

بازیافت اسانس از محیط‌های آبی با استفاده از برج استخراج Oldshue- Rushton

محمد حسن ایکانی*⁺، فرشته گل محمد

تهران، سازمان پژوهش‌های علمی و صنعتی ایران، پژوهشکده صنایع شیمیایی، صندوق پستی ۳۵۳۸-۱۵۸۱۵

سوسن روشن ضمیر

تهران، دانشگاه علم و صنعت ایران، پژوهشکده سبز

حسین نوری

کاشان، دانشگاه آزاد اسلامی، دانشکده فنی

چکیده: در این تحقیق، فرایند استخراج مایع-مایع برای بازیافت اجزای سازنده اسانس گل سرخ (*Rosa damascena*) از محیط‌های آبی به وجود آمده در حین فرایند تقطیر با آب، مورد مطالعه قرار گرفت. در ابتدا شناسایی اجزای سازنده اسانس انتقال یافته به فاز آب و ترکیب درصد آن با استفاده از تجزیه GC-MS به انجام رسید و ماده ۲- فنیل اتانول به عنوان جزء غالب شناسایی شد. برای انجام فرایند استخراج مایع-مایع، طراحی و ساخت یک برج در مقیاس پنج و ازنوع Oldshue-Rushton با ظرفیت ۲۷۰ لیتر بر ساعت انجام شد. آزمایش‌های ارزیابی عملکرد سیستم با استفاده از حلال نرمال-هگزان صورت گرفت. میزان بازدهی استخراج اسانس در حد ۷۵ درصد تعیین شد. فرآورده به دست آمده از نظر کیفی و با تجزیه GC-MS مورد ارزیابی قرار گرفت. نتیجه‌ها نشان دهنده بازیافت موفقیت آمیز اجزای با ارزش اسانس گل سرخ از محیط آبی بوده است.

واژه های کلیدی: استخراج مایع-مایع، برج Oldshue- Rushton، اسانس، گل سرخ.

KEY WORDS: Liquid-liquid extraction, Oldshue- Rushton Column, Essential oil, Rosa damascena.

مقدمه

روغن‌های اسانسی^(۱) و یا به اختصار اسانس‌ها ترکیب‌هایی معطر هستند که در اجزای متفاوت برخی از گیاهان تولید و ذخیره می‌شوند. اسانس‌ها مخلوطی پیچیده از ترکیب‌های شیمیایی آلی بوده و مهم‌ترین اجزای آنها شامل ترپین‌ها، دی ترپین‌ها، سزکوئی ترپین‌ها

و مشتقات اکسیژنه آنها هستند. این ترکیب‌ها به طور معمول از

علمی پژوهشی

اسانس از فاز آبی یک، تقطیر مجدد آن است. اسانس به دست آمده از تقطیر مجدد فاز آبی یک، اسانس ثانویه^(۱۰) و فاز آبی مجاور اسانس ثانویه، فاز آبی دو^(۱۱) نامیده می‌شوند. فاز آبی دو، به عنوان

بو و مزه تندی برخوردار بوده و وزن مخصوص آنها اغلب از آب کمتر است [۱]. امروزه بیش از ۱۵۰ نوع اسانس مختلف در مقیاس صنعتی در حال تولید است. اگرچه کل مقدار اسانس تولیدی در صنایع اسانس‌گیری در مقایسه با ظرفیت واحدهای استاندارد تولید مواد شیمیایی بسیار اندک است، ولی همین مقادیر، به عنوان مواد

+E-mail: Eikani@irost.org

(۱) Essential oils

اولیه بسیاری از صنایع تولید کننده عطر و طعم مورد استفاده قرار می‌گیرند. فرایند جداسازی اسانس‌ها از گیاهان به روش‌های متفاوتی چون تقطیر^(۱) شامل تقطیر با آب، تقطیر با بخار آب و یا ترکیبی از این دو، فشردن^(۲)، و استخراج^(۳) شامل خواباندن گل در لابلای چربی^(۴)، خیساندن گل در چربی داغ^(۵)، و استفاده از حلال‌های فرار صورت می‌گیرد [۲]. امروزه روش‌های جدیدتری برای دستیابی به کمیت مناسب‌تر و کیفیت بالاتر از اسانس در دست مطالعه بوده و سعی محققین بر آن است تا این روش‌ها، در عین مزایای جدیدی که در اختیار می‌گذارند، بتوانند از نظر اقتصادی نیز با روش‌های مرسوم رقابت کنند. از جمله جدیدترین روش‌های مطرح در این زمینه می‌توان به استخراج به وسیله سیال فوق بحرانی^(۶) و استخراج به روش آب فوق گرم^(۷) اشاره کرد [۳ و ۴].

