

Карпатський національний університет імені Василя Стефаника

Факультет природничих наук

Кафедра хімії

ДИПЛОМНА РОБОТА

на здобуття першого (бакалаврського) рівня вищої освіти
на тему:

«ГІДРОДИСТИЛЯЦІЯ ЯК СУЧАСНИЙ МЕТОД В ЕКСТРАКЦІЇ ЕФІРНИХ ОЛІЙ»

Студентки: IV курсу, групи X-41

Спеціальності: 102 Хімія

Корпан Л.-Р. В.

Керівник: доцент кафедри, к.т.н.

Федорченко С.В.

Національна шкала:

Університетська шкала:

Оцінка ECTS:

Члени комісії:

_____ (підпис) _____ (прізвище та ініціали)

_____ (підпис) _____ (прізвище та ініціали)

_____ (підпис) _____ (прізвище та ініціали)

Корпан Л.-В. В. “Гідродистиляція як сучасний метод в екстракції ефірних олій”. – Дипломна робота за спеціальністю **102 – “хімія”**. – Карпатський національний університет ім. Василя Стефаника. – Івано-Франківськ, 2025. – 65 с.

Дипломна робота є науковим дослідженням, що охоплює сучасні підходи до отримання ефірних олій із рослинної сировини, зокрема методами мікрохвильової дистиляції. У літературному огляді детально розглянуто основні принципи, переваги та ефективність цієї інноваційної технології. Мікрохвильова екстракція довела свою високу результативність у виділенні летких сполук, збагачених біологічно активними речовинами, що робить її перспективною альтернативою традиційним методам.

Особлива увага у дослідженні приділена ефірній олії базиліку, яка вирізняється вираженими антибактеріальними та протизапальними властивостями. Завдяки своєму природному складу й терапевтичному потенціалу, вона широко застосовується в ароматерапії, косметології та фармацевтиці. Її популярність на глобальному ринку зумовлена високим попитом на натуральні, екологічно безпечні компоненти серед споживачів.

У практичній частині дослідження було проведено порівняльний аналіз ефективності різних способів екстракції ефірних олій за вмістом поліфенолів. Експериментальні результати підтвердили переваги сучасних методів, зокрема мікрохвильової дистиляції, над традиційними технологіями, що засвідчує їх доцільність для подальшого застосування в промислових умовах.

Структурно дипломна робота складається з трьох розділів, висновків та списку використаних джерел. Загальний обсяг дослідження становить 65 сторінок, а бібліографія включає 40 найменувань наукових та фахових джерел.

Ключові слова: ефірна олія, екстракція, гідродистиляція, *Ocimum basilicum* L., мікрохвильова екстракція без розчинників, ароматні трави; зелена хімія; ефірні масла, поліфеноли.

Зміст

ВСТУП	7
РОЗДІЛ 1.....	9
ЕКСТРАКЦІЯ ЗА ДОПОМОГОЮ МІКРОХВИЛЬ	9
1. Сучасні методи екстракції біоактивних сполук.....	9
1.1. Розробка методик МАЕ	11
1.2.1. Екстракція з використанням мікрохвильової печі, захищена азотом (NPMAE)	13
1.2.2. Вакуумна мікрохвильова екстракція (VMAE)	13
1.3. Ультразвукова мікрохвильова екстракція (UMAE).....	14
1.4. Динамічна мікрохвильова екстракція (DMAE).....	15
1.5. Мікрохвильова екстракція без розчинників (SFME).....	15
1.6. Налаштування приладів та обладнання МАЕ.....	16
1.7. Фактори, що впливають на продуктивність МАЕ	18
1.7.1. Природа розчинника та співвідношення розчинника	19
1.7.2. Потужність мікрохвиль і температура екстракції.....	24
1.7.3. Час і цикл екстракції	25
1.7.4. Матрична характеристика рослин	26
1.7.5. Ефект перемішування	27
1.7.6. Оптимальні умови експлуатації.....	27
1.8. Загальні процедури МАЕ	29
1.8.1. Пробопідготовка.....	29
1.8.2. Процедури вилучення	29
1.8.3. Методичні рекомендації щодо вибору методик МАЕ.....	31
1.9. Висновки до першого розділу	32
РОЗДІЛ 2.....	34
МЕТОДИКИ ОТРИМАННЯ ЕФІРНОЇ ОЛІЇ БАЗИЛІКУ	34
2.1. Інноваційні підходи до вилучення ефірних олій з ароматичних рослин	34
2.2. Ефективність та екологічність SFME у видобутку ефірної олії з базиліка..	37
2.3. Загальні відомості про базилік.....	40
2.3.1. Склад ефірної олії.....	43
2.3.2. Хімічний аналіз компонентів ефірної олії.....	44
2.3.3. Газова хромато-мас-спектрометрична ідентифікація	47

2.4. Екстракція ЕО з базилика	48
2.5. Апаратура та методика мікрохвильової і звичайної гідродистиляції.....	50
2.6. Вартість, енергія та екологія навколишнього середовища	53
2.7. Результати та їх обговорення.....	55
2.7.1. Вихід і час екстракції.....	55
2.7.2. Порівняння експериментальних результатів екстракції ЕО базилика	56
2.8. Висновки до другого розділу	57
РОЗДІЛ 3.....	59
ВИЗНАЧЕННЯ ПОЛІФЕНОЛІВ	59
3.1. Загальні відомості про фенольні сполуки.	59
3.2. Приготування реактивів для визначення фенольних сполук методом Фоліна-Чокальтьо	60
3.3. Побудова калібрувальної кривої для визначення концентрації фенольних сполук	60
3.4. Обробка результатів.....	63
ВИСНОВКИ.....	65

Перелік умовних позначень

TZD- тiazолідиндіон;

PSE- екстракція розчинником під тиском;

VMAE- вакуумна мікрохвильова екстракція;

NPMAE- мікрохвильова екстракція з захистом азоту;

DMAE- динамічна мікрохвильова екстракція;

HRE- екстракція тепловим зворотним холодильником

ВСТУП

Актуальність теми. Ефірні олії — це високоцінні продукти рослинного походження, що широко використовуються в харчовій, косметичній, фармацевтичній промисловості, а також у медицині завдяки своїм біологічно активним властивостям. Одним із перспективних напрямів у дослідженні ефірних олій є оптимізація методів їх екстракції з метою підвищення виходу та збереження термолабільних компонентів. Серед сучасних методів особливе місце посідає гідродистиляція, яка дає змогу ефективно вилучати ефірні сполуки з рослинної сировини без застосування органічних розчинників.

У даній роботі було розглянуто два методи гідродистиляції: традиційний метод із використанням апарата Сокслетта та інноваційний підхід — мікрохвильова гідродистиляція, яка дозволяє значно скоротити час процесу та підвищити енергоефективність. Для порівняльного аналізу було обрано екстракти з бази́ліку (*Ocimum basilicum* L.) — рослини, відомої високим вмістом ефірних олій та поліфенольних сполук, які демонструють антиоксидантну, протизапальну та антимікробну активність.

Дослідження спрямовано на порівняння ефективності методів гідродистиляції та встановлення зв'язку між методом екстракції та якісно-кількісними характеристиками отриманого екстракту.

Метою дипломної роботи є порівняльна оцінка ефективності традиційної гідродистиляції та мікрохвильової гідродистиляції при вилученні ефірних олій з бази́ліку, а також визначення вмісту поліфенольних сполук в отриманих екстрактах.

Завдання дослідження:

1. Провести екстракцію ефірних олій із бази́ліку двома методами:
 - класичною гідродистиляцією в апараті Сокслетта;
 - мікрохвильовою гідродистиляцією.

2. Визначити кількісний вміст поліфенольних сполук у кожному з отриманих екстрактів за допомогою спектрофотометричного методу з використанням реагенту Фоліна-Чокальтьо.
3. Побудувати калібрувальну криву для галоїк кислоти як стандарту поліфенолів.
4. Порівняти ефективність обох методів екстракції за виходом цільових компонентів та вмістом поліфенолів.
5. Надати загальну оцінку доцільності використання мікрохвильової гідродистиляції як сучасної альтернативи класичному методу вилучення ефірних олій.

Об'єктом дослідження є ефірні олії та поліфенольні сполуки, що містяться в рослинній сировині базиліку (*Ocimum basilicum* L.), а також методи їх екстрагування.

Предметом дослідження є вплив різних методів гідродистиляції (традиційної та мікрохвильової) на ефективність вилучення ефірних олій та вміст поліфенольних сполук у екстрактах базиліку.

РОЗДІЛ 1.

ЕКСТРАКЦІЯ ЗА ДОПОМОГОЮ МІКРОХВИЛЬ

1. Сучасні методи екстракції біоактивних сполук

Екстракція розчинником інтенсивно використовується для виділення важливих сполук, а також для якісного та кількісного аналізу в різних галузях, таких як аналіз навколишнього середовища, аналіз продуктів харчування та сільського господарства, фармакологічні препарати та фітотерапія. Останнє, зокрема, привернуло інтерес багатьох дослідників до заміни синтетичних ліків альтернативною медициною, оскільки перше часто призводить до небажаних вторинних ефектів. Одним із прикладів є тіазолідиндіон (TZD), який зазвичай використовується при лікуванні цукрового діабету 2 типу, він спричиняє набряки, аномальну затримку води в організмі та підвищує ризик ішемічної хвороби серця та інфарктів. [1]. Навпаки, активні інгредієнти, отримані з рослин, таких як кверцетин і кемферол, мають гіпоглікемічний ефект, який можна застосовувати для лікування діабету з мінімальними побічними ефектами. [2,3].

Екстракція є основним етапом отримання сирого екстракту з рослин. Потім отриманий екстракт підлягає подальшому аналізу та ідентифікації його активних компонентів. Звичайні методи екстракції включають замочування, мацерацію, перколяцію водою, екстракцію Сокслета тощо. Ці методи зазвичай вимагають тривалого часу екстракції, що включає ризик термічної деградації термолабільних активних сполук [4].

За останнє десятиліття були представлені та досліджені різні новітні методи екстракції, більшість з яких вважалися кращими з точки зору ефективності, часу екстракції та витрати розчинника. [5–7]. Доступними новими методами є екстракція за допомогою мікрохвиль (MAE), екстракція надкритичною рідиною (SFE) і екстракція розчинником під тиском (PSE). Екстракція за допомогою мікрохвиль зокрема привернула значну увагу дослідників у різних галузях, зокрема дослідження лікарських рослин, завдяки

спеціальний механізм нагрівання, помірні капітальні витрати та хороша продуктивність в атмосферних умовах [8–10].

Мікрохвильова піч - це електромагнітна хвиля. Вона складається з електричного та магнітного полів, які коливаються перпендикулярно одне одному в діапазоні частот від 0,3 до 300 ГГц. Мікрохвилі можуть проникати в певні матеріали та взаємодіяти з полярними компонентами для генерування тепла. Нагрівання мікрохвильової енергії діяло безпосередньо на молекули шляхом іонної провідності та обертання диполя [8] і, отже, лише селективні та цільові матеріали можна нагрівати на основі їх діелектричної проникності. Ефективність мікрохвильового нагрівання залежить від коефіцієнта розсіювання матеріалу, $\tan \delta$, який вимірює здатність зразка поглинати мікрохвильову енергію та розсіювати тепло до навколишніх молекул, як задано рівнянням.

загар $\gamma = \delta$

δ (1) де ϵ це діелектричні втрати, які вказують на ефективність перетворення мікрохвильової енергії в тепло, а ϵ діелектрична проникність, яка вимірює здатність матеріалу поглинати мікрохвильову енергію.

Швидкість перетворення електричної енергії в теплову енергію в матеріалі описується рівнянням. (2) [12]

$$P = K \cdot f \epsilon I^2 \text{ діагностика (2)}$$

де P — мікрохвильова потужність, що розсіюється на одиницю об'єму,

K — константа,

f — прикладена частота,

ϵ — абсолютна діелектрична проникність матеріалу,

E — напруженість електричного поля, $\tan \delta$ — тангенс діелектричних втрат.

Мандал та ін. [11] вважав, що МАЕ має багатообіцяюче майбутнє в дослідженні лікарських рослин, і зазначив, що метод має потенціал для подальшого розвитку та, можливо, масштабування, незважаючи на деякі недоліки, пов'язані з МАЕ, такі як вимога додаткового етапу очищення для видалення розчинника з матриць зразків і обмеження застосування лише

полярного розчинника в системі [13]. Крім основної закритої системи та відкритої системи МАЕ, були розроблені різні модифіковані МАЕ, такі як вакуумна мікрохвильова екстракція (VMAE), мікрохвильова екстракція з захистом азоту (NPMAE), ультразвукова мікрохвильова екстракція (UMAE) і динамічна мікрохвильова екстракція (DMAE). Очевидно, що техніка МАЕ постійно вдосконалювалася протягом останнього десятиліття, коли було введено багато модифікацій для підвищення її продуктивності.

Інші огляди наголошують на основній інформації щодо використання МАЕ для вилучення активних сполук із рослин [11] і відповідне обладнання, що використовується для цієї мети [14]. Однак жоден із цих оглядів не містить адекватних деталей методології МАЕ. Таким чином, цей огляд спрямований на те, щоб надати розуміння методів МАЕ, їх вдосконалення, налаштування обладнання, процедур екстракції, важливих умов роботи та ефективності різних методів МАЕ. В огляді висвітлюється технологія та унікальність кожного методу МАЕ з його застосуванням і недоліками. Зацікавлені сторони можуть покладатися на корисну інформацію, представлену в цьому огляді, для вибору найбільш підходящої методики екстракції для відповідних цільових сполук.

1.1. Розробка методик МАЕ

Загалом системи МАЕ класифікуються на багаторежимні системи та системи зосередженого режиму (мономоди). Багаторежимна система дозволяє випадково розсіювати мікрохвильове випромінювання в порожнині за допомогою модової мішалки, тоді як сфокусована система (мономодна) дозволяє сфокусувати мікрохвильове випромінювання в обмеженій зоні в порожнині. Зазвичай багаторежимна система пов'язана з високим тиском, тоді як монорежимна система використовується при атмосферному робочому тиску. Однак монорежимна система також може працювати при високому тиску. Щоб уникнути плутанини в класифікації МАЕ, «закрита система» та «відкрита система» використовуються для позначення системи, яка працює вище атмосферного тиску та під атмосферним тиском відповідно [13,14]. Для

подальшого розуміння закритої системи та відкритої системи схематичні діаграми проілюстровано в Рис. 1.

У закритій системі МАЕ екстракції проводяться в герметичній посудині з різним режимом мікрохвильового випромінювання. Екстракцію зазвичай проводять при рівномірному мікрохвильовому нагріванні. Високий робочий тиск і температура системи дозволяють швидко і ефективно відкачувати. Тиск всередині екстракційної ємності регулюють таким чином, щоб він не перевищував робочий тиск ємності, тоді як температуру можна регулювати вище нормальної точки кипіння екстракційного розчинника. Нещодавні досягнення в закритій системі призвели до розробки мікрохвильової екстракції високого тиску (HPMAE). Підвищення температури та тиску прискорює екстракцію за допомогою мікрохвиль завдяки здатності екстракційного розчинника поглинати мікрохвильову енергію [15]. Незважаючи на те, що закрыта система забезпечує швидко та ефективну екстракцію з меншим споживанням розчинника, вона чутлива до втрат летких сполук з обмеженою пропускною здатністю зразка.

Відкрита система розроблена для усунення недоліків закритої системи, таких як питання безпеки, і вважається більш придатною для вилучення термолабільних сполук. Ця система має вищу пропускну здатність зразків, і більше розчинника можна додати в систему в будь-який час під час процесу. В основному відкрита система працює в більш м'яких умовах. Його переваги та недоліки висвітлюють Луке-Гарсія та Луке де Кастро [14]. Відкрита система МАЕ широко використовується в екстракції активних сполук, а також використовується в аналітичній хімії. Ця система працює в атмосферних умовах, і тільки частина посудини піддається безпосередньому впливу мікрохвильового випромінювання (мономод). Верхня частина посудини з'єднана з дефлегматором для конденсації будь-якого випарованого розчинника. Крім того, багатомодове випромінювання може використовуватися і у відкритій системі МАЕ з дефлегматором.

