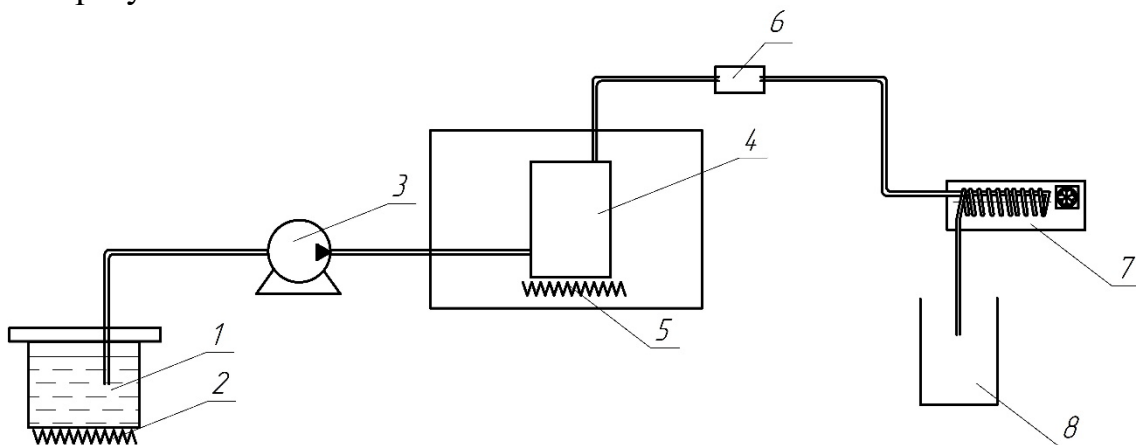
Також для інтенсифікації процесу екстрагування, можуть бути використані і інші додаткові пристрої, наприклад, ультразвукові хвилі тощо. Основними параметрами при використанні такої статичної установки є тиск P , температура T рідини, яка використовується для екстрагування і час t , протікання самого процесу. Саме автоматичне регулювання, підтримання необхідного тиску і температури дозволить керувати процесом екстрагування. Для підтримання необхідного тиску в системі є необхідність його контролювати датчиком тиску. З цією метою між редукційним клапаном 2 і реактором 3 необхідно передбачити такий датчик. В якості датчика тиску необхідно використовувати прилад, який перетворює величину тиску в електричний струм. Існує достатньо велика кількість таких перетворювачів, для прикладу, можна використати датчик тиску KELI P3400. Такий датчик дозволяє перетворювати тиск від 0 до 400 бар в електричний струм від 4 до 20 мА або в напругу від 0 до 10 В. Для регулювання тиску використовують реле тиску. Наприклад, можна використовувати автоматичне реле тиску MBC5000 (Danfoss, Польща). Такі реле тиску можуть керувати тиском до 400 бар. Реле тиску в схемі ставиться на місці редукційного клапану 2, згідно рис.1. Працює реле тиску від напруги 250 В і струму 0,5А. Корпус виготовляють із сплаву AlMgSi. Датчик тиску KELI P3400 і реле тиску MBC5000 розраховані для роботи в апаратах із субкритичною рідиною – водою. Для води, як відомо, критична температура може досягати до 374°C, при цьому, щоб

вода була в рідкому агрегатному стані, необхідно підтримувати тиск до 220 бар. Якщо в системі екстрагування використовується інша рідина, наприклад N_2 , CO_2 , то відповідно критична температура і тиск будуть зменшені.

Другий параметр, який необхідно регулювати – це температура T . Вимірювання температури можливе за допомогою датчиків – термопара К-типу. Такі термопари можуть вимірювати температуру в діапазоні до $1000^{\circ}C$ і вище із роздільною здатністю $0,1^{\circ}C$ і похибкою $\pm 0,75^{\circ}C$. Регулювання проводять шляхом увімкнення, для збільшення температури, і відключення, для зменшення температури, нагрівальних електричних елементів 4 (ТЕНів), згідно рис.1.

Загальне керування регулятором тиску та нагрівальними ТЕНами можуть виконувати комунікаційні прилади, які відносяться до групи реле, що програмуються. Наприклад, до таких реле можна віднести прилади ОВЕН серії ПР1хх, які програмуються в середовищі OWEN Logic. Такі прилади під'єднуються до комп'ютера через USB порти та проводиться програмування на керування відповідними технічними параметрами (температура, тиск). До приладів ОВЕН під'єднуються датчики і безпосередньо об'єкти регулювання (електричні ТЕНи, реле тиску). Під час проведення процесу екстрагування, прилад серії ПР1хх виконує автоматичне регулювання тиску і температури, а також часу виконання всього процесу екстрагування.

На рисунку 2 представлена схема установки для динамічного екстрагування.