در میان روش‌های مرسوم، فرایند تقطیر، قدیمی‌ترین و متداول‌ترین روش به‌شمار می‌آید. انجام این فرایند در عین دارا بودن مزیت‌های فراوان فنی و اقتصادی نسبت به سایر روش‌های اسانس‌گیری، مشکلاتی را نیز برای تولیدکنندگان به همراه می‌آورد. با انجام این فرایند، بخشی از اسانس گیاه به‌طور عمده شامل اجزای با ارزش اکسیژنه و معطر، به دلیل حلالیت خود، در کندانسور و ظرف جمع‌آوری فرآورده، به فاز آب تقطیر یافته منتقل می‌شوند. در بسیاری از موارد، فاز آبی معطر به‌وجود آمده، خود به‌عنوان یک فرآورده فرعی مطلوب به بازار مصرف ارایه می‌شود. در عین حال، با توجه به ملاحظه‌های اقتصادی از یک سو و کیفیت مورد نظر برای فرآورده نهایی از سوی دیگر، گاهی ضروری است تا با استفاده از روش‌های مناسب، این بخش از اسانس حتی الامکان از فاز آبی بازیافت شود. اسانس گل سرخ با ارزش اقتصادی بالای خود، یکی از بارزترین نمونه‌ها در این زمینه است [۵]. در فرایند اسانس‌گیری از گل سرخ، اسانس حاصل در مرحله نخست تولید که شامل انجام فرایند تقطیر بر گلبگ‌های گل سرخ می‌باشد، اسانس اولیه^(۸) و فاز آبی مجاور، فاز آبی یک و یا گلاب^(۹) خوانده می‌شوند. در صنایع اسانس‌گیری، روش متداول برای بازیافت

یک فرآورده جانبی، هنوز حاوی بخش قابل توجهی از اجزای گل سرخ بوده که جداسازی آنها از نظر اقتصادی توجیه‌پذیر است. لذا سعی در یافتن روشی مناسب برای بازیافت هرچه بیشتر اسانس از آن، از بعد صنعتی حایز اهمیت خواهد بود.

استخراج مایع- مایع در مقیاس آزمایشگاهی و برای شناسایی کمی و کیفی اسانس موجود در فازهای آبی و به‌وسیله حلال‌های متداولی چون دی کلرومتان، به‌طور معمول مورد استفاده قرار می‌گیرد. بر اساس مطالعه کتابخانه‌ای صورت گرفته، امکان به‌کارگیری فرایند استخراج مایع- مایع در مقیاس‌های بزرگ‌تر، تاکنون برای جداسازی اسانس از فازهای آبی مورد بررسی قرار نگرفته است. شایان ذکر است که در موردهای مشابه، همچون حذف آلاینده‌های زیست محیطی (ترکیب‌های آروماتیک مانند فنل) از پساب واحدهای صنعتی، به‌کارگیری این فرایند شناخته شده و متداول است [۶]. با نگرشی مشابه، این روش برای بازیافت اجزای اسانسی باقی مانده در فازهای آبی ایجاد شده در صنایع اسانس‌گیری نیز می‌تواند قابل استفاده باشد.

در تحقیق حاضر، برای نخستین بار، فرایند استخراج مایع- مایع در مقیاس پنج و با به‌کارگیری یک برج استخراج نمونه از نوع Oldshue-Rushton برای جداسازی اجزای سازنده اسانس گل سرخ از فازهای آبی، معرفی و به‌شکل تجربی مورد مطالعه قرار گرفته است.

مباحث نظری

برج های استخراج مایع- مایع

تنوع برج‌های استخراج مایع- مایع که تاکنون در عملیات واحد مهندسی به‌کار گرفته شده‌اند، بسیار است. به‌طور معمول، در انتخاب یک برج استخراج مایع- مایع عواملی چون پایداری و زمان اقامت، میزان ورودی خوراک و حلال، مشخصات ته نشینی حلال، تعداد مراحل تعادلی مورد نیاز، هزینه‌های سرمایه‌گذاری

متصل به موتور اصلی گرداننده، قرار می‌گیرند. هرچند که روش دقیقی برای طراحی این برج توسط سازندگان به‌صورت عمومی ارایه نشده است، ولی اصول کلی طراحی و افزایش مقیاس مورد اشاره قرار گرفته‌اند [۹].

مشخصات برج استخراج ساخته شده

روش استاندارد طراحی برج‌های استخراج مایع-مایع بر مبنای فرض جریان‌های ناهمسو در حالت پیستونی کامل^(۴)

استوار است [۷]. شایان ذکر است که طراحی دقیق ابعاد و ظرفیت برج‌های استخراج مایع-مایع با حل هم‌زمان مدل‌های مربوط به هیدرودینامیک و انتقال جرم در سیستم و با در نظر گرفتن اثر اختلاط محوری صورت می‌پذیرد [۱۰].

Oldshue و Rushton در تحقیقی بر سیستم آب (فاز پیوسته) و تولوئن (فاز پراکنده)، برای برجی با قطر ۱۵۰ میلی‌متر دارای ۸ محفظه استخراجی هر یک به ارتفاع ۷۵ میلی‌متر و شار کلی ۳/۲۴ لیتر بر متر مربع در ثانیه، حداقل ارتفاع معادل بایک مرحله تعادلی (HETS) را برابر ۹۲/۷ میلی‌متر گزارش کردند [۸]. این اعداد نشان دهنده بازدهی ۸۱ درصد در هر مرحله است. با توجه به نتیجه‌های به‌دست آمده در تحقیق بالا و ابعاد مناسب سیستم یاد شده در حد یک سیستم پنج، ساخت یک برج استخراج با ابعادی تا حد امکان نزدیک به برج یادشده مدنظر قرار گرفت.