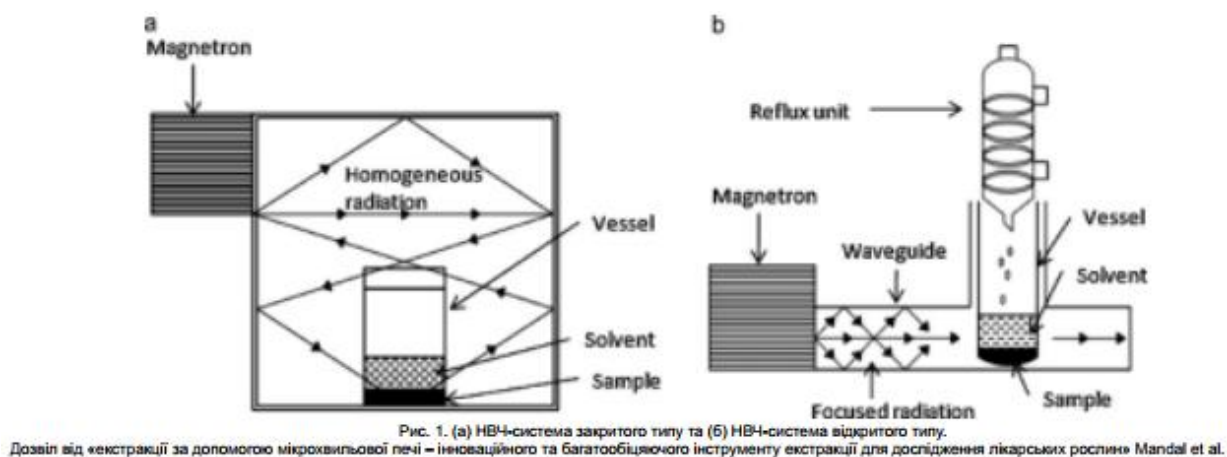


Рис. 1. (а) НВЧ-система закритого типу та (б) НВЧ-система відкритого типу.

Дозвіл від «екстракції за допомогою мікрохвильової печі – інноваційного та багатообіцяючого інструменту екстракції для дослідження лікарських рослин» Mandal et al. [11].

Низький вихід екстракції внаслідок термічної деградації та окислення деяких активних сполук призвів до розробки більш ефективних МАЕ.

1.2.1. Екстракція з використанням мікрохвильової печі, захищена азотом (NPMAE)

Окисленню активних сполук під час процесу екстракції можна запобігти за допомогою інертного газу під тиском, такого як азот [16,17] і аргон [18], в закритій системі. Отже, окислювані сполуки в інертних умовах призводять до більш високого виходу екстракції. Наприклад, екстракція з використанням мікрохвильової печі за допомогою азоту (NPMAE) використовує азот для створення тиску в екстракційній ємності. Цей метод використовувався для екстракції аскорбінової кислоти з гуави, жовтого перцю, зеленого перцю та кайенського перцю. [16]. Найвищий вихід екстракції був зареєстрований у NPMAE порівняно з типовою екстракцією МАЕ та Soxhlet завдяки захисній дії азоту, який запобігає окисленню активних сполук [16].

1.2.2. Вакуумна мікрохвильова екстракція (VMAE)

Екстракцію термічно чутливих сполук з використанням м'яких робочих умов, тобто низького тиску та температури, можна проводити за допомогою

вакуумної мікрохвильової екстракції (VMAE) [18,19]. Цей тип MAE покращує механізм масообміну, сприяючи дифузії активних сполук до розчинника через тиск всмоктування [19]. Ризики термічної деградації та окислення активних сполук можна мінімізувати за допомогою введення вакуумного тиску, оскільки це знижує відповідну температуру кипіння розчинника. Порівняння між VMAE і типовим MAE в екстракції вітаміну С з гуави і зеленого перцю; Вітамін Е з сої та листя чаю показав, що збільшення виходу екстракції VMAE порівняно з MAE в гуаві, зеленому перці, соєвих бобах та листі чаю становить 53%, 145%, 20% та 60% відповідно [19]. Стверджувалося, що низька врожайність, показана типовим MAE, пояснюється як термічною, так і окисною деградацією.

1.3. Ультразвукова мікрохвильова екстракція (UMAE)

Покращення механізму масообміну при екстракції може бути досягнуто за допомогою іншого типу MAE, відомого як ультразвукова мікрохвильова екстракція (UMAE). Додаткова ультразвукова хвиля, випромінювана UMAE, посилює механізм масообміну, оскільки комбіновані мікрохвильові та ультразвукові хвилі забезпечують високий імпульс і енергії для розриву рослинної клітини та елюції активних сполук до екстракційного розчинника [20]. В результаті екстракція відбувається з меншим часом екстракції та меншим споживанням розчинника. UMAE використовувався для вилучення різноманітних активних сполук, таких як лікопін, з томатів [21], рослинне масло [22] і полісахар їде [20] з різних рослин. При екстракції лікопіну з томатів час екстракції UMAE становив 6 хвилин із виходом 97,4% у порівнянні з 29 хвилинами та виходом 89,4% за допомогою екстракції за допомогою ультразвуку (UAE). У порівняльному дослідженні Chen et al. [20] між UMAE та звичайними методами, екстракція полісахаридів *Inonotus obliquus* за оптимальних умов UMAE підвищила вихід з 2,12% до 3,25%, а чистота становила 73,16% порівняно з 64,03%, раніше зареєстрованими традиційною екстракцією гарячою водою.

1.4. Динамічна мікрохвильова екстракція (DMAE)

Усі методи, розглянуті досі, мають окремий етап екстракції та етап аналізу. Обидва етапи працюють незалежно і вимагають високого досвіду оператора для збору та очищення екстракту перед аналізом. Процедура очищення займає багато часу, оскільки включає кілька кроків для концентрації екстракту. Це можна покращити, модифікувавши процес екстракції безперервним і автоматичним способом і поєднавши он-лайн з аналітичним етапом. У зв'язку з цим була розроблена динамічна мікрохвильова екстракція (DMAE), де як екстракцію, так і аналітичні етапи можна здійснити в один крок. [23–29].

DMAE забезпечує швидку екстракцію та меншу витрату розчинника порівняно зі звичайними методами, такими як екстракція рефлюксом та ультразвукова екстракція, про що повідомляється при екстракції флавоноїдів із листя *Platy cladus orientalis* [28] і *Herba epimedii* [27]. Завдяки псевдозрідженому стану системи екстракційний розчинник-зразок, DMAE сприяє швидкій передачі мікрохвильової енергії до екстракційного розчинника та зразка [30]. Потреба в циклі екстракції усувається і замінюється безперервною екстракцією. Таким чином, загальний час екстракції скорочується. Крім того, ризики втрати аналіту та забруднення також можуть бути мінімізовані, оскільки система працює безперервно в закритому та автоматизованому режимі. У порівнянні з MAE періодичного типу, MAE безперервного типу має здатність ефективно витягувати активні сполуки, не спричиняючи погіршення [29]. Дослідження DMAE і типового MAE при екстракції сафлору жовтого з *Flos carthami* [23] і флавоноїди, тобто епімедін та ікаріїн з *H. epimedii* [27] показали, що обидва типи MAE прискорюють екстракцію та дають однакові результати екстракції. Однак DMAE протікає без підвищення або зниження тиску.

1.5. Мікрохвильова екстракція без розчинників (SFME)

З огляду на інші модифіковані MAE, мікрохвильова екстракція без розчинників (SFME) зазвичай використовується для екстракції ефірної олії, а вода може бути включена для екстракції цільових сполук. SFME значно скорочує

час екстракції порівняно зі звичайними методами від кількох годин до 20–30 хв для екстракції ефірної олії [31–33]. У випадку екстракції ефірної олії *Origanum glandulosum* екстракт за допомогою SFME дав найвищий вміст тимолу 81,1%, за ним йшов типовий екстракт МАЕ 65,4% і екстракт звичайної гідродистиляції (HD) 41,6%. Крім того, зберігається антимікробна активність тимолу, екстрагованого SFME [34]. У багатьох випадках на якість ефірної олії, отриманої звичайними методами, впливає окислення та гідроліз активних сполук через тривалий час екстракції та високий вміст води. Тому кращим вибором вважається ефірна олія, видобута SFME. Наприклад, ефірні олії, екстраговані SFME з базиліка, садової м'яти та чебрецю, є більш цінними порівняно з тими, що екстрагуються HD, оскільки присутні більші кількості кисневих сполук [35]. SFME можна покращити шляхом введення порошку карбонілового заліза. Покращений SFME може витягувати ефірну олію з *Cuminum cuminum* і *Zanthoxylum bungeanum* Maxim. за 30 хв порівняно зі звичайним SFME 50 хв, мікрохвильовою гідродистиляцією 90 хв і HD 180 хв [31].

У двох словах, модифіковані МАЕ та вдосконалені процедури екстракції є ефективними для МАЕ рослин, якщо серйозно враховувати умови експлуатації та інші важливі фактори.

1.6. Налагодження приладів та обладнання МАЕ

Швидкий розвиток процесів МАЕ спонукав різних постачальників надавати вдосконалені мікрохвильові системи та відповідні інструменти для процесу екстракції. Більшість доступних мікрохвильових витяжок є лабораторними системами на основі побутової мікрохвильової печі [36,37]. Деяке комерційне обладнання МАЕ розроблено відповідно до потреб конкретних вимог до видобутку. Наприклад, ультразвукова/мікрохвильова екстракторна система, модель CW-2000, розроблена компанією Xin Tuo (Китай), може витягувати лікопін з томатів. [21]. Деякі комерційні системи мікрохвильової екстракції та адаптація цих апаратів до процесів МАЕ підсумовані в Таблиця 1.

Комерційні мікрохвильові системи можуть перевищувати 1000 Вт 100% потужності з максимальною робочою температурою від 200 до 300 °С. Цього достатньо для вилучення активних сполук із рослин. Більшість комерційних мікрохвильових систем оснащено контролем температури з системою контролю та контролю тиску. У випадку моделі Ethos EX волоконно-оптичний датчик відстежує температуру системи 20 разів на секунду та контролює мікрохвильовий вихід у реальному часі за допомогою неімпульсного мікрохвильового нагрівального випромінювання. У відкритій системі часто включається рефлегматор для контролю тиску шляхом конденсації випарованої суміші зразків. Функції безпеки комерційної мікрохвильової системи включають систему скидання тиску, вибухозахищену ємність і дверцята камери, дверцята, що самозакриваються, і систему охолодження ємності.

Деякі модифіковані процеси МАЕ вимагають додаткових інструментів поверх комерційної системи. У випадку VMAE і NPMAE вакуумний насос і джерело азоту доповнюються, як показано на Рис. 2. Вакуумний насос використовується для забезпечення вакуумного тиску для VMAE, а також для видалення кисню перед тим, як азот надходить під тиск у посудину для NPMAE. Крім того, встановлено систему рефлюксу, щоб запобігти

створенню додаткового тиску під час процесу екстракції. У деяких NPMAE інертний газ стискається безпосередньо всередині екстракційної ємності, що містить суміш зразка та розчинника, і поміщається в мікрохвильову порожнину закритого типу. Для

UMAЕ, ультразвуковий звуковий перетворювач повинен бути встановлений таким чином, щоб хвиля могла поширюватися безпосередньо в екстракційну ємність мікрохвильової системи сфокусованого типу.

МАЕ також можна проводити за допомогою модифікованої побутової печі [38–41], однак ця техніка є менш ефективною порівняно з комерційною витяжкою, оскільки вона не має системи моніторингу процесу, такої як датчик температури та контроль тиску. Крім того, деякі з модифікованих процесів МАЕ

є відносно новими та потребують подальшого розвитку, тому мікрохвильова система, виготовлена на замовлення, є важливою для покращення продуктивності. Як і у випадку з DMAE, більшість інструментів виготовляються на замовлення. Схематична діаграма установки DMAE, розроблена Ченом і співробітниками [23,24,27,28] показано в Рис. 3. Ця система поєднує екстракцію MAE та аналіз ВЕРХ в один крок. Етап екстракції починається з розміщення посудини із зразком у резонансну порожнину, і розчинник циркулює через екстракційну петлю. Мікрохвильове нагрівання активується, коли швидкість потоку розчинника досягне сталого стану. Настроювальні гвинти в мікрохвильовому резонансі налаштовані для мінімізації відбитої потужності. Після завершення екстракції екстракт подається в петлю зразка. Потім розчинник змішується з рухомою фазою і переходить до аналітичного етапу. Інший тип DMAE з іншою установкою обладнання був розроблений Gao et al. [29].

Стверджується, що комерційні мікрохвильові системи є надійними та мають чудову систему моніторингу для всіх видів мікрохвильових процесів. Ці системи можна використовувати для аналітичних програм, а також для оптимізаційних досліджень MAE. Через високу вартість комерційної мікрохвильової системи можна змінити купольну піч або побудувати систему на замовлення. Однак модифікація побутової духовки може бути непридатною для досліджень оптимізації.

Після опису приладів і налаштування обладнання, фактори, включаючи умови експлуатації, які впливають на продуктивність MAE, будуть обговорені в наступному розділі.

1.7. Фактори, що впливають на продуктивність MAE

Ефективність MAE значною мірою залежить від вибору робочих умов і параметрів, що впливають на механізми екстракції та продуктивність. Факторами, які можуть впливати на продуктивність MAE, є природа розчинника, співвідношення розчинника та сировини, час екстракції, мікрохвильова

потужність, температура, характеристики зразка, ефект перемішування тощо. Важливо розуміти вплив і взаємодію цих факторів на МАЕ. процеси. Таким чином, у цьому розділі будуть висвітлені деякі факти та вказівки щодо вибору робочих умов, а також взаємодії між параметрами. Оптимальні умови експлуатації, засновані на різних дослідженнях, про які повідомляється в літературі, також підсумовуються.

1.7.1. Природа розчинника та співвідношення розчинника

Вибір відповідного розчинника в процесі екстракції МАЕ залежить від розчинності цільового аналіту, проникнення розчинника та взаємодії з матрицею зразка та його діелектричної проникності. Для деяких екстракцій бажано використовувати водний розчин певного органічного розчинника, оскільки присутність води покращить проникнення розчинника в матрицю зразка і, таким чином, підвищить ефективність нагрівання [40]. Інші органічні розчинники, такі як етанол, метанол і ацетон, також виявилися ефективними при екстракції. Наприклад, метанол використовувався для екстракції фенольних сполук із виноградної шкірки та насіння, і було отримано більший вихід поліфенолів порівняно з екстракцією за допомогою етанолу, але останній екстракт мав сильніші антиоксидантні властивості [17]. Токсичність розчинника також оцінюється при виборі відповідного розчинника для МАЕ. При екстракції олеанолової кислоти з *Gymnema sylvestre*, етанолінонетоксичного, тому було обрано на користь н-бутанолу, незважаючи на те, що останній має більший вихід [43].

Таблиця 1.

Комерційно доступна мікрохвильова система.