1 – ємність з рідиною для екстрагування; 2,5 – електричні ТЕНи; 3 – насос високого тиску; 4 – реактор; 6 – дросель; 7 – охолоджувач; 8 – ємність для збору екстракту

Рисунок 2. Схема установки для проведення динамічного екстрагування рослинної сировини субкритичною рідиною

Установка для проведення динамічного екстрагування



складається із ємності з рідиною для екстрагування 1, яка попередньо підігривається за допомогою електричних ТЕНів 2. Далі рідина для екстрагування насосом високого тиску 3 подається до реактора 4, в якому розміщено рослинну сировину для екстракції. Реактор нагрівають до температури екстрагування T . Насос 3 забезпечує тиск P для протікання процесу екстрагування. Тиск P регулюється дроселем 6. Потік рідини в субкритичному стані проходить через рослинну сировину, розчиняє продукти екстрагування, проходить через охолоджувач 7 і збирається у ємності 8. Процес динамічного екстрагування проходить за певний період часу t , екстракт зібраний в ємності 8 піддають додатковій обробці для відділення його від рідини. Основними параметрами, які впливають на процес екстрагування є тиск P , температура T і час протікання самого процесу t . Ці параметри аналогічні, як і для систем із статичною схемою екстрагування. Реактор, для динамічної схеми екстрагування, має систему нагріву і систему забезпечення відповідного тиску, які регулюються відповідно автоматичним обладнанням, яке наведено для схеми статичного екстрагування.

Висновки. У роботі вперше запропоновано підхід щодо складання схем установок динамічного і статичного екстрагування рослинної сировини субкритичною рідиною, які мають схожі системи автоматизованого керування технологічним процесом. Такі установки забезпечуються реле, що програмується - приладами автоматизованого керування. Як приклад, використання реле - ОВЕН серії ПР1хх. Основними елементами для визначення температури є термопара К-типу, які забезпечують вимірювання температури до 1000°C і вище із роздільною здатністю $0,1^{\circ}\text{C}$ і похибкою $\pm 0,75^{\circ}\text{C}$. Для визначення тиску використовують датчики тиску, які перетворюють величину тиску в електричний струм. Як приклад, можна використовувати датчик тиску KELI P3400, який може вимірювати тиск до 400 бар. Регулювання тиску і температури проводиться реле, що програмується за допомогою реле тиску і електричних ТЕНів. Як приклад, можна використовувати реле тиску MBC5000 (Danfoss, Польща), яке може регулювати тиск до 400 бар. Використання автоматизованої системи керування процесу екстрагування з рослинної сировини в апаратах з субкритичною рідиною дозволить проводити контроль над процесом, можливість повторювати процес із заданими параметрами, що в кінцевому підсумку підвищить якість самого процесу екстрагування та отримання гарантованого результату.

Список використаних джерел

1. Ballesterosa L. F., Cerqueira M. A., Teixeira J. A., Mussatto S. I. Characterization of polysaccharides extracted from spent coffee grounds by



- alkali pretreatment: *Carbohydrate Polymers*, 2015. Vol. 127. Pp. 347–354.
2. Потапов В. О., Мартинець І. С. Експериментальне визначення масообмінних характеристик харчової сировини. *Прогресивні техніка та технології харчових виробництв, ресторанного господарства і торгівлі.*: зб.наук. праць. X., 2009. Вип. 2 (10). С.453–458.
 3. Andradea K. S., Goncalvez R. T., Maraschinb M., Ribeiro-do-Vallec R. M., Martínez J., Ferreiraa S. R. S. Supercritical fluid extraction from spent coffee grounds and coffee husks: *Antioxidant activity and effect of operational variables on extract composition. Talanta*, 2012. Vol. 88. Pp. 544–552.
 4. Chan C.-Hung, Lima J.-J., Yusoff R., Ngho G.-C. A generalized energybased kinetic model for microwave-assisted extraction of bioactive compounds from plants: *Water Environment Research*, 2015. Vol. 88, No. 10. Pp. 1192–1229.
 5. Bhuyan D. J., Vuong Q. V., Chalmers A. C., van Altena I. A., Bowyer M.C., Scarlett C.J. Microwave-assisted extraction of Eucalyptus robusta leaf for the optimal yield of total phenolic compounds: *Industrial Crops and Products*, 2015. Vol. 69. Pp. 1-10.
 6. Liu F., Hou R.-H., Liao S.-T., Zou Y.-X., Xiao G.-S. Optimisation of Ultrasonic-Microwave-Assisted Extraction Conditions for Polysaccharides from Mulberry (*Morus atropurpurea* Roxb) Leaves and Evaluation of Antioxidant Activities in vitro: *Med chem*, 2015. Vol. 5. No 2. Pp. 090–095.
 7. Чайка О. І. Експериментальні дослідження екстрагування з рослинної сировини методом дискретно-імпульсного введення енергії. *Наукові праці ОНАХТ Міністерство освіти і науки України*. Одеса, 2012. Вип. 41, том 1. С. 48–51.
 8. Іваницький Г. К. Дослідження впливу кавітаційного механізму при пульсаційному екстрагуванні рослинної сировини. *Наукові праці ОНАХТ Міністерство освіти і науки України*. Одеса, 2014. Вип. 45, том 2. С. 112–115.
 9. Зав'ялов В. Л., Малезик І. Ф. Дослідження зовнішнього масообміну в умовах віброекстрагування із рослинної сировини. *Наукові праці ОНАХТ*, 2012. Вип. 41, том 1. С. 95–98.
 10. Зав'ялов В. Л. Аналітичне дослідження масоперенесення при безперервному віброекстрагуванні із рослинної сировини. *Наукові праці НУХТ*, 2013. Вип. 53. С. 132–139.
 11. Ko MJ., Nam NH., Chung, MS. Subcritical water extraction of bioactive compounds from *Orostachys japonicus* A. Berger (Crassulaceae): *Sci Rep* 10, 2020. P.10890. <https://doi.org/10.1038/s41598-020-67508-2>
 12. Сукманов В. О. Дослідження процесу екстрагування виннокислих сполук із виноградних вичавок субкритичною водою. *Наукові праці Національного університету харчових технологій*, 2017. Том 23, Вип. 5(2). С. 63–74.