با استفاده از معادله‌های Kremser، تعداد مراحل تعادلی در حالت ایده آل به شرح ذیل محاسبه شد. برای تعیین ضریب توزیع حل شونده در نرمال-هگزان، از استخراج ساده مایع-مایع استفاده شد. با توجه به میزان قابل توجه جزء اسانسی ۲-فنیل اتانول، برای تعیین ضریب توزیع مورد نیاز در محاسبه‌های طراحی، فرض شد که اسانس گل سرخ در فاز آبی تنها متشکل از این ماده باشد. بدین ترتیب، آزمایش استخراج مایع-مایع با استفاده از ۲۰ میلی‌متر حلال و ۲۵۰ میلی‌لیتر از یک خوراک پیش ساخته با غلظت ۱۰۰۰ میلی‌گرم بر لیتر از ۲-فنیل اتانول انجام شد. در پایان کار استخراج، غلظت این ماده در فاز حلال و پس‌ماند به ترتیب با GC و UV محاسبه شد. با تعیین درصد وزنی در هر یک از فازها، و تقسیم درصد وزنی ۲-فنیل اتانول در حلال به همین مقدار در پس‌ماند، ضریب توزیع حل شونده برابر ۵/۸

و نگهداری و فضای قابل دسترس در محل نصب، مورد توجه قرار می‌گیرند. در مجموعه برج‌های موجود، تماس فازها به‌طور کلی از دو طریق نیروی جاذبه^(۱۲) و یا نیروی سانتریفیوژ^(۱۳) امکان‌پذیر می‌شود. در این میان، تماس فازی با استفاده از نیروی جاذبه بیشتر

(۱) Distillation	(۶) Supercritical fluid extraction
(۲) Expression	(۷) Superheated water extraction
(۳) Extraction	(۸) First oil
(۴) Eufleurage	(۹) Rose water
(۵) Maceration	(۱۰) Second oil

متداول بوده و به‌طور عمده از راه برج‌های غیر هم‌زده^(۱)، برج‌های ضربانی^(۲) و برج‌های با هم‌زن مکانیکی^(۳) صورت می‌گیرد. در این میان، برج‌های با هم‌زن مکانیکی به دلیل بالاتر بودن سرعت انتقال جرم تاکنون کاربردهای صنعتی بیشتری داشته‌اند. در یک نگاه کلی، مشاهده می‌شود که برج‌های با هم‌زن مکانیکی که امروزه در صنعت مورد استفاده قرار می‌گیرند، به‌طور عمده با مشخصاتی چون شار ۴/۲ تا ۸/۳ لیتر بر متر مربع در ثانیه، ارتفاع معادل با یک مرحله تعادلی از ۳۰ تا ۶۰ سانتی‌متر، بازدهی در هر مرحله بین ۸۰ تا ۱۰۰ درصد و فاصله بین مراحل از ۳۰ تا ۶۰ سانتی‌متر گزارش شده‌اند [۷].

برج استخراج Oldshue-Rushton

در این تحقیق، با بررسی زمینه‌های کاربرد و مقایسه عمومی برج‌های استخراج موجود در صنعت، و با توجه به هدف جداسازی اجزای اسانس موجود در فازهای آبی، و با در نظر گرفتن سهولت ساخت و مشخصه بارز مطمئن بودن روش‌های ارایه شده برای افزایش مقیاس تا مراحل صنعتی، برج استخراج Oldshue-Rushton به‌عنوان نمونه و در نخستین قدم در توسعه روش استخراج مایع-مایع در صنایع اسانس‌گیری، انتخابی مناسب تشخیص داده شد [۸]. برج استخراج Oldshue-Rushton یکی از برج‌های با هم‌زن مکانیکی با قابلیت‌های بالاست. این برج در اوایل دهه پنجاه میلادی توسعه یافت و تاکنون در موارد بسیار متنوعی مورد استفاده قرار گرفته است. برج‌هایی از این نوع برای انجام فرایند استخراج مایع-مایع با قطری نزدیک به ۳ متر نیز ساخته شده‌اند. این برج دارای مجموعه محفظه‌هایی است که به‌وسیله‌ی بافل‌های افقی متصل شده به یکدیگر با تیغه‌های عمودی، در داخل برج نصب شده‌اند. در داخل هر محفظه یک هم‌زن از نوع توربینی تعبیه شده است. مجموعه هم‌زن‌ها روی یک محور مرکزی