Модель	Компанія	Загальна програма	Адаптація до МАЕ	Features (особливості)
--------	----------	-------------------	------------------	---------------------------

Milestone Ethos EX	Milestone	Мікрохвильова екстракція	Закрита MAE, HPMAE	Закрита ємність, система охолодження, волоконно-оптичний моніторинг температури, контроль тиску
MicroSYNTH	—	Мікрохвильовий синтез	Закрита MAE, NPMAC	Закрита ємність, магнітна мішалка, прямий контроль температури та тиску, контроль надлишкового тиску
CEM MARS	CEM	Мікрохвильова екстракція, розщеплення	Закрита MAE	Закрита ємність, внутрішній контроль температури, регулювання тиску
Discover	CEM	Мікрохвильовий синтез	VMAE, NPMAC	Відкритий посуд, контроль температури та тиску
Star System	—	Мікрохвильове розщеплення	Відкрита MAE	Відкритий посуд, контроль температури зі зворотним зв'язком
Sineo MAS-I, MAS-II	Sineo	Мікрохвильовий синтез	Відкрита MAE, VMAE	Відкрита посудина, магнітна мішалка, контроль температури та моніторинг
MASTER	—	Мікрохвильова екстракція	Закрита MAE, HPMAE	Закрита ємність, контроль тиску, точний контроль

				внутрішньої температури
MDS-8, MDS-6, MDS-10	—	Мікрохвильове розщеплення	Закрита МАЕ, НРМАЕ	Закритий посуд, контроль тиску та температури

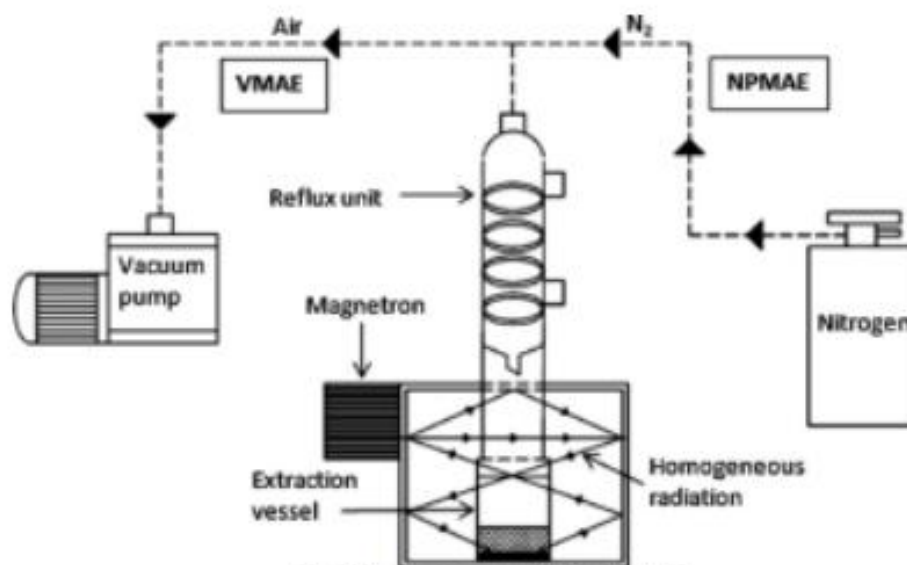


Рис. 2. Принципова схема ВМАЕ та НРМАЕ.

Рис. 2. Принципова схема ВМАЕ та НРМАЕ. Адаптовано з «захищеної азотом мікрохвильової екстракції аскорбінової кислоти з фруктів і овочів» Ю та ін. [16].

Загалом, етанол є, безумовно, найбільш використовуваним розчинником і хорошим поглиначем мікрохвиль, який підходить для вилучення багатьох активних сполук із рослин. [44].

Важливо зазначити, що вибір розчинника для МАЕ не можна зробити на основі звичайних методів екстракції, оскільки розчинники, які добре працюють у звичайних методах, можуть не бути хорошим розчинником для МАЕ. Наприклад, діетиловий ефір, який широко використовувався для розчинення стероїдів із родини Saxifragaceae, не підходить як розчинник МАЕ [45]. Однак до розчинника можна додати модифікатор, щоб підвищити його загальну ефективність. Воду додавали як модифікатор до діетилевого ефіру для підвищення ефективності мікрохвильового нагрівання при екстракції стероїдів з

Rodgersia aesculifolia Batal. [45]. Крім того, до поганого мікрохвильового поглинача, такого як гексан, можна додати етанол або воду, щоб підвищити ефективність екстракції, як у випадку екстракції імбиру методом МАЕ. [42]. Крім того, ацетон можна підвищити, додавши порцію метанолу в МАЕ куркуміну з *Curcuma longa* [46]. Іонні рідини кімнатної температури (RTIL) привертають увагу завдяки своїм відмінним властивостям розчинника: незначний тиск пари, широкий діапазон рідини, хороша термічна стабільність, регульована в'язкість, змішуваність з водою та органічним розчинником, хороша розчинність і екстракція для різних органічних сполук [47]. RTIL можуть покращити дефіцит традиційного органічного розчинника, такий як відсутність [38]. зареєстровані в літературі як екстракційні розчинники для МАЕ. RTIL є кращими для дорогоцінних сполук, що розкладаються, оскільки висока здатність розчинника може прискорити екстракцію та зменшити ризик надмірного впливу мікрохвильового нагрівання. Після того, як прийнято рішення про відповідний розчинник, необхідно визначити співвідношення його кількості та подачі, оскільки він у більшості випадків впливає на вихід екстракції. [21,51–53]. Оптимальне співвідношення розчинника та твердої речовини забезпечує однорідне та ефективне нагрівання. Надмірна кількість розчинника спричиняє погане мікрохвильове нагрівання, оскільки мікрохвильове випромінювання поглинається розчинником і потрібна додаткова потужність [43]. Низьке співвідношення розчинника в твердій речовині сприяє створенню бар'єру масопередачі, оскільки розподіл активних сполук зосереджено в певних областях, що обмежує рух сполук поза клітинною матрицею [43]. Крім того, співвідношення розчинника та живлення, а також розмір посудини справляють інтерактивний вплив на МАЕ, як стверджують Руан і Лі [54] при цьому комбінація факторів впливає на ефективність вилучення, особливо для закритої системи МАЕ. При такому самому співвідношенні розчинник/подача менша посудина має тенденцію створювати вищий внутрішній тиск молекулярної селективності, несприятлива ємність і дорогі схеми відновлення [48]. У

результаті іонні рідини були включені в МАЕ (IL-MAE), і вони виявилися більш ефективними у порівнянні зі звичайними екстракційними розчинниками порівняно з більшою посудиною, і, отже, вона може прискорити екстракцію, однак цей вибір не підходить для крихких активних сполук. Підсумовуючи, відношення розчинника до твердої речовини залежить від природи розчинника, яка пов'язана з його здатністю забезпечувати мікрохвильове нагрівання зразка, а також від рухливості екстрагованих сполук у самому розчиннику.

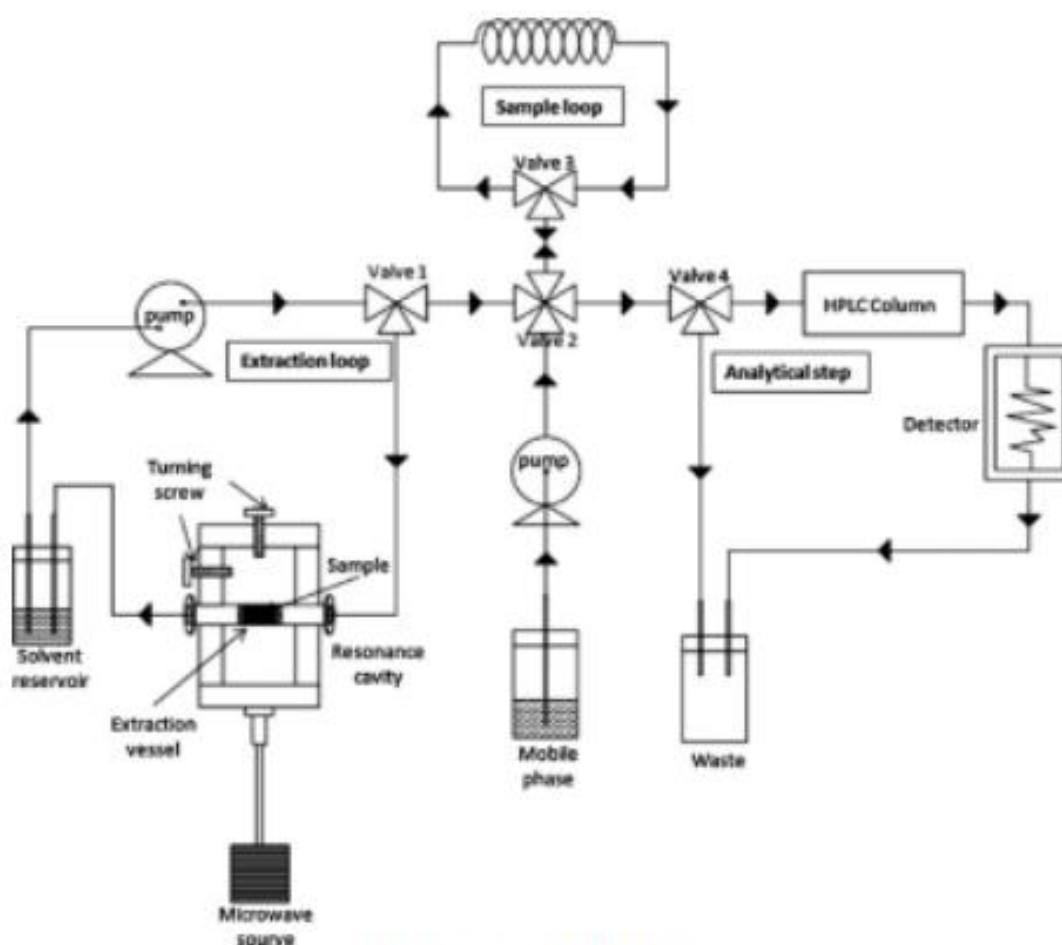


Рис. 3. Налаштування приладу ДМАЕ.

Рис. 3. Налаштування приладу ДМАЕ. Адаптовано з «он-лайн поєднання динамічної мікрохвильової екстракції з високоефективною рідинною хроматографією для визначення андрографоліду та дегідроандрографоліду в *Andrographis paniculata* nees» Chen et al. [24].

1.7.2. Потужність мікрохвиль і температура екстракції

Під час екстракції рослин висока мікрохвильова потужність може спричинити низький вихід екстракції через деградацію термочутливих сполук. Загалом, вихід екстракції збільшується пропорційно зі збільшенням мікрохвильової потужності до межі, перш ніж збільшення стане незначним або знизиться [43,55–57]. Мікрохвильова потужність забезпечує локалізоване нагрівання зразка і діє як рушійна сила для МАЕ, щоб руйнувати рослинну матрицю, щоб аналіт міг дифундувати та розчинятися в розчиннику. Збільшення потужності загалом покращить продуктивність екстракції та призведе до скорочення часу екстракції.

Оскільки сам по собі рівень потужності не дає достатньої інформації щодо поглиненої мікрохвильової енергії в систему екстракції, Альфаро та його колеги [42] ввів термін, відомий як щільність енергії, потужність на масу для даної одиниці часу, щоб дослідити вплив мікрохвильової потужності на МАЕ. Вони повідомили, що як тільки рослинна матриця буде зруйнована мікрохвильовим випромінюванням, активні сполуки будуть вивільнені. Більш високий рівень потужності не дає жодного внеску у дослідження взаємодії між мікрохвилями та екстракційним розчинником із зразком.

Температура та мікрохвильова потужність взаємопов'язані, оскільки висока мікрохвильова потужність може підвищити температуру екстракції системи. Підвищення температури призводить до збільшення здатності розчинника через падіння в'язкості та поверхневого натягу. [11]. Висока мікрохвильова потужність МАЕ, що перевищує оптимальну робочу потужність, знижує продуктивність екстракції, оскільки термочутливі сполуки ризикують термічно деградувати. При високій мікрохвильовій потужності 1000 Вт при екстракції флавоноїдів з коренів *Radix astragali*, Xiao та співавт. [55] виявили, що вихід екстракції зменшується, якщо температура екстракції була вищою за 110 °C через нестабільність флавоноїдів при цих температурах. Вони також

стверджували, що над вплив мікрохвиль спричинив би втрату флавоноїдів через термічне розкладання.

Вибір температури екстракції залежить від стабільності та виходу екстракції бажаної активної сполуки. У екстракції фенольного з'єднання з чаю улун Цубакі та співавтори [58] повідомили, що фенольний вміст екстракту збільшується з температурою екстракції, і було встановлено, що оптимальна температура становить 170 °. Подальше підвищення температури екстракції призвело до зниження виходу екстракції. Це підтверджує, що контроль температури екстракції для підтримки стабільності та досягнення високого виходу екстракту для бажаної активної сполуки є важливим для екстракції рослин.

1.7.3. Час і цикл екстракції

Окрім інтерактивного впливу на температуру, вплив мікрохвильової потужності можна поширити на час екстракції. Було виявлено, що надмірний вплив мікрохвильового випромінювання навіть при низькій температурі або низькій робочій потужності знижує вихід екстракції через втрату хімічної структури активних сполук [52,53]. Щоб уникнути ризику термічної деградації та окислення, час екстракції МАЕ зазвичай коливається від кількох хвилин до півгодини, за винятком мікрохвильової екстракції без розчинників (SFME), де необхідний довший час екстракції 1 год. для повного вилучення ефірної олії. За даними Wang et al. [31], подальше подовження часу екстракції не сприяє SFME, однак вилучені вуглеводні піддаються більшому ризику окислення та гідролізу. Дослідники продовжували пропонувати метод змішування порошків карбонільного заліза (CIP) із вологим зразком для поглинання мікрохвильової енергії екстракції. Цей метод може позбавитися попередньої обробки, а також ефективно скоротити час екстракції та зменшити вміст води в необхідному зразку [31].

Якщо потрібен довший час екстракції, ризик термічної деградації можна зменшити за допомогою циклу екстракції. Цим можна керувати, додавши свіжий

розчинник до залишку та повторивши етап екстракції, щоб забезпечити завершення екстракції. Чен та ін.[59] повідомили, що для оптимізації МАЕ тритерпеноїдних сапонінів з *Gano derma atrum* необхідні два цикли екстракції по 5 хв кожен, тоді як Yan et al.[60] виявив, що 3 цикли екстракції по 15 хвилин екстракції найкраще підходять для вилучення астрагалозидів з *R. astragali*. Загальна кількість необхідних циклів відрізняється від випадку до випадку, і це має бути виправдано, щоб заощадити загальний час екстракції та споживання розчинника для екстракції.

1.7.4. Матрична характеристика рослин

Крім умов експлуатації, розглянутих у вищезгаданих розділах, характеристики зразка також впливають на продуктивність МАЕ. Зразок екстракції зазвичай висушують, подрібнюють і просівають у дрібний порошок перед екстракцією для досягнення оптимального виходу екстракції. Занадто малий розмір частинок може спричинити труднощі у відділенні екстракту від залишку, тому, можливо, доведеться застосувати додаткові етапи очищення. Крім того, тонкий зразок, оброблений розчинником протягом 90 хвилин перед екстракцією, може підвищити ефективність нагрівання МАЕ, сприяти дифузії та покращити масоперенесення активних сполук до розчинника [61]. Однак у деяких із зареєстрованих випадків подовжений час попередньої обробки не покращив вихід екстракції, оскільки активні інгредієнти могли вимиватися з матриці зразка перед екстракцією [62]. Висушена матриця зразка, попередньо оброблена водою, сприяє локальному нагріванню мікрохвиль. Під час екстракції волога в матриці зразка нагрівається, випаровується та створює внутрішній тиск у клітині, який розриває клітини з вивільненням активних сполук і, отже, може бути покращено вихід екстракції [7]. Висновки, отримані на основі характеристик рослинної матриці, призвели до розробки SFME у видобутку ефірної олії з кількох ароматичних трав. Включаючи попередню обробку води в SFME, зразок мав би до 95% вмісту вологи перед екстракцією. Збільшення вмісту води в рослинній матриці сприяє гідролізу та знижує ризик окислення активної

сполуки [31]. З представленого обговорення ясно, що розмір частинок, вміст води та попередня обробка розчинником мають значний вплив на матрицю зразка для ефективної екстракції.

1.7.5. Ефект перемішування

Після обговорення впливу попередньої обробки розчинником і зразка дрібних частинок на МАЕ, акцент у цьому розділі буде зосереджено на ефекті перемішування, яке критично впливає на процес масопереносу. Впровадивши перемішування в МАЕ, можна зменшити негативний вплив низького співвідношення розчинника до сировини на вихід екстракції. Крім того, бар'єр масопередачі, створюваний концентрованими активними сполуками в локалізованій області через недостатню кількість розчинника, також можна мінімізувати, що призводить до кращого виходу екстракції. Іншими словами, перемішування прискорює швидкість екстракції шляхом прискорення десорбції та розчинення активних сполук, зв'язаних із матрицею зразка. [54]. Однак значення цього параметра рідко досліджується, і було повідомлено лише про декілька коментарів та висновків. [32,33,63–65].