[http://nbuv.gov.ua/UJRN/Npnukht_2017_23_5\(2\)](http://nbuv.gov.ua/UJRN/Npnukht_2017_23_5(2)) 10.

13. Ko M. J., Kwon H. L., Chung M. S. Pilot-scale subcritical water extraction of flavonoids from satsuma mandarin (*Citrus unshiu* Markovich) peel: *Innov. Food Sci. Emerg.*, 2016. Vol. 38. Pp.175–181.

14. Ko, M. J., Lee, J. H., Nam, H. H. & Chung, M. S. Subcritical water extraction of phytochemicals from *Phlomis umbrosa* Turcz.: *Innov. Food Sci. Emerg.*, 2017. Vol. 42. Pp.1–7.

15. Wang, Y. et al. Biorefinery process for production of bioactive compounds and bio-oil from *Camellia oleifera* shell: *Int. J. Agric. Biol. Eng.*, 2019. Vol.12. Pp. 190–194.

16. Wang, D. et al. Anticancer activity and mechanism of total saponins from the residual seed cake of *Camellia oleifera* Abel. in hepatoma-22 tumor-bearing mice: *Food Funct.*, 2019. Vol. 10. Pp. 2480–2490.

17. Cheigh, C. I., Yoo, S. Y., Ko, M. J., Chang, P. S. & Chung, M. S. Extraction characteristics of subcritical water depending on the number of hydroxyl group in flavonols: *Food Chem.*, 2015. Vol. 168. Pp.21–26.

18. Cvjetko Bubalo, M., Vidović, S., Radojčić Redovniković, I., Jokić, S. “New perspective in extraction of plant biologically active compounds by green solvents”: *Food and Bioproducts Processing*, 2018. Vol.109. Pp. 52-73. <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2018.03.001>

Стаття надійшла до редакції 14.01.2023 р.

O. Radchuk, M. Savchenko-Pererva
Sumy National Agrarian University

AUTOMATED CONTROL SYSTEM FOR PLANT RAW MATERIAL EXTRACTION DEVICES SUBCRITICAL LIQUID

Summary

The article formulates the use of an automated control system for devices for extracting plant raw materials with subcritical water, which includes an extractor. The article discusses two types of equipment for the technological process of extracting plant raw materials with a subcritical liquid. The first type is equipment for static extraction systems, the second type is dynamic extraction systems. A feature of the process of extracting plant raw materials is that the physical properties of raw materials change significantly during the extraction process, which significantly affects all stages of the technological process. For each type of equipment, the main parameters of the technological process are determined - the pressure and temperature of the subcritical fluid. To determine the pressure, pressure sensors are used, which convert the pressure value into an electric current. When using water as a subcritical fluid, the maximum nominal pressure is 220 bar and the temperature can be 374 °C. For automated control of these parameters, the KELI P3400 pressure sensor and MBC5000 pressure switch, K-type thermocouple and heating elements (heaters) that provide temperature measurement up to 1000°C and above with a resolution of 0.1°C are proposed. and with an error of ±0.75°C. The general control of the pressure regulator and heaters is carried out by the



OWEN PR1xx series relay, programmed in the OWEN Logic environment. The application of the proposed automated control system for devices for extracting vegetable raw materials with a subcritical liquid allows you to control the process by setting certain parameters of pressure and temperature and repeating this process a certain number of times, which will ultimately increase the quality of the extraction process and lead to a guaranteed result.

Key words: apparatus for extraction, subcritical fluid, pressure, temperature, plant material, sensor, relay.