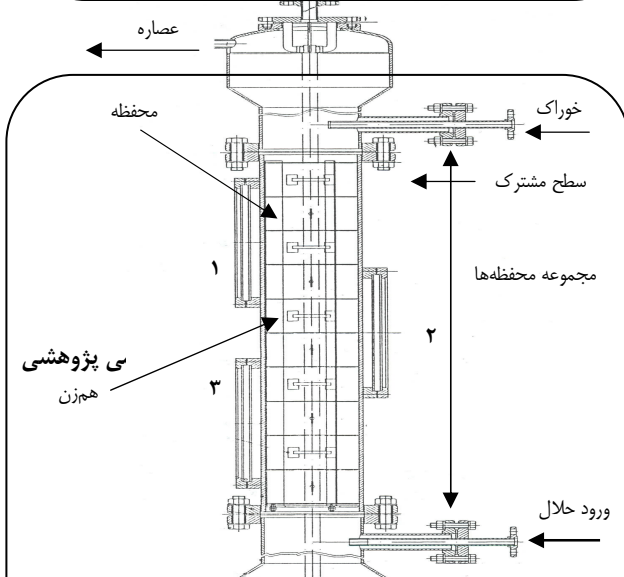
استحصال فازهای آبی، فرایند تقطیر با آب در فشار اتمسفریک بوده است.

تجزیه

شناسایی اجزای اسانس استخراج شده از فازهای آبی، با تجزیه GC-MS به وسیله یک دستگاه Saturn ۳۴۰۰ (وزارت جهاد کشاورزی، سازمان جنگل‌ها و مراتع - آزمایشگاه فیتوشیمی) انجام شد. شرایط کاری بخش GC دستگاه شامل: نوع ستون DB-۵ با طول ۳۰ متر، گاز حامل هلیوم با دبی ۱ میلی‌لیتر بر دقیقه، دمای دتکتور ۲۴۰ درجه سانتی‌گراد، دمای محل تزریق ۲۵۰ درجه سانتی‌گراد، دمای خط انتقال ۲۶۰ درجه سانتی‌گراد و دمای ستون ۶۰ تا ۲۴۰ درجه سانتی‌گراد با سرعت رشد ۳ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه بوده و شرایط MS - ۱ -

جدول ۱- مشخصات دستگاه استخراج.

مشخصات	استخراج کننده
۲۷۰ lit/hr	ظرفیت کلی
۳٫۴ lit/m ^۲ .s	شارکلی
۲۷۳ mm	قطر بخش های بالایی و پایینی برج
۱۶۸ mm	قطر بخش میانی برج
۲۶۴ mm	فاصله محل ورود خوراک و خروج عصاره
۱۵۰ mm	فاصله محل ورود خوراک و بالاترین محفظه
۱۵۰ mm	فاصله محل ورود حلال و پایین ترین محفظه
۱۰۰ mm	ارتفاع هر محفظه
۱۰	تعداد محفظه ها
۱۰۶۶ mm	ارتفاع کل مجموعه محفظه ها
۸۴ mm	قطر خارجی همزن ها
۹۰ mm	قطر روزنه در هر مرحله (stage opening)
۲۵ mm	قطر فیلتر اصلی همزن



به دست آمد. با فرض سرعت حجمی جریان فاز آبی به عنوان فاز پیوسته برابر ۱۸۰ لیتر بر ساعت، سرعت حجمی جریان نرمال - هگزان به عنوان فاز پراکنده ۹۰ لیتر بر ساعت، غلظت فاز آبی برابر ۳۰۰ میلی‌گرم بر لیتر، و فرض جداسازی حل شونده به میزان ۹۹ درصد مقدار موجود در خوراک، تعداد مراحل تعادلی با کمک معادله‌های Kremser، برابر ۷/۵۷ محاسبه شد. با توجه به حداکثر بازدهی در برج‌های Oldshue-Rushton، تعداد محفظه‌ها برابر ۱۰ مناسب تشخیص داده شد. در جدول ۱، مشخصات کلی برج استخراج ساخته شده دیده می‌شود.