Після того, як параметри впливу будуть добре зрозумілі, МАЕ можна виконувати в оптимальних умовах для досягнення найкращого врожаю, як це використовується різними дослідницькими групами. Це буде представлено в наступному розділі.

1.7.6. Оптимальні умови експлуатації

Визначення оптимальних умов експлуатації МАЕ зазвичай здійснюється за допомогою статистичних оптимізаційних досліджень. Оптимальні умови експлуатації МАЕ на основі різних досліджень, про які повідомляється у відкритій літературі, узагальнено в Таблиця 2.

Таблиця 2 показує, що найбільш широко використовуваним розчинником є етанол з концентрацією від 40% до 100%. Вода є ще одним поширеним екстракційним розчинником, який також використовується як агент попередньої обробки для мікрохвильової екстракції без розчинників (SFME). Що стосується

іонних рідин, [hmim]Br був обраний як оптимальний розчинник для екстракції кількох активних сполук. Для досягнення оптимальної ефективності об'єм розчинника зазвичай варіюється від 10 до 50 мл/г твердих зразків. Оптимальний час екстракції може бути від 1 хвилини для екстракції активної сполуки до години для екстракції ефірної олії. У деяких дослідженнях екстракції потрібно кілька циклів екстракції для оптимізації виходу екстракції. Посилаючись на дані, наведені в Таблиця 2 можна побачити три режими екстракції для оптимізації виходу в МАЕ. Перший режим роботи наголошується на рівні потужності мікрохвильового випромінювання, де екстракція здійснюється для фіксованої мікрохвильової потужності через заздалегідь визначений час екстракції. Потужність використовуваної мікрохвилі зазвичай коливається від 100 до 500 Вт, щоб забезпечити енергію удару, щоб розірвати клітинну стінку під час екстракції. Другий режим роботи більше орієнтований на температуру екстракції, а не на потужність мікрохвиль. Температура екстракції встановлюється на бажану задану точку, наприклад 50–100 °C, регулюючи потужність мікрохвиль. Цей режим роботи підходить для термочутливих сполук. Третій режим роботи екстракції полягає в забезпеченні достатньої енергії удару для розриву клітинної стінки для екстракції, а також у зниженні ризику термічної деградації під час процесу екстракції. Це можна зробити двома альтернативами залежно від використовуваної мікрохвильової системи. Перша альтернатива забезпечує безперервну бажану потужність мікрохвильового випромінювання в систему екстракції, поки вона не досягне заданої точки температури екстракції, де потужність регулюється для підтримки температури. Друга альтернатива пов'язує імпульсне мікрохвильове випромінювання при фіксованій потужності з системою екстракції. Цей режим роботи використовує високу мікрохвильову потужність до 1000 Вт, щоб забезпечити чудову енергію удару для екстракції. З таблиці вихід екстракції, прийнятий різними дослідницькими групами, може бути виражений у мг/г або у відсотках. Непослідовність у вираженні виходу унеможливорює проведення прямого порівняння між різними методами

екстракції. Те ж саме стосується способу екстракції, приладів і бажаних інгредієнтів у кожній запланованій екстракції. Представлена таблиця є просто компіляцією оптимальних робочих умов МАЕ в різних рослинних екстракціях.

1.8. Загальні процедури МАЕ

Екстракція активних інгредієнтів із рослин включає кілька етапів, починаючи від початкової підготовки зразка з наступною екстракцією активних інгредієнтів до процедури очищення та кількісного аналізу. Загальні процедури МАЕ проілюстровано в Рис. 4 і буде систематично обговорюватися.

1.8.1. Пробопідготовка

Як показано в Рис. 4 Підготовка зразка передбачає висушування бажаних частин рослин у печі або на сонці для видалення вологи. Температуру сушіння підтримують від 40 до 60 °C [51,66,68,70,80,85,86] щоб уникнути термічної деградації. Потім висушений зразок подрібнюють і просівають до потрібних розмірів.

У деяких випадках попередня обробка зразка перед екстракцією проводиться для покращення процесу екстракції. Це робиться шляхом замочування зразків у розчиннику для екстракції, такому як вода та метанол. Як було зазначено раніше у випадку мікрохвильової екстракції без розчинників (SFME), вологість матриці зразка, отримана в результаті попередньої обробки водою, відповідає за екстракцію активні інгредієнти [31,34,79]. В інших випадках деякі небажані компоненти зразків були видалені попередньою обробкою органічним розчинником, тобто

петролейним ефіром. [24,27,78]. Це можна зробити, замочивши зразок на ніч, щоб видалити частину ліпідів і хлорофіл.

1.8.2. Процедури вилучення

Після пробопідготовки та попередньої обробки зразок піддається екстракції. Для модифікованих методів МАЕ потрібні додаткові інструменти. У випадку відкритої мікрохвильової системи запускається рефлегматор, і

конденсаційна трубка підключається до екстракційної ємності всередині мікрохвильової порожнини. Що стосується UMAE, необхідний ультразвуковий перетворювач, який

зазвичай налаштований на потужність 50 Вт і частоту 40 кГц [20,21]. У випадку VMAE конденсаційна труба підтримується під вакуумом до 40 кПа [19]. У NPMAE інертний газ можна стиснути через конденсаційну трубу, в якій вакуумується посудина. Після належного налаштування зразок опромінюється в певних робочих умовах. Як і в HPMAE женьшеню, тиск у посудині може досягати 400 кПа. [15]. 5.3. Процедури очищення

Після завершення екстрагування екстракт фільтрують і збирають. Щоб запобігти втратам активних сполук, екстракт можна відфільтрувати, а посудину можна промити екстракційним розчинником. Зібраний екстракт центрифугують зі швидкістю від 400 до 8000 об/хв. [20] від 5 до 15 хв і фільтрують через мембрану 0,45 мкм [21] перед аналізом ВЕРХ. Для деяких термостабільних і нелетких активних компонентів екстракт зазвичай є концентрованим роторним випарником при 45–65 °С при зниженому тиску та фільтрують перед кількісним аналізом. Інформація, представлена в цьому розділі, призначена як довідник і рекомендації щодо MAE активної сполуки в рослинах. Для кращого розуміння та оцінки наданої інформації в наступному розділі обговорюється порівняльне дослідження MAE та інших методів вилучення. 6. Порівняння екстракції за допомогою мікрохвиль (MAE) та інших методів екстракції.

Багато звітів [13] щодо застосування та продуктивності мікрохвильової екстракції припустили, що MAE є хорошим і надійним методом екстракції зразків. Повідомляється, що при екстракції активних речовин із рослин MAE є більш ефективним порівняно з іншими звичайними методами екстракції, такими як екстракція Сокслета (Soxhlet), екстракція тепловим зворотним холодильником (HRE), ультразвукова екстракція (UAE) і мацерація (ME). Порівняння між MAE і звичайними методами в їх відповідних оптимізованих умовах показано в Таблиця 3. Від Таблиця 3, очевидно, що вихід екстракції MAE вищий і вимагає

меншого часу екстракції порівняно з іншими методами екстракції [59]. Завдяки локалізованому механізму нагрівання МАЕ можна завершити лише за кілька хвилин, як у випадку екстракції астрагалозидів із коренів *R. astragalі*, тоді як для звичайної екстракції зазвичай потрібно кілька годин. [60]. Перевага МАЕ додатково підтверджується МАЕ кумарину та о-кумарової кислоти *Melilotus officinalis* (L.) Pallas [93], у якому достатньо 10 хв МАЕ порівняно з 60 хв екстракції за допомогою ультразвуку (UAE). Скорочення часу екстракції з кількох годин до 3 хв також спостерігалось при застосуванні МАЕ замість екстракції гарячим розчинником (HSE) при екстракції антиоксиданту з *Folium eriobotryae* [83]. Окрім цього, про здатність МАЕ скорочувати час підготовки зразка та споживання розчинника також повідомлялося при екстракції летких органічних кислот із листя тютюну. [80]. Очевидні переваги МАЕ перетворили його на надійний метод екстракції з високою стабільністю та відтворюваністю

фунтів [96]. Іншим недоліком МАЕ є те, що для етапів очищення потрібен додатковий час, а екстраговані активні сполуки можуть бути втрачені під час процедур. Щоб вирішити цю проблему, було розроблено DMAE, щоб скоротити загальний процес екстракції за допомогою кількісного аналізу, який працює безперервно.

Незважаючи на недоліки, пов'язані з МАЕ, його переваги переважні. Загалом методи МАЕ чудові з точки зору ефективності екстракції, стабільності техніки та відтворюваності, а також здатності зберігати функціональні значення екстрагованих активних сполук.

1.8.3. Методичні рекомендації щодо вибору методик МАЕ

У цьому розділі наведено короткі вказівки щодо вибору відповідних методів, наприклад DMAE, NPMAE, CMAE, SFME, UMAE. Короткий опис розвитку цих методів екстракції наведено в таблиці Таблиця 4 а також представлено застосування, переваги та недоліки кожної техніки.

Стандартний МАЕ зазвичай використовується у відкритих або закритих системах для вилучення термостабільних сполук. Для вилучення активних

сполук, що розкладаються, існують різні модифіковані методи МАЕ, які підходять для застосування. DMAE підходить для вилучення розкладаних сполук, які вимагають кількох циклів екстракції, оскільки техніка працює в м'яких умовах і безперервно. Ця техніка забезпечує швидкий та ефективний етап аналізу, оскільки її можна поєднати в режимі онлайн із системою аналізу ВЕРХ. Недоліки цієї методики полягають у низькій пропускній здатності, незручній подачі та видаленні зразка та залишку, а також потребі в установці додаткового обладнання, наприклад насосів і клапанів. Крім того, для дуже крихких сполук, які становлять високий ризик окислення та термічної деградації, VMAE підходить, оскільки екстракція здійснюється у вакуумі та при низькій температурі. Екстракція зазвичай вимагає більш тривалого часу через легкий стан. Альтернативно, екстракція термічно розкладених сполук також може бути досягнута за допомогою NPMAE. Він забезпечує швидше вилучення, ніж VMAE, але вимагає додаткового етапу вилучення. З іншого боку, SFME є більш кращим для використання в екстракції ефірної олії, і він більш ефективний, ніж традиційний метод HD. У деяких випадках, коли асоційовані активні сполуки мають низьку дифузію та їх важко екстрагувати, можна використовувати UMAE, оскільки він покращує механізм масообміну та скорочує час екстракції. Ця техніка може забезпечити високу енергію активації або енергію удару, необхідну для продовження екстракції. Однак для інших випадків екстракції додаткова ультразвукова хвиля може не дати вищих виходів через те, що лише мікрохвильове випромінювання достатньо для подолання енергії активації екстракції.

1.9. Висновки до першого розділу

Екстракція за допомогою мікрохвиль (MAE) є можливою технікою екстракції. Різні методи МАЕ покращили продуктивність екстракції рослин шляхом поєднання з відповідними модифікаціями. Інформація, зібрана з різних звітів і статей, була розглянута та представлена як корисні рекомендації в цій статті. Отже, для екстракції рослин можна використовувати відповідні методи

МАЕ з конкретними робочими умовами, оскільки продуктивність МАЕ залежить від правильного вибору методів екстракції, налаштування обладнання та процедури екстракції з оптимізованими робочими параметрами. Як висновок, система МАЕ вважається перспективною технікою для екстракції рослин.

РОЗДІЛ 2.

МЕТОДИКИ ОТРИМАННЯ ЕФІРНОЇ ОЛІЇ БАЗИЛІКУ

2.1. Інноваційні підходи до вилучення ефірних олій з ароматичних рослин

Мікрохвильова екстракція без розчинників (SFME) — це комбінація мікрохвильового нагрівання та сухої дистиляції, що виконується при атмосферному тиску без додавання розчинника чи води. Виділення і концентрування летких сполук здійснюють в одну стадію. SFME порівнювали зі звичайною технікою, гідродистиляцією (HD), для вилучення ефірної олії з трьох ароматичних трав: базилік (*Ocimum basilicum* Л.), м'ята садова (*Мента Крісна* Л.) і чебрецю (*Тимус звичайний* Л.). Ефірні олії, екстраговані SFME протягом 30 хвилин, були кількісно (вихід) і якісно (ароматичний профіль) подібними до тих, що були отримані звичайною гідродистиляцією протягом 4,5 годин. Метод SFME дає ефірну олію з більшою кількістю більш цінних кисневих сполук і дозволяє істотно заощадити витрати з точки зору часу, енергії та рослинного матеріалу. SFME є екологічно чистою технологією і виглядає як хороша альтернатива для вилучення ефірних олій з ароматичних рослин.

Трави та спеції є безцінними ресурсами, корисними в повсякденному житті як харчові добавки, ароматизатори, ароматизатори, фармацевтичні засоби, барвники або безпосередньо в медицині. Таке використання рослин має давню історію в усьому світі, і протягом століть людство розробило кращі методи добування ефірних олій із таких матеріалів.

Ефірні олії - це складні суміші летких речовин, які зазвичай присутні в низьких концентраціях. Перш ніж аналізувати такі речовини, їх необхідно вилучити з матриці. Для цього можна використовувати різні методи, напр. гідродистиляція (ГД), дистиляція з водяною парою, екстракція по Сокслету та одночасна дистиляція—екстракція. Тим не менш, добре відомо, що ці молекули є термочутливими та вразливими до хімічних змін [1–4]. Втрати деяких летких сполук, низька ефективність екстракції, деградація ненасичених або складних ефірів через термічні або гідролітичні ефекти і залишки токсичного розчинника

в екстракті можуть бути виявлені за допомогою цих методів екстракції. Ці недоліки призвели до розгляду використання нової «зеленої» техніки в екстракції ефірної олії, яка зазвичай використовує менше розчинника та енергії, як-от надкритичні рідини, ультразвук і мікрохвильове випромінювання. [5–7]. Дійсно, щоб екстракт класифікували як ефірну олію, для його екстракції з рослини можна використовувати тепло та воду.

Останнім часом спостерігається широкий інтерес до застосування мікрохвильового нагріву в екстракції розчинником. Декілька класів сполук, таких як ефірні олії, ароматизатори, пестициди, феноли, діоксини та інші органічні сполуки, були ефективно витягнуті з різноманітних матриць (переважно ґрунтів, опадів, тканин тварин, їжі та рослинного матеріалу). Усі зареєстровані застосування показали, що мікрохвильова екстракція розчинником (MAE) є життєздатною альтернативою звичайним методам для таких матриць. Основною перевагою є скорочення часу екстракції [8–11].

Історично суха дистиляція використовувалася алхіміками для сублімації та екстракції [12]. Зараз ця техніка в основному використовується або для вилучення неорганічних матеріалів із ґрунтів, або для органічних сполук з деревини та коксу. Тим не менш, невідомо, як це поєднання суха дистиляція та мікрохвильове нагрівання впливають на екстракцію. Це очікується, що не тільки кінетика екстракції можна збільшити, але також можна збільшити кількість використовуваного розчинника зменшено або ліквідовано.

Недавній патент описує новий метод вилучення натуральні продукти без додавання будь-яких розчинників або води нами мікрохвильова енергія [14]. Мікрохвильова піч без розчинників, апарат являє собою оригінальне поєднання мікрохвиль нагрівання і суха перегонка при атмосферному тиску. SFME був задуманий для застосування в лабораторних масштабах у екстракті отримання ефірних олій з різних видів ароматичних рослин. Цей метод заснований на відносно простому принципі розміщення рослинного матеріалу в мікрохвильовому реакторі без жодного доданий

розчинник або вода. Внутрішнє опалення на місці вода в рослинному матеріалі розтягує клітини рослин і призводить до розриву залоз і маслянистих вмістилищ.

Таким чином, цей процес звільняє ефірну олію, яка випаровується вода рослинного матеріалу. Система охолодження поза мікрохвильовою піччю конденсований дистилят продовжується звичайно. Надлишок води кип'ятять із зворотним холодильником для екстракції посудину, щоб відновити воду до рослинного матеріалу. SFME не є ні модифікованою мікрохвильовою екстракцією (MAE), яка використовує органічні розчинники, ні модифікованою гідродистиляцією, яка використовує велику кількість води.

У цій статті потенціал техніки SFME порівнюється з традиційним методом, гідродистиляцією, оскільки поточна техніка та комерційна ситуація вимагають дослідження нових екстрактів і нових методів екстракції. Ми застосували методи SFME та HD для вилучення ефірних олій із надземних частин трьох ароматичних трав: базилік (*Осі тит базилік* Л.), м'ята садова (*Мента хрустка* Л.), чебрець (*Тимус звичайний* Л.), що належать до *Губоцвіті* родина, яка є високорозвиненою та однорідною родиною, яка в основному використовується у приготуванні їжі, парфумерії та медицині. Ми робимо відповідні порівняння щодо продуктивності та швидкості вилучення, складу ефірної олії та споживання енергії.

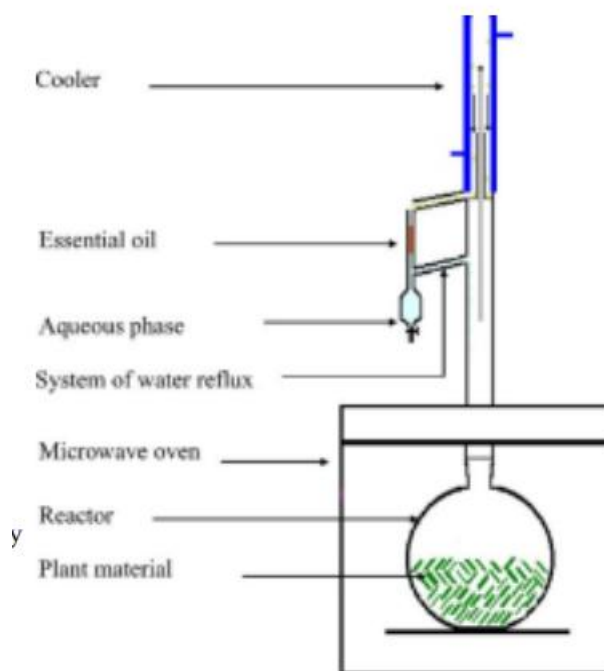


Рис.2.1. Схема отримання ефірної олії.

2.2. Ефективність та екологічність SFME у видобутку ефірної олії з базилика

Мікрохвильова екстракція без розчинників (SFME) пропонується як метод «зеленої» екстракції харчових ефірних олій, які широко використовуються в парфумерній, смаковій та фармацевтичній промисловості, а також в ароматерапії. Це поєднання мікрохвильового нагрівання та сухої дистиляції, що виконується при атмосферному тиску без додавання будь-якого розчинника чи води. Виділення і концентрування летких сполук здійснюють в одну стадію. базилик (*Ocimum basilicum* Л.) екстрагували SFME при атмосферному тиску та 373 К протягом 30 хв. Екстраговані сполуки видаляли з водного екстракту простою декантацією, ідентифікували за допомогою газової хромато-мас-спектрометрії (ГХ-МС). Гідродистиляцію (ГД) базилика проводили з 400 мл води протягом 4,5 год для порівняння результатів із запропонованим способом. Метод SFME має важливі переваги перед HD, *a саме*. коротший час екстракції (30 хв *проти*. 4,5 год); кращі врожаї (0,13 % *проти*. 0,11 %); вплив на навколишнє середовище (витрати енергії значно вищі для виконання HD, ніж необхідні для швидкого SFME), більш чисті характеристики (оскільки немає залишків і не

використовується вода чи розчинник); і забезпечує більш цінну ефірну олію. SFME є екологічно чистою технологією і виглядає як хороша альтернатива для вилучення харчових ефірних олій з ароматичних рослин, які використовуються в ароматерапії та харчовій промисловості.

Індонезія має численні та різноманітні природні ресурси, які все ще не можуть бути оптимально використані. Серед біорізноманіття рослини, що виробляють ефірну олію, є одним із природних ресурсів, які не повністю використані. Індонезія виробляє 40-50 видів рослинної ефірної олії торгуються у світі, і лише деякі види ефірних олій виходять на світовий ринок, включаючи пачулі, лемонграс, гвоздику, жасмин, іланг, евкаліпт, сандалове дерево та ветівер.

Одна з ефіроолійних рослин в Індонезії використовується не повністю, а саме базилік (*Ocimum basilicum* Л.). Зараз в індонезійському суспільстві більш популярно споживати базилік як свіжі овочі під час їжі, їдючи або жуючи безпосередньо свіжий базилік, тоді як базилік (*Ocimum basilicum* L.) має багато переваг, якщо він буде оброблений. Як традиційна медицина базилік використовують для лікування лихоманки та нудоти [1]. Інше застосування: цю рослину часто використовують як підсилювач аромату в харчових продуктах [2].

Листя базиліка містять дубильні речовини (4,6 %), флавоноїди, стероїди, тритерпеноїди, ефірну олію (2 %), гексуронову кислоту, пентозу, ксилозу, моллюдистин і урсолову кислоту [3]. Компоненти ефірної олії базиліка (*Ocimum basilicum* L.) складаються з *a*-пінен, *b*-пінен, сабінен, мірцен, лімонен, 1,8-цинеол, 3-*b*-акцимена, *E*-*b*-акцимена, *I* сабінен гідрат, *E*-*a*-бергамоти, *b*-каріофілен, *I* бФарнезе, *a*-гумулен, метилхавікол, *a*-терпінеол, гермакрен-D, *b*-бісаболен, *a*-бісаболен, евгенол (62 %), метилевгенол, *a*-бісаболол, евкаліптол, естрагол, борнеол, осимен, гераніол, анетол, *a*-кардинал, *a* терпінеол, камфора, 3-октанон, сафрол, сесквітуєн і ліналоол [4, 5].

Фітохімічний вміст обумовлює різноманітність властивостей листя базилика, включаючи: протимікробну, відхаркувальну, болезаспокійливу, протиастматичну, протиблювотну, потогінну, антифертильну, гепатопротекторну, гіпотензивну, гіполіпідемічну, антианафілактичну, антигістамінну, стабілізацію тучних клітин, ранозагоювальну, радіозахисну, протидіабетичну, антигенотоксичну, антиоксидантну, антиканцерогенну, імунологічну дію, протисудомну, антигельмінтну дію, антиулоерогенну, кардіопротекторну та антистресову дію. Базилик також має різноманітну біологічну та фармакологічну дію на вміст ефірної олії та етанолового екстракту листя базилика, які здатні пригнічувати ріст бактерій, таких як *Золотистий стафілокок* і *Кишкова паличка*.

Розробці нових методів розділення для харчової промисловості останнім часом приділяється багато уваги через екологічні обмеження, зменшення кількості стічних вод і необхідність мінімізації витрат енергії. Існує також постійний попит на покращення якості ефірних олій, оскільки споживачі вимагають такої якості у своїх харчових, фармацевтичних або парфумерних продуктах. Ефірні олії - це складні суміші летючих речовин, які зазвичай присутні в низьких концентраціях. Для їх вилучення можна використовувати різні методи, *напр.* гідродистиляція, дистиляція з водяною парою і холодне пресування. Традиційні методи вилучення ефірних масел мають деякі недоліки. Втрати деяких летких сполук, низька ефективність екстракції, деградація ненасичених або складноефірних сполук через термічні або гідролітичні ефекти та залишки токсичного розчинника в екстракті можуть спостерігатися за допомогою цих методів екстракції. Для дистиляції з водяною парою та гідродистиляції підвищені температури протягом тривалого періоду екстракції можуть спричинити хімічну модифікацію компонентів олії та часто втрату найбільш летючих молекул. При використанні екстракції розчинником неможливо отримати продукт без розчинника, і цей процес зазвичай призводить

до втрати легколетких компонентів. Ці недоліки призвели до розгляду використання нових «зелених» методів екстракції ефірної олії, які зазвичай споживають менше енергії та уникають розчинників, таких як надкритичні рідини [7].

Апарат мікрохвильової екстракції без розчинників (SFME) являє собою оригінальну комбінацію мікрохвильового нагріву та сухої дистиляції при атмосферному тиску. SFME був розроблений для застосування в лабораторних масштабах у видобутку ефірних олій з різних видів ароматичних рослин. Заснований на відносно простому принципі, цей метод передбачає розміщення рослинного матеріалу в мікрохвильовому реакторі без будь-якого додавання розчинника або води. Внутрішнє нагрівання води *in situ* у «свіжому» рослинному матеріалі розтягує рослинні клітини та призводить до розриву залоз і олійних вмістилищ. Таким чином, цей процес звільняє ефірну олію, яка випаровується *на сайті* води рослинної сировини. Система охолодження поза мікрохвильовою піччю постійно конденсувала дистилят. Надлишок води кип'ятять із зворотним холодильником до екстракційної ємності для відновлення *на сайті* води до рослини

Методи HD для вилучення ефірних олій з базилика (*Ocimum basilicum* L.), які широко використовуються в приготуванні їжі, парфумерії та медицині. Природні антиоксиданти, такі як присутні в ефірній олії базилика, можуть бути альтернативним джерелом сполук, здатних захищати ліпіди в харчових продуктах. Ефірна олія базилика також використовується як антибактеріальний і протигрибковий засіб. Ми робимо відповідні порівняння з точки зору продуктивності та швидкості вилучення, складу ефірної олії, споживання електроенергії та екологічних міркувань.

2.3. Загальні відомості про базилік

Базилік (*Ocimum basilicum* L) — однорічна рослина, схожа на м'яту, що росте в родині м'ятних (Lamiaceae). Він використовувався протягом тисячоліть і

є невід’ємною частиною багатьох кулінарних традицій і ритуалів (Лі і Чанг, 2016). Базилік також корисний при лихоманці, застуді, стресі, очищенні крові та зниженні артеріального тиску. Рід базиліка включає від 50 до 150 видів і варіантів, ендемічних для тропічних районів Азії та Центральної та Південної Африки. Залежно від виду рослини можуть бути чагарниковими або трав’янистими, їх висота коливається від 20 см до 3 м. Листя може варіюватися від зеленого до блакитного/фіолетового і може бути гладким, глянцеvim, волохатим або кучерявим, як показано на Рис. 8. Квіти бувають різних кольорів, від білого до фіолетового до лавандового (Саймон та ін., 1990).



Рис.2.2. рослина базилік (Лі і Чанг, 2016).

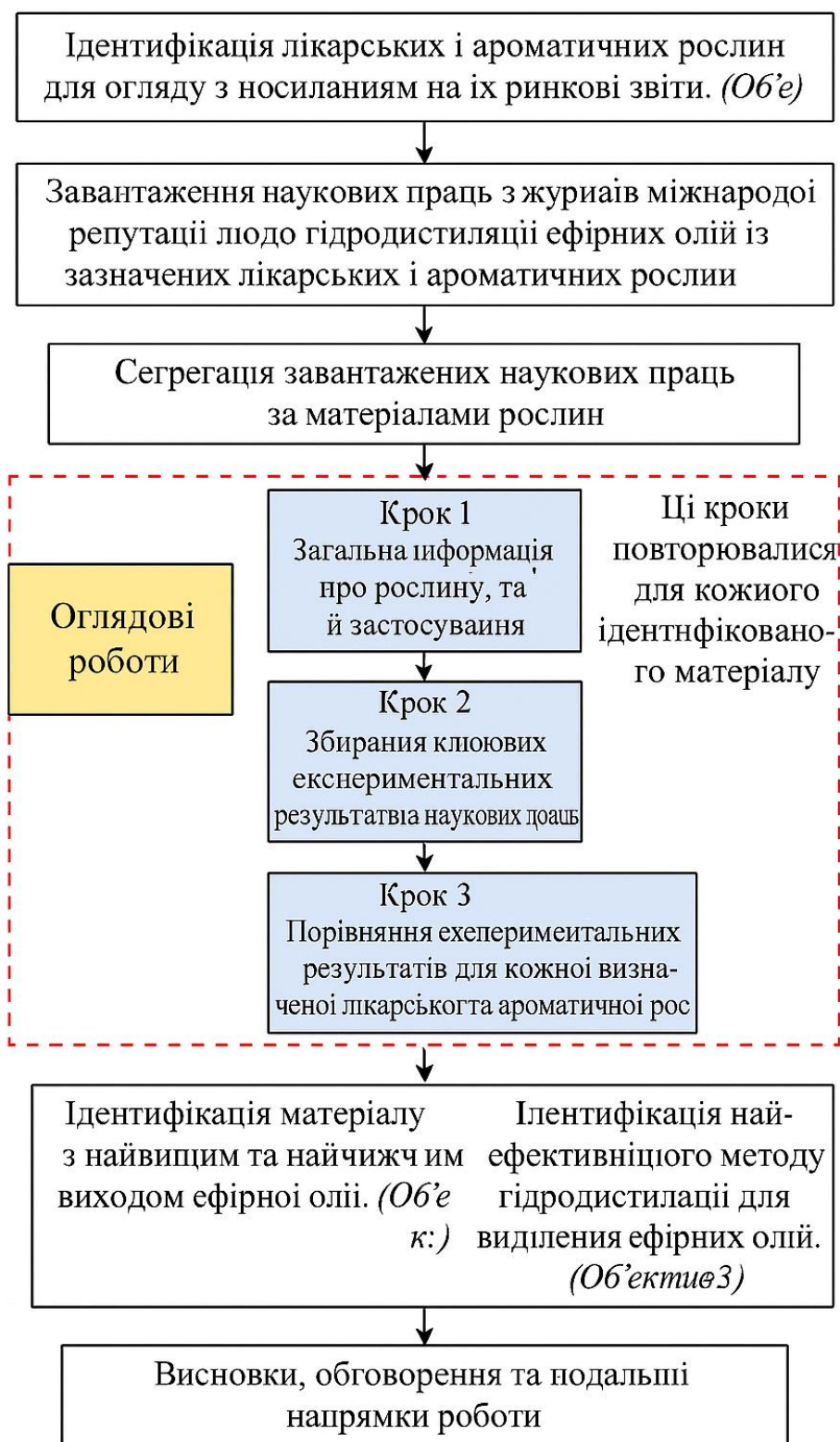


Рис. 2.3. Етапи, які використовуються для проведення перевірки.

2.3.1. Склад ефірної олії

Значно більша кількість оксигенованих сполук і менша кількість монотерпенових вуглеводнів присутні в ефірних оліях ароматичних рослин, екстрагованих SFME, порівняно з HD. Монотерпенові вуглеводні менш цінні, ніж оксигеновані сполуки з точки зору їхнього внеску в аромат ефірної олії. Навпаки, кисневі сполуки мають сильний запах і, отже, найцінніші.

Більша частка кисневих сполук в ефірних оліях SFME, ймовірно, пов'язана зі зменшенням термічного та гідролітичного ефекту порівняно з гідродистиляцією, яка використовує велику кількість води та вимагає часу та енергії. Вода є полярним розчинником, який прискорює багато реакцій, особливо реакції через карбокатион як проміжний продукт. Найбільшу різницю між хроматограмами для двох методів можна відзначити для базилика, як показано на [Рис. 3](#). Ліналол і евгенол були основними компонентами в ефірній олії, видобутій з базилика, але відносні кількості відрізняються

Ідентифікація екстрагованих ефірних олій обома методами наведена в таблиці 1. Загалом 41 сполуку було ідентифіковано в ефірній олії базилика за допомогою двох методів. За допомогою SFME було виявлено 34 сполуки, а в HD – 27 сполук. SFME та HD дозволили виявити найбільш леткі активні сполуки в ефірній олії базилика, такі як метилхавікол, нерал, гераніал, *b*-каріофілен, *a*-гумулен, і *a* бісаболен, але їх пропорції сильно залежать від техніки екстракції. Метилхавікол, оксигенований монотерпен, був присутній у 37,63 і 13,85 % відповідно для HD і SFME. Нерал, оксигенований монотерпен, був присутній у 12,61 і 4,14 % відповідно для HD і SFME. Гераніал, оксигенований монотерпен, був присутній у 14,19 і 5,73 % відповідно для HD і SFME. *b*-Каріофілен, сесквітерпеновий вуглеводень, був присутній у 5,01 і 14,86 % відповідно для HD і SFME. *a*- Гумулен, сесквітерпеновий вуглеводень, був присутній у 4,04 і 13,59 % відповідно для HD і SFME. *a*- Бісаболен, сесквітерпеновий вуглеводень, був присутній у 1,54 і 9,45 % відповідно для HD і SFME.