(۱) Unagitated columns

(۲) Pulsed columns

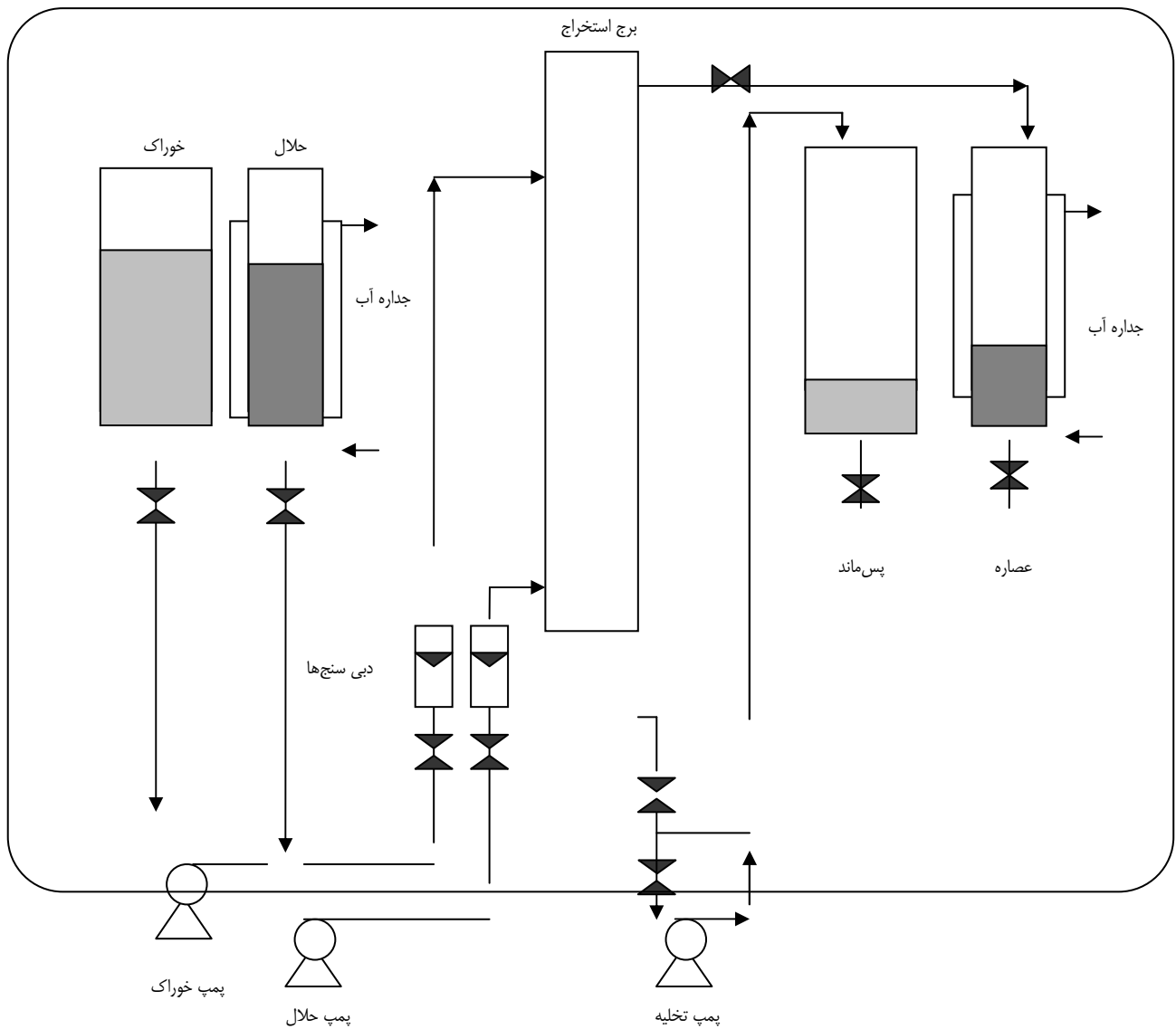
جنس کلیه قطعه‌های برج استنلس استیل ۳۰۴ در نظر گرفته شد. روی بدنه برج سه دریچه بازبینی نصب شد تا نحوه ا. ۴۵ شکل جریان و اندازه ذره‌ها قابل مشاهده باشند. در شکل ۱ شمای کلی برج استخراج نشان داده شده است. واحدهای جانبی برج استخراج شامل ظرف خوراک با حجم ۱۰۰ لیتر، ظرف حلال دو جداره و خنک شونده با آب به حجم ۲۰ لیتر، ظرف پس ماند با حجم ۱۰۰ لیتر و ظرف عصاره دو جداره و خنک شونده با آب به حجم ۲۰ لیتر بوده‌اند. تمامی ظرف‌ها از جنس استنلس استیل ۳۰۴ ساخته شد. پمپ‌های خوراک، حلال و تخلیه هرسه از نوع ۶۰ Pedrollo PKm با توان ۰/۳۷ کیلووات انتخاب شدند. پمپ‌های مذکور دارای آب‌دهی ۵ لیتر بر دقیقه در ارتفاع ۳۸ متر و آب‌دهی ۴۰ لیتر بر دقیقه در ارتفاع ۵ متر هستند. دبی سنج‌ها با دامنه اندازه‌گیری جریان از ۱ تا ۹ لیتر بر دقیقه در نظر گرفته شدند. کلیه بخش‌های سیستم روی یک چارچوب فلزی نصب شدند. شمای کلی سیستم و نحوه ارتباط بخش‌های متفاوت در شکل ۲ نشان داده شده است.

بخش تجربی

مواد اولیه

ماده ۲- فنیل اتانول (Merck) به عنوان جزء حل شونده در نظر گرفته شد. حلال‌های مورد استفاده دی کلرومتان (Merck) و نرمال - هگزان (با خلوص صنعتی) بوده‌اند. شناسایی و تعیین مقدار اجزای سازنده اسانس گل سرخ موجود در فازهای آبی یک و دو، با استفاده از نمونه‌هایی که در اواسط بهار در شرکت باریج اسانس (کاشان- مشهد ارده‌ها) تولید شده بود، صورت گرفت. روش

شکل ۱- برج استخراج ساخته شده از نوع Oldshue-Rushton.
(۱، ۲ و ۳: دریچه های بازبینی).



شکل ۲- طرح کلی سیستم استخراج مایع - مایع.

۱۳۶۲	۲/۳۳	۱/۵۵	Eugenol
۱۶۸۲	-	۱/۲۷	n-Heptadecane
۱۸۷۰	-	۰/۴۹	Hexadecan-1-ol
۱۸۹۳	-	۳/۳۰	n-Nonadecane

* اندیس‌های ماند (Retention index) محاسبه شده برحسب

C_4 تا $C_{۲۳}$ با ستون DB ۵.