В результаті SFME було виявлено ще кілька нових сполук, але їх кількість не дуже велика. Втрата деяких сполук у SFME порівняно з HD, ймовірно, не пов'язана з недостатньою екстракцією, а швидше через скорочення часу екстракції та кількості води в методі SFME зменшують розкладання сполук шляхом гідролізу, переестерифікації або окислення, і, отже, в аналізі спостерігається менше продуктів розкладання.

2.3.2. Хімічний аналіз компонентів ефірної олії

Склад ефірних олій визначали за допомогою газової хроматографії в поєднанні з мас-спектрометричним аналізом (GC-MS) на газовому хроматографі Hewlett-Packard 6890, поєднаному з мас-спектрометром 5973A, з використанням двох плавлених кремнеземно-капілярні колонки з різними нерухомими фазами. Неполарна колонка була HP5MS™ (довжина 30 м, діаметр 0,25 мм і товщина плівки 0,25 мкм), а полярна – Stabilwax™, що складалася з Carbowax™-PEG (довжина 60 м, діаметр 0,25 мм і плівка 0,25 мкм товщина). Спектри ГХ-МС були отримані з використанням наступних умов: газ-носіє He; швидкість потоку 1,0 мл·хв⁻¹; розділити 1:50; об'єм ін'єкції 1,0 мкл; температура впорскування 573 К; підвищення температури печі від 373 до 523 К при 10 К/хв; використаний режим іонізації – електронний удар при 70 еВ. Більшість складових було попередньо визначено шляхом порівняння їхніх індексів утримування за GC Kovats (*RI*), визначається з посиланням на гомологічний ряд C5–C28 *n*-алканів і з тими автентичними стандартами, які є в лабораторії авторів. Ідентифікація була підтверджена порівнянням їх структур мас-спектральної фрагментації з тими, що зберігаються в базі даних MS (Національний інститут стандартів і технологій і Wiley бібліотеки) і з літературними даними мас-спектрів [9, 10]. Для кожної сполуки на хроматограмі визначали відсоток площі піку відносно загальної площі піків усіх сполук і повідомляли як відносну кількість цієї сполуки.

Таблиця 2.

Хімічний склад ефірних олій, отриманих мікрохвильовою екстракцією без розчинників (SFME) та гідродистиляцією (HD) базилика (*Ocimum basilicum* Л.)

Номер	З'єднання	Вміст ефірної олії, %	
		HD	SFME
1	α -пінен	0,70	0,00
2	Сабіна	0,04	0,00
3	03.Жов	1,22	0,03
4	β -пінен	0,25	0,05
5	Гептанол	0,64	0,00
6	β -Мірцен	0,37	0,00
7	стор-Цимен	0,00	0,04
8	лімонен	0,41	0,16
9	1,8-цинеол	0,19	0,28
10	β -Оцимен <E>	0,00	0,19
11	γ -Терпінен	0,00	0,04
12	Фенчоне	1,09	0,09
13	Ліналоол	0,31	0,58
14	Камфора	0,00	0,06
15	ментол	0,00	0,16
16	α -терпінеол	0,00	0,09
17	Метилхавікол	37,63	13,85
18	Нерол	1,14	0,75
19	Нераль	12,61	4,14
20	Гераніол	0,63	0,85
21	Гераніальна	14,19	5,73
22	α -терпіненілацетат	0,00	0,14
23	Нерилацетат	0,00	0,11
24	α -копаїни	0,42	0,81
25	Геранілацетат	0,00	0,69
26	β -Бурбонен	0,22	0,00
27	β -куб площини	0,49	0,94

28	β -елемент	0,00	0,60
29	Метилевгенол	1,02	1,05
30	β -каріофілен	5,01	14,86
31	α -бергамотен <Z>	1,15	0,00
32	α -гумулен	4,04	13,59
33	β -Фарнезен <Z>	0,21	1,56
34	Гермакрен-Д	1,21	8,68
35	γ -кадинен	0,00	0,47
36	Δ -кадинен	0,00	0,47
37	α -бісаболен <E>	1,54	9,45
38	β -бісаболени	0,00	0,60
39	Спатуленол	0,21	0,00
40	Каріофілен оксид	2,58	1,51
41	α -кадинол <I->	0,00	2,38
Загальна площа піку, %		89,52	85
Загальний час екстракції, хв		270	30
Вихід, %		0,11	0,13

Евгенол є найпоширенішим компонентом екстракту SFME (43%), а ліналоол — другим за поширеністю (25%), тоді як в екстракті HD домінує спочатку ліналол (39%), а потім евгенол (11%). Ефірна олія садової м'яти, виділена як SFME, так і HD, характеризується важливим вмістом кисневої сполуки карвону відповідно, 65% і 52%. Лімонен, монотерпен, який є другою за поширеністю сполукою, присутній у 9,7% і 20% відповідно для SFME і HD.

Ефірна олія чебрецю, виділена або SFME, і HD, містить однакові три домінантні компоненти: тимол (51% і 41%), -терпінен (17% і 23%), і *стор*-цимол (7,5% і 11%).

На хроматограмах ефірних олій, екстрагованих методом SFME, міститься дещо менше сполук порівняно з тими, що отримані методом HD. Найбагатшими за кількістю органічних сполук є ефірна олія базиліка, екстрагованого методом HD, і ефірна олія чебрецю, екстрагованого методом SFME. Відносно небагато нових сполук було знайдено в результаті екстракції SFME, але вони були присутні в дуже малих кількостях. Втрата деяких сполук у SFME порівняно з HD, ймовірно, полягає не в тому, що ці сполуки не екстрагуються, а швидше в тому, що скорочення часу екстракції та кількості води в методі SFME зменшує деградацію сполук шляхом гідролізу, *перев*-естерифікація або окислення, і, отже, менше продуктів розпаду, зазначених в аналізі.

2.3.3. Газова хромато-мас-спектрометрична ідентифікація

Ефірні олії аналізували методом газової хроматографії в поєднанні з мас-спектрометрією (ГХ-МС) (комп'ютеризована система Hewlett-Packard, що включає газовий хроматограф 5890, з'єднаний з мас-спектрометром 5971A), використовуючи капілярну колонку з плавленого кремнезему з неполярною стаціонарною фазою SBP5.TM (60 м × 0,32 мм × 1 м товщини плівки). ГХ–МС отримували за таких умов: газ-носії He; швидкість потоку 0,7 мл/хв; розділити 1:20; об'єм впорскування 0,1 L; температура впорскування 250 °C; зміна температури духовки від 60 до 130 °C і 1 °C/хв від 130 до 200 °C і 2 °C/хв, від 200 до 250 °C і 4 °C/хв і утримання при 250 °C протягом 40 хв; використаний режим іонізації – електронний удар при 70 eV. Ідентифікація компонентів була досягнута за їхніми лінійними індексами утримання на SBP5TM стовпець, визначений з посиланням на гомологічний ряд C8–C22 *n*-алканів, а також шляхом порівняння їх структур мас-спектральної фрагментації з тими, що зберігаються в банку даних (бібліотека Wiley/NBS) і літературі [16,17].

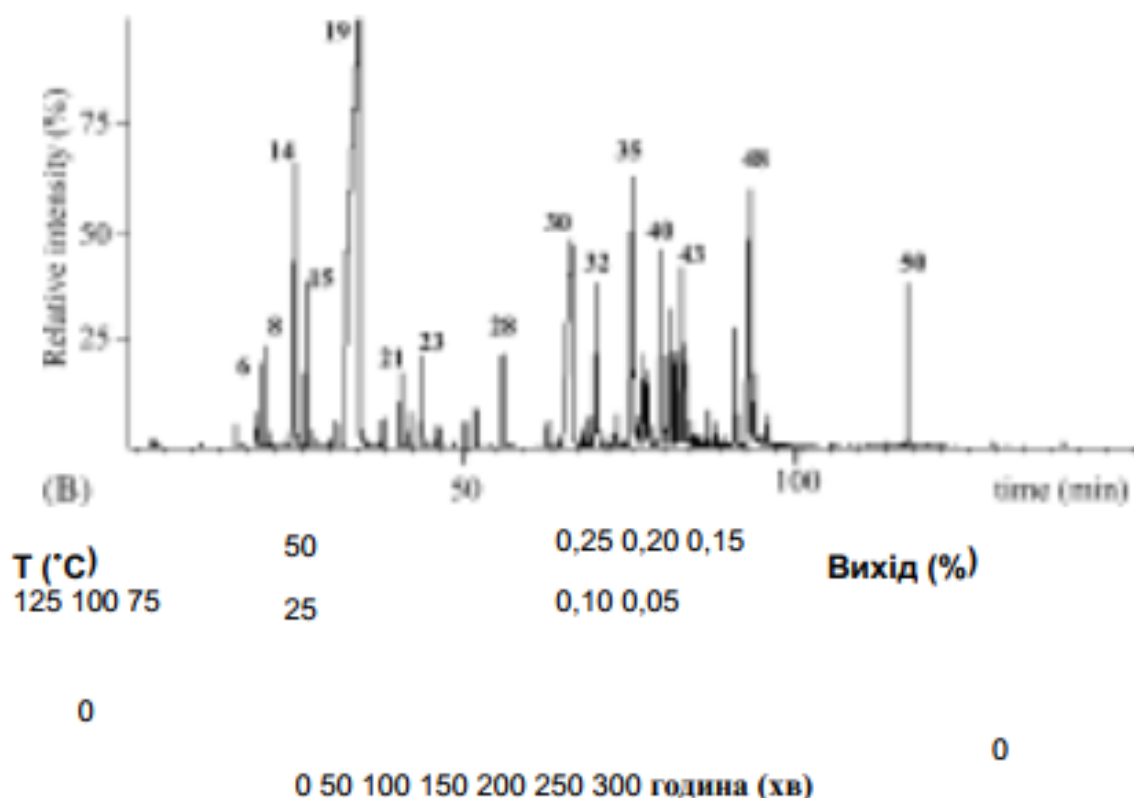


Рис.2.4. Порівняння газових хроматограм ефірної олії базилика, отриманих за допомогою SFME (A) та HD (B).

2.4. Екстракція ЕО з базилика

Представив урожайність та хімічний аналіз сортів базилика. Протягом 2 годин олію екстрагували за допомогою HD. Автори стверджують, що на концентрацію ЕО базилика впливають кілька змінних: генотип і діапазон рослин, рік вирощування, дата посіву та період збору врожаю. Базилік широколистий і базилік крупнолистий мали 1,3% і 2,1% вилучення ЕО відповідно. Озджан і Чалчат екстрагував ЕО з *Ocimum basilicum* L і *Ocimum minimum* L, знайдених у Туреччині. Висушену надземну частину рослини (приблизно 100 г м) нарізали на дрібні шматочки та піддавали HD протягом 3 годин за допомогою СА. Мінімальний вихід *Ocimum basilicum* і *Ocimum* становив 1,25% і 1,71% відповідно за 3 години, з вилученням масляних компонентів 88,1% і 74,4%. ЕО був світло-жовтуватим і мав ароматний запах.

Представлено хімічний склад різних екстрактів листя *Ocimum basilicum*.

250 г висушених на повітрі листя *Ocimum basilicum* піддавали HD протягом 3 годин в СА. Колір, запах, щільність і показник заломлення ЕО були світло-жовтими, інтенсивний запах, $0,928 \text{ г м} / \text{см}^3$ при $25 \text{ }^\circ\text{C}$ та 1,515 відповідно. Екстрагований ЕО містив борнеол, ванілін, нафталін та евгенол. Видалили ЕО з *Ocimum basilicum* за допомогою HD. Для експерименту вони випадковим чином обрали 15 рослин базиліка. Екстракційний пристрій Clevenger працював із потужністю 2,5 кг. Урожайність у зимовий, весняний та літній періоди становила 0,1%, 0,3% та 0,1%. Автори стверджують, що склад ефірної олії протягом різних сезонів був унікальним, при цьому деякі компоненти були мінімальними або відсутні в інших. Представили дослідження щодо вирощування, екстракції ЕО та хімічного складу базиліка (*Ocimum basilicum*) у регіоні Каннаудж, Індія. Солодкий базилік екстрагували з висушеного на повітрі рослинного матеріалу методом HD за допомогою СА. Результати дослідження показали, що виробництво ЕО становило 0,79%.

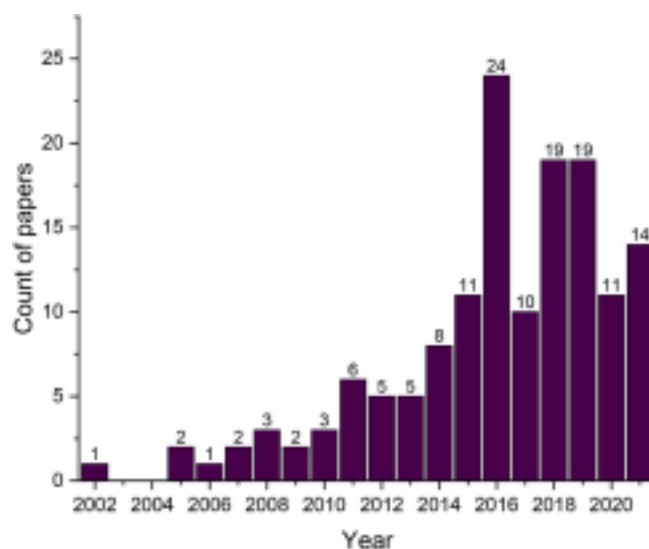


Рис. 2.5. Порічна кількість публікацій, вивчених під час оглядової роботи.

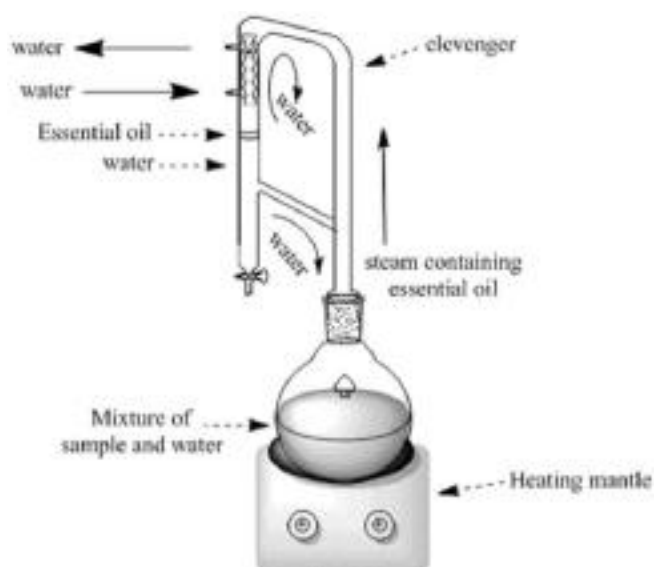


Рис. 2.6. Система HD для екстракції ЕО з *Ocimum basilicum* L.

Свіжий рослинний матеріал був придбаний наприкінці вологого сезону (березень) на ринку Chaudron на острові Реюньйон (Франція D.O.M.). Острів Реюньйон розташований в Індійському океані, недалеко від Мадагаскару, і розташований на $21^{\circ}\text{S}55^{\circ}\text{E}$.

Початкова вологість кожної рослини становила відповідно 90% для базилика, 95% для садової м'яти та 80% для чебрецю.