پس از تبخیر حلال در ۴۰ درجه سانتی‌گراد و توزین اسانس باقی‌مانده، پس از دوبار تکرار و متوسط‌گیری، به ترتیب برابر ۳۳۰ و ۳۰۰ میلی‌گرم بر لیتر تعیین شد. چنانکه مشاهده می‌شود، ماده ۲- فنیل اتانول جزء غالب تشکیل دهنده اسانس موجود در فازهای آبی یک و دو است.

انتخاب حلال

انتخاب نوع حلال یکی از مهم‌ترین عوامل در فرایند استخراج مایع-مایع است. در این تحقیق سعی شد تا از حلالی استفاده شود که مضر نبوده و برای استخراج اجزای تشکیل دهنده فاز آبی مجاز باشد [۱۱]. در این میان، نرمال-هگزان به دلیل قدرت حلالیت به نسبت مناسب در قبال اجزای اسانسی، عدم سمیت، نقطه جوش پایین، تفاوت چگالی مناسب با آب و حلالیت ناچیز در آب، مورد انتخاب قرار گرفت. مشخصات فیزیکی حلال نرمال-هگزان در جدول ۳ آورده شده است.

ارزیابی عملکرد سیستم

راه‌اندازی سیستم با استفاده از فاز آبی دو با غلظت ۳۰۰ میلی‌گرم بر لیتر صورت گرفت. شرایط عملیاتی هنگام راه‌اندازی سیستم با شرح جدول ۴ بوده است. برای کار با سیستم، ابتدا پمپ خوراک روشن و برج استخراج

۱.۸.۱. آبی دو، دقیقاً تاسطح برگشت حلال به ظرف عصاره پر شد. ۴۸ ب در برج استخراج به وسیله آب نماهای تعبیه شده در بالا و پایین برج و همچنین سه عدد دریچه بازبینی نصب شده روی بدنه برج قابل مشاهده و کنترل بود. سپس هم‌زن اصلی دستگاه که تمام هم‌زن‌های توربینی داخل محفظه‌های استخراجی در داخل برج به آن متصل هستند، روشن شد. دور هم‌زن با توجه به ابعاد سیستم به نسبت بالا و برابر ۶۰۰ دور در دقیقه در نظر گرفته شد. بالا بودن دور برج‌هایی با هم‌زن مکانیکی، باعث کاهش پدیده

شامل: انرژی یونیزاسیون ۷۰ الکترون ولت، دامنه جرم ۴۰ تا ۴۰۰ amu، و مداخله EI بوده است.

تجزیه‌های GC برای تعیین مقدار اجزای شناسایی شده با استفاده از یک دستگاه Varian CP۳۸۰۰ (شرکت باریج اسانس - کاشان) صورت گرفت. شرایط کاری دستگاه GC استفاده از دکتور FID، نوع ستون CPA با طول ۶۰ متر، گاز حامل N_2 با فشار ۱۰ psi و دبی ۱/۲ میلی‌لیتر بر دقیقه، دمای دکتور ۲۸۰ درجه سانتی‌گراد، دمای محل تزریق ۲۶۵ درجه سانتی‌گراد و دمای ستون از ۵۰ تا ۲۵۰ درجه سانتی‌گراد با سرعت رشد ۳ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه بوده است.

برای اندازه‌گیری غلظت ۲- فنیل اتانول در خوراکی‌های آبی در آزمایش‌های استخراج ساده مایع-مایع، از یک دستگاه اسپکتروفوتومتر UV از نوع Pye Unicam مدل SP۴۰۰۰ استفاده شد. اندازه‌گیری میزان جذب در یک سل یک سانتی‌متری در طول موج ۲۵۸ نانومتر به انجام رسید.

نتیجه‌ها و بحث

خوراک‌های آبی

برای شناسایی و تعیین مقدار اجزای اسانسی فازهای آبی، مقدار ۲۰ میلی‌متر از فاز آبی و برای دوبار با استفاده از ۱۰ میلی‌متر حلال دی‌کلرومتان تحت استخراج ساده با حلال قرار گرفته و فاز حلال پس از آب‌گیری با سدیم سولفات بدون آب و فیلتر کردن، مورد تجزیه GC-MS و GC قرار گرفت. برای مقایسه، فازهای یک و دو مورد تجزیه قرار گرفتند. مقدارهای متوسط‌گیری شده اجزای شناسایی شده در جدول ۲ آورده شده است. در آزمایشی مشابه، غلظت اسانس در فازهای آبی یک و دو جدول ۲- تجزیه اسانس استخراج شده از فازهای آبی یک و دو با حلال دی‌کلرومتان.

جزء سازنده	فاز آبی یک درصد (%)	فاز آبی دو درصد (%)	اندیس ماند * ۴۷
o-Cresol	۲/۷۷	۲/۶۲	۱۰۵۳
Linalool	۰/۶۶	-	۱۰۹۸
2-phenylethanol	۸۴/۲۲	۹۱/۴۹	۱۱۱۷
α -terpineol	۰/۳۹	-	۱۱۹۲
Citronellol	۲/۹۰	۱/۶۰	۱۲۳۰
Geraniol	۲/۴۲	۱/۹۵	۱۲۶۰

آب‌گیری با سدیم سولفات بدون آب و صاف‌کردن، روی نمونه فراورده نهایی انجام شد. نتیجه‌ها در جدول ۵ دیده می‌شود. چنانکه مشاهده می‌شود، اسانس بازیافت شده حاوی ترکیب‌های با ارزشی چون ۲- فیل اتانول (۴۵/۹۹ درصد)، سیترونلول (۱۰/۷۳ درصد)، نرول (۴/۱۲ درصد)، ژرانیول (۱۶/۱۹ درصد) و اوژنول (۷/۹۳ درصد) است. این اجزاء در مجموع بخش مهمی از اجزای اسانس گل سرخ هستند. چنانکه مشاهده می‌شود، با استفاده از سیستم استخراجی به کار گرفته شده، این اجزاء با بازدهی مناسب از فاز آبی قابل بازیافت هستند.

نتیجه‌گیری

نتیجه‌های حاصل از این تحقیق نشان‌دهنده آن است که فرایند استخراج مایع - مایع با استفاده از حلال نرمال - هگزان می‌تواند با موفقیت در بازیافت اجزای اسانس از فازهای آبی مورد استفاده قرار گیرد. همچنین، نشان داده شد که برج استخراج Oldshue- Rushton، می‌تواند با بازدهی مناسب در جداسازی اجزای اسانس گل سرخ مورد استفاده قرار گیرد. علیرغم رسیدن به بازدهی مناسب ۷۵ درصد در این تحقیق، بدیهی است برای دستیابی به بهترین بازدهی فرایندی، آزمایش‌های بهینه‌سازی و تعیین مناسب‌ترین شرایط عملیاتی بایستی مدنظر قرار گیرد. فراورده به‌دست آمده از فاز آبی مورد استفاده، از نظر ترکیب بسیار مرغوب بوده و می‌تواند با ارزش اقتصادی بالای خود، توجیه‌کننده ساخت واحدهای با ظرفیت بیشتر در مقیاس صنعتی باشد. واحد ساخته شده می‌تواند در کارخانجات تولیدکننده اسانس متمر ثمر بوده و برای دیگر خوراکی‌های آبی نیز برای رفع و یا به حداقل رساندن اتلاف اجزای اسانس مورد استفاده قرار گیرد.

تشکر و قدردانی

از شرکت باریج اسانس (کیلومتر ۴۴ جاده کاشان - دلیجان، مشهد اردهال) به‌واسطه تأمین و پرداخت هزینه‌های اجرای این تحقیق تشکر و قدردانی می‌شود.

تاریخ دریافت: ۱۳/۱۰/۱۶ ؛ تاریخ پذیرش: ۱۳/۲/۲۵
جدول ۳- مشخصات فیزیکی نرمال- هگزان.

مشخصه	نرمال- هگزان
نقطه جوش (°C)	۶۹
وزن مخصوص (۲۵°C)	۰/۶۶
حلالیت در آب (g/۱۰۰g)	۰/۰۱۴

مجراسازی^(۱) و کوچک‌تر شدن اندازه قطره‌های حلال می‌شود. قطره‌های کوچک‌تر، دارای سرعت صعود کم‌تر بوده و لذا، زمان اقامت آنها در برج افزایش خواهد یافت. این امر در بهبود عملکرد برج مؤثر است. سپس، پمپ حلال روشن و دبی حلال در مقدار مورد نظر تنظیم شد. از راه دریچه‌های بازبینی نصب شده روی بدنه، قطره‌ها به‌طور کامل کروی شکل حلال درحد ۱ میلی‌متر و کمتر از آن مشاهده شد. شکل کروی قطره‌ها، ناشی از کشش بین سطحی بالای سیستم آب و نرمال - هگزان است. همچنین، مشخص شده است که در برج‌های استخراج مایع - مایع، بالا بودن کشش بین سطحی باعث کاهش اثر اختلاط محوری بر عملکرد برج خواهد شد. به‌دلیل پر بودن اولیه برج از فاز آبی، حلال جمع شده در سطح، بلافاصله به ظرف جمع‌آوری عصاره منتقل شد.

لوله کشی دستگاه به نحوی است که سطح خوراک نمی‌تواند از سطح لوله برگشتی حلال بالاتر رفته و هرگونه افزایش در مقدار خوراک در برج، باعث انتقال فاز آبی به ظرف پس‌ماند می‌شود. بدین شکل، باروشن شدن پمپ خوراک، فاز آبی وارد شده در برج، باعث رانش فاز آبی موجود در برج به ظرف پس‌ماند می‌شود. در پایان عملیات، پمپ تخلیه روشن و کلیه محتویات داخل برج به ظرف پس‌ماند منتقل شد.