2.5. Апаратура та методика мікрохвильової і звичайної гідродистиляції

Мікрохвильову екстракцію без розчинників проводили в лабораторній мікрохвильовій печі Milestone "DryDist". Це багатомодовий мікрохвильовий реактор 2455 МГц з максимальною вихідною потужністю 1000 Вт, змінною з кроком 10 Вт. Розміри порожнини з тефлоновим покриттям становлять $35\text{ см} \times 35\text{ см} \times 35\text{ см}$. Під час експериментів можна контролювати час, температуру, тиск і потужність за допомогою пакета програмного забезпечення «easy-WAVE». Температуру контролювали за допомогою екранованої термопари (ATC-300), вставленої безпосередньо в контейнер для зразка, і зовнішнього інфрачервоного (ІЧ) датчика. Температуру контролювали за допомогою зворотного зв'язку з регулятором потужності мікрохвиль. Пристрій SFME зображено на [Рис. 1](#).

Експериментальні змінні SFME були оптимізовані за допомогою однофакторного методу з метою максимізації виходу ефірної олії. У типовій процедурі SFME, що виконується при атмосферному тиску, 250 г свіжого рослинного матеріалу нагрівали за допомогою фіксованої потужності 500 Вт протягом 30 хвилин без додавання будь-якого розчинника або води. Система охолодження за межами мікрохвильової камери постійно конденсувала дистиллят. Конденсовану воду кип'ятили із зворотним холодильником до екстракційної ємності, щоб забезпечити однакові умови температури та вологості для екстракції. Екстракцію продовжили на 100 °C, доки ефірна олія більше не буде отримана. Ефірну олію збирали, сушили під безводним сульфатом натрію та зберігали при 0°C до використання.

П'ятсот грамів кожної ароматної трави піддавали гідродистиляції в апараті типу Клевенджер. [15] відповідно до Європейської фармакопеї та екстрагували 6 л води протягом 4,5 годин (поки ефірна олія не припинилася). Ефірну олію збирали, сушили під водним сульфатом натрію та зберігали при 0°C до використання.

При застосуванні SFME використовувалася побутова мікрохвильова піч (ЕММ-2007Х, Electrolux, 20 л, максимальна віддана потужність 800 Вт) з частотою хвилі 2450 МГц. Розміри вкритої PTFE камери мікрохвильової печі становили 46,1x28,0x37,3 см. Мікрохвильова піч була модифікована, просвердливши отвір у верхній частині. Круглодонну колбу місткістю 1000 мл поміщали всередину печі і підключали через отвір до триходового адаптера та конденсатора Лібіха. Потім отвір було закрито PTFE, щоб запобігти втраті тепла всередині.

У типовій процедурі SFME, що виконується при атмосферному тиску, 150 г свіжих рослинних матеріалів поміщали всередину реакційної колби та нагрівали мікрохвильовим випромінюванням із потужністю 400 Вт (50% потужності) протягом 30 хвилин без додавання будь-якого розчинника або води. Під час процесу пара проходила через конденсатор поза мікрохвильовою

порожниною, де вона конденсувалася. Ефірну олію і воду просто розділяли декантацією. Ефірну олію збирали у бурштинові флакони, висушували під безводним сульфатом натрію та зберігали при 277 К. Вихід екстракції ЕО розраховували згідно з наведеним рівнянням:

$$\text{Маса екстрагованої ефірної олії Вихід екстракції (\%, мас./мас.)} = \frac{\text{Маса свіжого матеріалу}}{\text{Маса висушеного матеріалу}} \cdot 100$$

Гідродистиляцію використовували більш-менш як SFME, але замість мікрохвильової печі використовували лабораторну гарячу плиту (CORNING PC-600, 1043 Вт, 50 Гц). Сто п'ятдесят грам свіжої рослинної сировини і 400 мл дистильованої води (співвідношення рослинної сировини і води становить 0,375) поміщали в HD за допомогою конденсатора Лібіха, і ЕО екстрагували протягом 4,5 годин (поки не припинилося отримання ефірної олії). ЕО збирали у флакони бурштинового кольору, сушили під безводним сульфатом натрію та зберігали при 277 К.

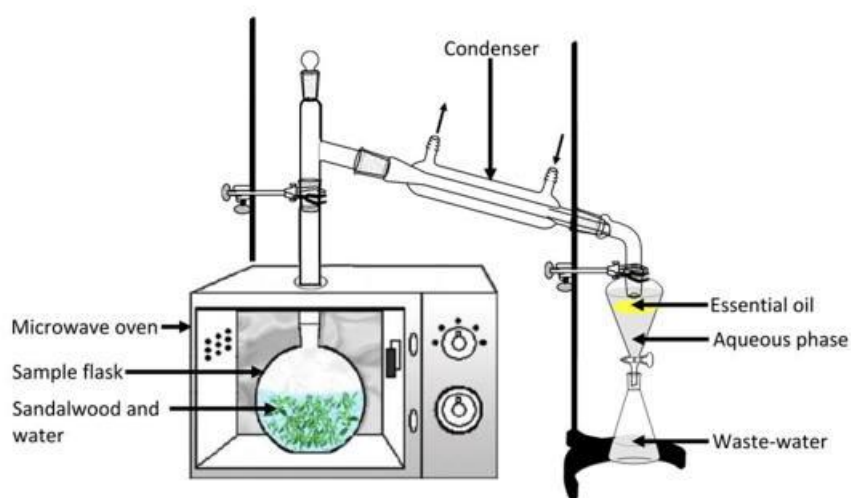


Рис.2.7. Схематичне зображення апарату мікрохвильової екстракції.

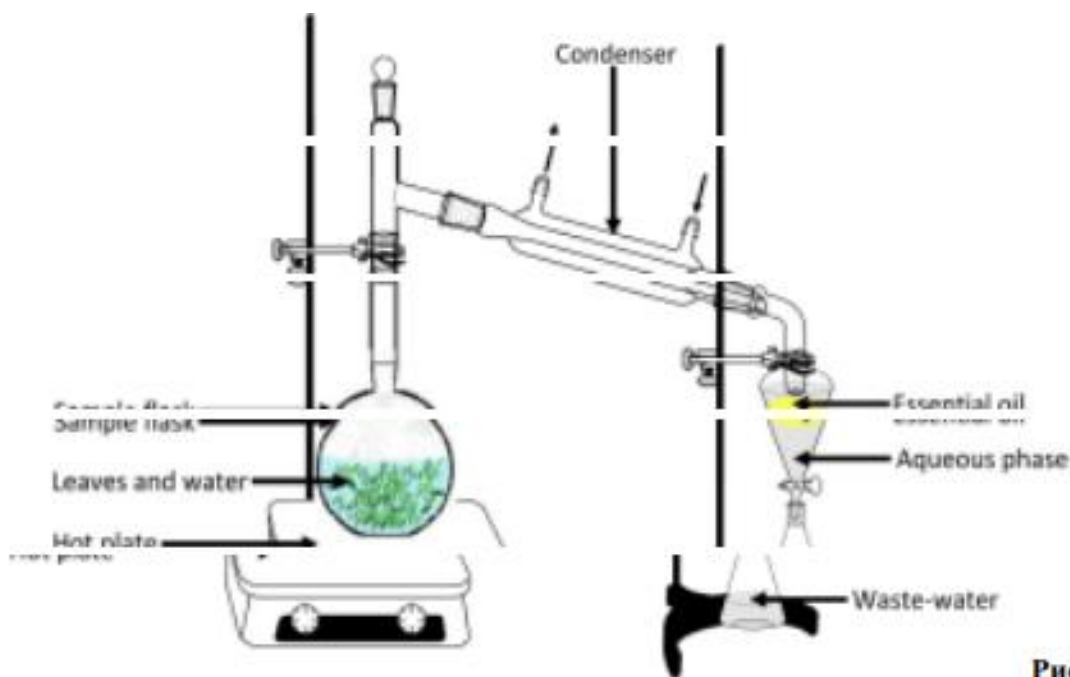


Рис. 2.

Рис. 2.8. Схематичне зображення апарату гідродистиляції, який використовується в цьому дослідженні

2.6. Вартість, енергія та екологія навколишнього середовища

Знижена вартість видобутку є очевидною перевагою для запропонованого методу SFME з точки зору енергії та часу. Енергія, необхідна для виконання двох методів екстракції, становить відповідно 4,5 кВт/год для HD і 0,25 кВт/год для SFME. У той же час, розрахункова кількість вуглекислого газу, що виділяється в атмосферу, значно більше у випадку HD (3600 г CO₂ на грам ефірної олії), ніж для SFME (200 г CO₂ на грам ефірної олії). Для гідродистиляції необхідний час екстракції 270 хв для нагрівання 6 кг води і 500 г рослинного матеріалу до температури екстракції з подальшим випаровуванням води та ефірної олії. Метод SFME вимагав нагрівання протягом 30 хвилин лише рослинного матеріалу та випаровування *in situ* води та ефірної олії рослинного матеріалу.

Вимірювання CO₂ викиди проводилися на основі процедур, згаданих у попередніх дослідженнях: щоб отримати 1 кВт-год енергії з вугілля або викопного палива, 800 г CO₂ будуть викидатися в атмосферу при їх спалюванні.

Скорочений час екстракції є явною перевагою для запропонованих методів SFME з точки зору вартості та енергії. Потреба в енергії, необхідна для

виконання методів екстракції, виходячи з енергоспоживання плити (в HD) і мікрохвильової печі (в SFME), враховуючи загальні періоди повного вилучення, становила 4,6935 кВт-год для HD і 0,2000 кВт-год для SFME (рис. 3). Лі *та ін.* [12] показав, що для енергетичних потреб SFME потрібно менше ніж 0,5 кВт*год для нормальної роботи, але звичайні методи витрачають більше 4,5 кВт*год. Відносне споживання електроенергії для виробництва 1 г EO в HD і SFME становило 29,3344 і 0,9452 кВт-год/г EO відповідно (рис. 3). Це вказує на значну економію витрат на вилучення при використанні SFME замість HD. Кобилка *та ін.* [13] повідомили, що енергія, необхідна для вилучення EO з розмарину, становила 4,50 кВт-год на грам EO в HD, але 0,25 кВт-год на грам EO в SFME.

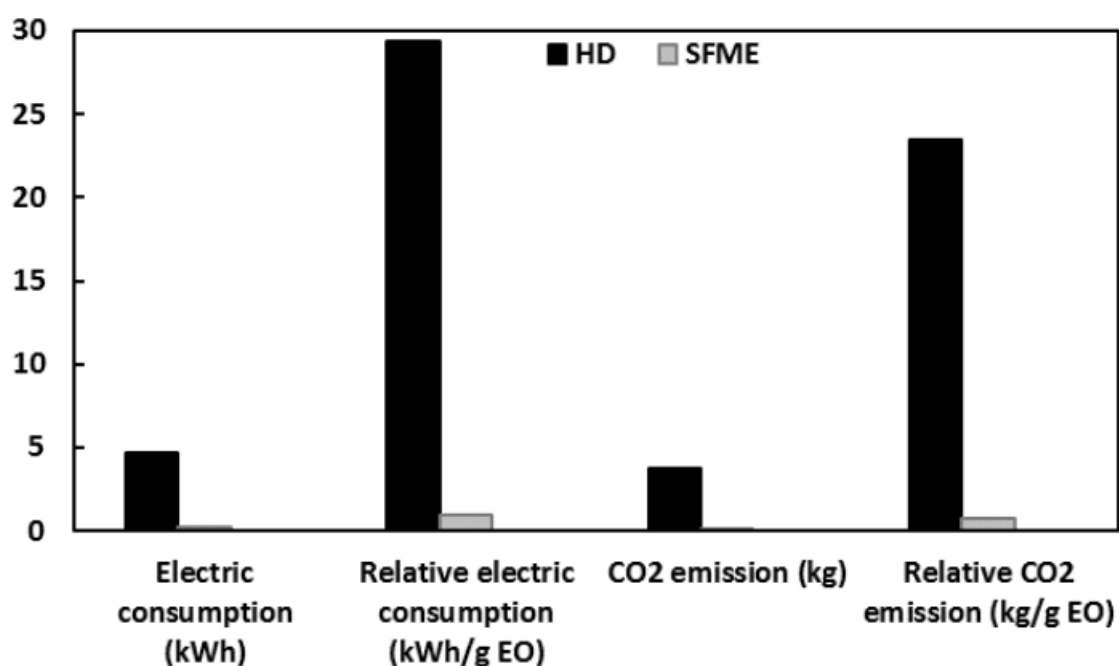


Рис. 2.9. Електроспоживання гідродистиляції (HD) та мікрохвильової екстракції без розчинників (SFME) ефірної олії (EO) з базилика (*Ocimum basilicum* L)

Що стосується впливу забруднення на навколишнє середовище, розрахункова кількість CO₂ викиди в атмосферу були вищими у випадку HD (3,7548 кг CO₂), ніж у SFME (0,1600 кг CO₂) (рис. 3). Відносні кількості CO₂ викиди, які є результатом виробництва 1 г EO, були вищими в HD (23,4675 кг

CO₂/г EO), ніж у SFME (0,7561 кг CO₂/г EO) (рис. 3). Цей висновок також показав, що існує значна різниця між SFME та HD з точки зору кількості CO₂ викидається в атмосферу для виробництва 1 г EO.

Крім того, стічні води були нижчими в SFME, ніж HD. Кобилка *та ін.* [13] показали, що кількість CO₂ викид в атмосферу був значно вищим у HD (3600 г CO₂/г EO), ніж у SFME (200 г CO₂/г EO). Крім того, Лі *та ін.* [12] повідомили, що кількість CO₂ розраховане відкидання в атмосферу вище у випадку HD (3600 г CO₂/г EO), ніж для SFME (200 г CO₂/г EO).

2.7. Результати та їх обговорення

Мікрохвильова екстракція без розчинників є оригінальною комбінацією мікрохвиль і сухої дистиляції. Апарат порівняно простий. Виділення та концентрування ефірних олій проводять в одну стадію. Таким чином, цей процес звільняє ефірну олію, яка випаровується водою на місці рослинного матеріалу. Після екстрагування ефірних олій їх можна проаналізувати безпосередньо за допомогою ГХ-МС без попереднього очищення чи заміни розчинника. [Таблиця 3](#) наведено вихід, час екстрагування, насичену киснем фракцію та хімічний склад ефірних олій базиліка, садової м'яти та чебрецю, екстрагованих SFME та HD.

2.7.1. Вихід і час екстракції

Однією з переваг методу SFME є швидкість. Температура екстракції дорівнює температурі кипіння води при атмосферному тиску (100 °C) як для методів екстракції SFME, так і для HD. [Рис. 2](#) показує температуру профілі під час SFME та HD ефірної олії ароматичних трав. Для досягнення температури екстракції (100 °C) і таким чином отримати першу краплю ефірної олії, необхідно нагрівати лише 5 хвилин з SFME порівняно з 90 хвилинами для HD. Як показано в [Таблиця 3](#) і [Рис. 2](#), час екстракції 30 хв за допомогою SFME забезпечує врожайність, порівнянну з виходом, отриманим через 4,5 год за допомогою HD, який є еталонним методом екстракції ефірної олії. Кінцевий вихід ефірних олій, отриманих SFME з трьох ароматичних трав, становив 0,029% для базиліка,

0,095% для хрусткої м'яти та 0,160% для чебрецю. Кінцевий вихід, отриманий за допомогою HD, становив 0,028% для базилика, 0,095% для хрусткої м'яти та 0,161% для чебрецю.

Вихід ефірних олій, екстрагованих SFME після 30 хвилин роботи, був більшим, ніж отриманий HD після 4,5 годин роботи (0,13% *проти*. 0,11% мас./мас.). Ці результати означають значну економію часу.

2.7.2. Порівняння експериментальних результатів екстракції ЕО базилика

Підрозділ стверджує, що більшість дослідників віддають перевагу звичайному методу HD типу Клевенджера для екстракції ЕО з базилика. [Таблиця 3](#) ілюструє, що вихід базилика ЕО коливався від 0,3% до 1,71%. Середня врожайність склала 1,1%. Оптимальний час перегонки – 3 години. Різниця у виході була зумовлена розміром зразка та часом дистиляції. Якщо час дистиляції недостатній, екстракція ЕО буде неповною. Найнижчий вихід 0,3% був помічений, коли 2500 г т (велика порівняльна маса) було екстраговано швидко (всього 1,5 години); можливо, відбулося неповне вилучення ЕО. Подібна ситуація була б визнана у випадку [Сінгх та ін. \(2019\)](#), де вихід становив лише 0,79%.

Таблиця 3.

N	Автор(и)	Розмір зразка (г)	Час дистиляції (год)	Метод дистиляції	Вихід дистиляції (%)
1.	Озджан і Чалчат (Озджан і Чалчат, 2018)	100	3	HD	1,71
2.	Wogiatzi та ін., (Wogiatzi та ін., 2011)	10	2	HD	01.Бер

3.	Озджан і Чалчат (Озджан і Чалчат, 2018)	100	3	HD	1,25
4.	Дев та ін., (Дев та ін., 2010)	250	3	HD	1,2
5.	Сінг та ін., (Сінг та ін., 2019)	3500	3	HD	0,79
6.	Аль-Маскрі та ін., (Аль-Маскрі та ін., 2011 рік)	2500	01.Тра	HD	0,3

Таблиця 4.

Показники	Гідролат базилику отриманий мікрохвильовою гідродистиляцією	Гідролат базилику отриманий апаратом Сокслетта
Час екстракції	30 хв	1,5 год
Колір	Безбарвний	Безбарвний
Запах	Трав'яний запах	трав'янистий запах
Прозорість	Прозорий	прозорий
pH	6.87 (слабо кисле)	6.46 (слабо кисле)

2.8. Висновки до другого розділу

Запропонований метод безсольвентної мікрохвильової екстракції є оригінальною комбінацією мікрохвильового нагріву та суха перегонка. Він містить більше цінних ефірних масел і дозволяє істотно економити енергію. Крім того, метод SFME пропонує важливі переваги порівняно з традиційними альтернативами, а саме: коротший час екстракції (30 хв для методу SFME проти

4,5 год для гідродистиляції), суттєву економію енергії та зменшення навантаження на навколишнє середовище (менше CO₂ відкидається в атмосферу). Усі ці переваги роблять SFME хорошою альтернативою для вилучення ефірної олії з ароматичних рослин.

Метод мікрохвильової екстракції (МАЕ) пропонує важливі переваги перед традиційною гідродистиляцією. Це швидше, ефективніше та має екологічний підхід. Ці причини роблять SFME перспективним інструментом для вилучення ефірних олій з ароматичних і лікарських рослин, що викликає велике занепокоєння в харчовій промисловості та ароматерапії

РОЗДІЛ 3. ВИЗНАЧЕННЯ ПОЛІФЕНОЛІВ

3.1. Загальмі відомості про фенольні сполуки.

Фенольні сполуки представляють собою одну з найчисленніших і найбільш розповсюджених груп біологічно активних речовин. Їх характерною особливістю є наявність ароматичних кілець, що містять гідроксильні групи — як у вільному, так і в зв'язаному стані. Ці речовини широко поширені у природі: їх можна знайти у фруктах, овочах, насінні, горіхах, квітках, корі дерев, різноманітних напоях, а також у харчових продуктах, які виготовляються з використанням натуральних компонентів.

Фенольні сполуки привертають значну увагу завдяки своїм багатогранним біологічним властивостям. Відомо, що вони здатні проявляти антиканцерогенну, антитромботичну, протизапальну, антимікробну, імуномодулюючу, знеболюючу та судинорозширювальну дію. Зацікавленість дослідників до поліфенолів постійно зростає, оскільки ці речовини мають потенціал як ефективні природні антиоксиданти, що можуть застосовуватися в харчовій промисловості та позитивно впливати на здоров'я людини. Їх користь, зокрема, пов'язана зі здатністю нейтралізувати вільні радикали, зменшуючи тим самим окислювальний стрес і захищаючи клітини організму від ушкоджень.

Для кількісного визначення вмісту фенольних сполук найчастіше використовується метод Фоліна-Чокальтьо. Цей аналітичний підхід базується на перенесенні електронів у лужному середовищі, внаслідок чого відбувається утворення інтенсивно синього забарвлення, інтенсивність якого прямо пропорційна концентрації фенольних сполук. Визначення проводиться спектрофотометрично, зазвичай у діапазоні довжин хвиль від 650 до 750 нм. Підвищення температури реакційної суміші до 37 °C дозволяє скоротити час досягнення максимального поглинання. Як стандартну речовину зазвичай

використовують галову кислоту, а результати аналізу подають у вигляді її еквіваленту (мкг/мл).

3.2. Приготування реактивів для визначення фенольних сполук методом Фоліна-Чокальтьо

Для проведення аналізу фенольних сполук був підготовлений ряд необхідних реактивів:

1. Реактив Фоліна-Чокальтьо (10 % водний розчин)

Було приготовлено 50 мл 10 %-го водного розчину реактиву Фоліна-Чокальтьо. З цієї кількості за допомогою мірної піпетки відібрано 5 см³ реактиву, який перенесено у мірну колбу об'ємом 50 см³. Потім об'єм доведено до мітки дистильованою водою і ретельно перемішано. Приготований розчин придатний до використання протягом одного робочого дня.

2. Розчин карбонату натрію (7,5 %)

Для отримання 200 мл 7,5 %-го розчину натрій карбонату (Na₂CO₃), було зважено 15 г речовини і внесено до мірної колби на 200 см³. До половини колби долито дистильовану воду, після чого суміш перемішувалась до повного розчинення. Розчин охолоджено до кімнатної температури, доведено об'єм до мітки і знову ретельно перемішано.

3. Стандартний розчин галової кислоти (1 мг/см³)

Для приготування стандартного розчину було зважено $0,110 \pm 0,001$ г моногідрату галової кислоти (молекулярна маса — 188,14 г/моль) і перенесено до мірної колби об'ємом 100 см³. Після розчинення у дистильованій воді об'єм доведено до мітки, розчин ретельно перемішано.

4. Робочий розчин галової кислоти (0,2 мг/см³)

З метою отримання розчину з концентрацією 0,2 мг/см³ було виконано розведення стандартного розчину у співвідношенні 1:5 (одна частина стандартного розчину + чотири частини води). Після додавання води суміш перемішано до однорідного стану.

3.3. Побудова калібрувальної кривої для визначення концентрації фенольних сполук

Розрахована концентрація галової кислоти в кожному з одержаних розчинів складала відповідно: 0,0; 2,0; 4,0; 8,0; 12,0; 16,0 та 40,0 мкг/см³.

Через 40 хвилин після додавання реагентів вимірювали оптичну густину кожного розчину на спектрофотометрі при довжині хвилі 746 нм, використовуючи кювети з товщиною світлопоглинаючого шару 5 мм. Як холостий зразок (розчин порівняння) використовували суміш 2 см³ реактиву Фоліна-Чокальтьо та 10 см³ 7,5 %-го розчину Na₂CO₃, доведену дистильованою водою до об'єму 25 см³.

За результатами вимірювань побудовано калібрувальну криву (рис. 3.2.), яка відображає залежність оптичної густини від концентрації галової кислоти у розчинах (С_о, мкг/см³). Отриманий графік використовується для визначення вмісту фенольних сполук у досліджуваних зразках за аналогічними умовами.

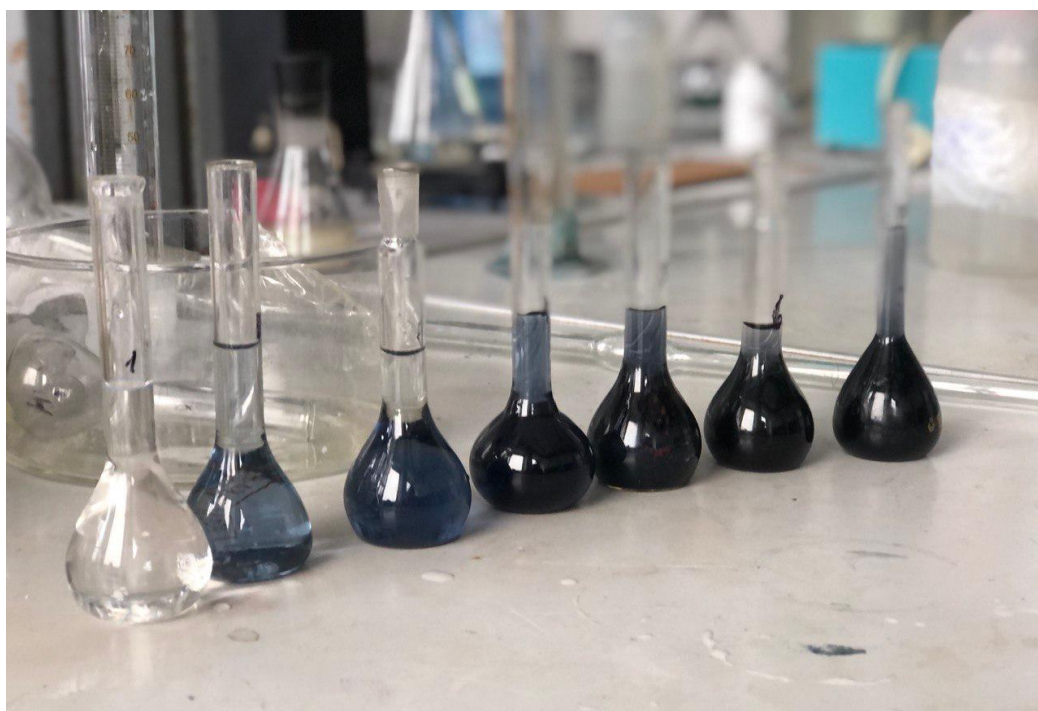


Рис.3.1. Фотометричні розчини

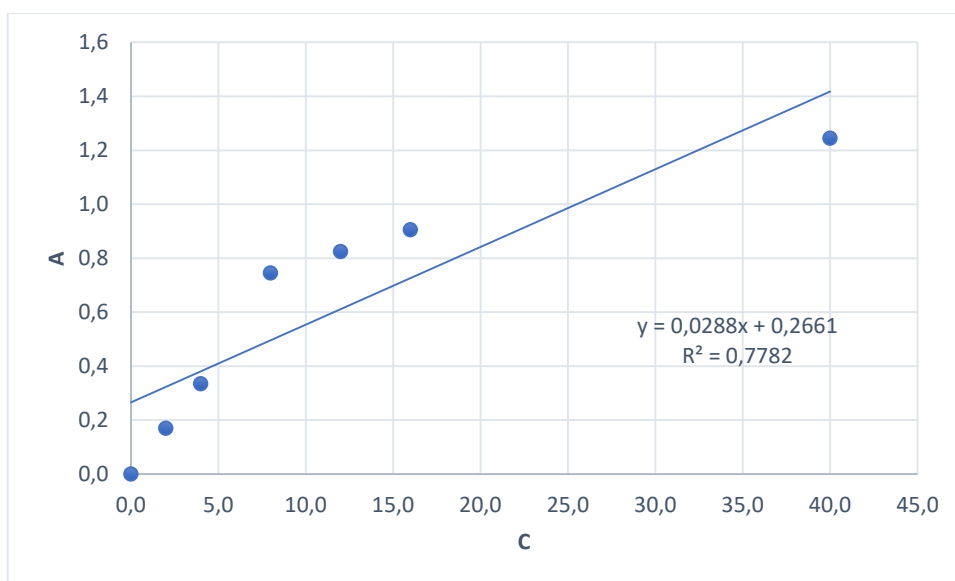


Рис.3.2. калібрувальний графік для визначення концентрації поліфенолів (мкг/л)

Із результатів даних калібрувальної кривої виведено рівняння, яке описує залежність концентрації галової к-ти від оптичної густини розчину [мкг/мл]:

$$A = 0,0288 \cdot C + 0,2661$$

$$C = \frac{A - 0,2661}{0,0288}$$

Підготовка проби до аналізу

Для підготовки проби базиліку до спектрофотометричного визначення вмісту поліфенолів за методом Фоліна-Чокальтьо, 1,0 см³ екстракту базиліку переносили за допомогою мірної піпетки у мірну колбу об'ємом 100 см³. Після цього об'єм доводили дистильованою водою до мітки, і розчин ретельно перемішували до однорідного стану.

Методика визначення поліфенолів

З підготовленої проби відбирали аліквоту, що відповідала концентраційному діапазону 0,0–12,0 мкг/мл у перерахунку на галову кислоту, у мірну колбу на 25 см³. До проби додавали 2 см³ реактиву Фоліна-Чокальтьо, а

через декілька хвилин — 10 см³ 7,5 % розчину натрію карбонату (Na₂CO₃). Потім об'єм доводили дистильованою водою до мітки та перемішували.

Оптичну густину утворених розчинів вимірювали через 40 хвилин на спектрофотометрі при довжині хвилі 746 нм. Вимірювання проводили у кюветах з товщиною шару 5 мм. В якості контрольного зразка використовували розчин, що містив 2 см³ реактиву Фоліна-Чокальтьо і 10 см³ 7,5 % розчину Na₂CO₃, доведений дистильованою водою до об'єму 25 см³.

Розрахунок концентрації поліфенолів у пробі

Концентрація фенольних сполук у розчині зразка (C_x) обчислюється за калібрувальним рівнянням регресії ($K_p = V_k / V_a$):

$$C'_x = \frac{A_x - 0,0068}{0,02635} \cdot K_p$$

3.4. Обробка результатів

Вміст поліфенолів у зразку розраховували за наступною формулою:

$$C_{\text{polyphenols}} = (C'_x \cdot V_{\text{ext}} \cdot K_p) / (m_{\text{sample}} \cdot 1000) - [\text{мг/г}],$$

де C_x , - концентрація поліфенолів визначена за формулою 2, (мкг/мл);

V_{ext} — об'єм екстракту, (мл);

K_p – коефіцієнт розведення (1:100);

m_{sample} – маса наважки зразка (г);

1000 – коефіцієнт перерахунку з мкг у мг.

Визначення вмісту поліфенолів для екстракту базиліку, отриманим мікрохвильовою гідродистиляцією:

$$C = \left(\frac{0,298 - 0,2661}{0,0288} \right) \times 100 = \left(\frac{0,0319}{0,0288} \right) \times 100 \approx 110,76 \text{ мкг/мл}$$

$$C_{\text{polyphenols}} = \frac{110,76 \cdot 1 \cdot 100}{45 \cdot 1000} = \frac{11076}{45000} \approx 0,2461 \text{ мг/г}$$

Визначення вмісту поліфенолів для екстракту базиліку, отриманим гідродистиляцією за допомогою апарата Сокслетта:

$$C = \left(\frac{0,294 - 0,2661}{0,0288} \right) \cdot 100 = \left(\frac{0,0279}{0,0288} \right) \cdot 100$$

$$C \approx 0,9688 \cdot 100 = 96,88 \text{ мкг/мл}$$

$$C_{\text{polyphenols}} = \frac{96,88 \cdot 1 \cdot 100}{45 \cdot 1000} = \frac{9688}{45000} \approx 0,2153 \text{ мг/г}$$

ВИСНОВКИ

У ході виконання дипломної роботи було досліджено два методи екстракції ефірних олій з базиліку: традиційну гідродистиляцію з використанням апарата Сокслетта та сучасну мікрохвильову гідродистиляцію. Проведене дослідження дозволило порівняти ефективність цих методів за кількісним вмістом поліфенольних сполук у отриманих екстрактах.

1. Гідродистиляція є ефективним методом вилучення ефірних олій із рослинної сировини, при цьому мікрохвильова гідродистиляція демонструє ряд переваг:

- скорочення часу екстракції;
- зменшення втрат термолабільних компонентів;
- потенційно вища вихідність активних речовин.

2. Вміст поліфенольних сполук у зразках був визначений спектрофотометричним методом із використанням реактиву Фоліна-Чокальтьо. За результатами калібрувального графіка побудовано рівняння регресії, за яким розраховано концентрацію поліфенолів у кожному екстракті.

3. Результати кількісного аналізу свідчать про те, що мікрохвильова гідродистиляція забезпечує вищий вміст поліфенолів у екстракті, порівняно з класичним методом Сокслетта. Це підтверджує ефективність мікрохвильового нагрівання для збереження біологічно активних речовин.

4. Отримані дані можуть бути використані для подальших досліджень у сфері розробки натуральних екстрактів для фармацевтичного, косметичного та харчового застосування.