به منظور بررسی بازدهی استخراج و کیفیت فراورده به‌دست آمده، عصاره در دو مرحله مجزا تحت فرایند تبخیر قرار گرفت. برای تبخیر اولیه و کم کردن حجم عصاره تا حدود ۲ لیتر، از یک سیستم تقطیر ساده با ظرفیت ۵۰ لیتر خوراک در هر بیج ساخته از جنس استنلس استیل ۳۰۴ مجهز به یک عدد کندانسور از نوع پوسته و لوله با سطح حرارتی ۰/۵ متر مربع استفاده شد. به‌دلیل تفاوت مناسب نقاط جوش آب و نرمال - هگزان، جداسازی اولیه حلال با سهولت انجام شد. آنچه از فرایند تبخیر در این مرحله برج‌جای ماند، به‌وسیله یک دستگاه آزمایشگاهی تبخیرکننده گردان^(۲)

(۱) Channelling

مورد عمل قرار گرفته و تبخیر تا ثابت شدن حجم فراورده و رسیدن به اسانس نهایی ادامه یافت. فراورده نهایی وزن شده و بازدهی فرایند، حدود ۷۵ درصد تعیین شد. اسانس به‌دست آمده به‌رنگ قرمز روشن بوده و دارای بوی خوشایند گل سرخ بود.

از آنجایی که بررسی کیفیت فراورده به‌دست آمده نیز از مورد‌های مهم ارزیابی عملکرد سیستم خواهد بود، برای تعیین ترکیب درصد اجزاء، آزمایش‌های GC-MS و GC نیز پس از

(۲) Rotar

جزء سازنده	ترکیب درصد (%)	اندیس ماند*
α - Pinene	۱/۱۴	۹۴۲
β -Pinene	۰/۹۰	۹۸۳
Myrcene	۰/۴۸	۹۹۵
o-cresol	۰/۵۱	۱۰۵۳
Linalool	۶/۴۴	۱۰۹۸
2-Phenylethanol	۴۵/۹۹	۱۱۱۷
α -terpineol	۳/۳۲	۱۱۹۲
Citronellol	۱۰/۷۳	۱۲۳۰
Nerol	۴/۱۲	۱۲۴۳
Geraniol	۱۶/۱۹	۱۲۶۰
Eugenol	۷/۹۳	۱۳۶۲
Methyl eugenol	۱/۵۶	۱۴۰۶
Alkanes	۰/۷۰	-

* اندیس‌های ماند محاسبه شده بر حسب C_4 تا C_{11} با ستون DB-5.

جدول ۴- شرایط عملیاتی برج استخراج.

شرایط عملیاتی	مقدار
حجم خوراک	۴۰ lit
حجم حلال	۲۰ lit
سرعت حجمی جریان خوراک	۱۸۰ lit/hr
سرعت حجمی جریان حلال	۹۰ lit/hr
دمای خوراک و حلال	۲۰°C

جدول ۵- ترکیب درصد اجزاء اسانس بازیافتی از فاز آبی دو با حلال نرمال- هگزان.

مراجع

- ۴۹ [۱] امیدبگی، رضا، رهیافت‌های تولید و فرآوری گیاهان دارویی، چاپ دوم، جلد اول، انتشارات طراحان نشر (۱۳۷۹).
- [۲] میرزا، مهدی؛ سفیدکن، فاطمه؛ احمدی، لطیفه؛ اسانس‌های طبیعی: استخراج، شناسایی کمی و کیفی، کاربرد، چاپ اول، انتشارات مؤسسه تحقیقات جنگل‌ها و مراتع، (۱۳۷۵).
- [3] Smith, R.M., Supercritical Fluids in Separation Science- The Dreams, The Reality and The Future, *J. Chromatography A*, **856**, p. 83 (1999).
- [4] Smith, R.M., Extractions with Superheated Water, *J. Chromatography A*, **975**, p 31 (2002).
- [5] Lawrence B., Rose Oils and Extracts, *Perfumer and Flavorist*, **22**(3), p 57 (1997).
- [6] Cusack, R.W., Solve Wastewater Problems with Liquid-liquid Extraction, *Chemical Engineering Progress*, April, p. 56, (1996).
- [7] Schweitzer P.A., "Handbook of Separation Techniques for Chemical Engineers", 3rd Ed., McGraw-Hill, New York (1997).
- [8] Oldshue, J.Y. and Rushton, J.H., Continuous Extraction in a Multistage Mixer Column, *Chemical Engineering Progress*, **48**(6), p 297 (1952).
- [9] Oldshue, J.Y., Mixing Equipment in Liquid-Liquid Extraction, *Solvent Extraction Review*, **1**(2) p. 185 (1971).

[۱۰] باستانی، داریوش؛ تأثیر اختلاط محوری بر بازدهی برج های RDC و PSE ، نشریه شیمی و مهندسی شیمی ایران، سال بیستم، شماره ۲، ص ۱۰۵ (۱۳۸۰).

[11] Fabre, C.E., Blanc, P.J., Souchon, I., Voilley, A., Extraction of 2-Phenyl alcohol by Techniques such as Adsorption, Inclusion, Supercritical CO₂, Liquid-liquid and Membrane Separations, *Perfumer and Flavorist*, **21** (5), p. 27 (1996).