Archive of SID

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

محمدحسن ایکانی*+ ، فرشته گل محمد
تهران، سازمان پژوهش‌های علمی وصنعتی ایران، پژوهشکده صنایع شیمیایی، صندوق پستی ۳۵۳۸-۱۵۸۱۵

سوسن روشن ضمیر
تهران، دانشگاه علم وصنعت ایران، پژوهشکده سبز

حسین نوری
کاشان، دانشگاه آزاداسلامی، دانشکده فنی

چکیده: در این تحقیق، فرایند استخراج مایع ـ مایع برای بازیافت اجزای سازنده اسانس گل سرخ (Rosa damascena) ازمحیط‌های آبی به‌وجود آمده درحین فرایند تقطیر با آب، مورد مطالعه قرارگرفت. در ابتدا شناسایی اجزای سازنده اسانس انتقال یافته به فازآب وترکیب درصد آن بااستفاده ازتجزیه GC-MS به انجام رسید وماده ۲- فنیل اتانول به‌عنوان جزء غالب شناسایی شد. برای انجام فرایند استخراج مایع-مایع، طراحی وساخت یک برج درمقیاس بنچ و ازنوع Oldshue-Rushton باظرفیت ۲۷۰ لیتر بر ساعت انجام شد. آزمایش‌های ارزیابی عملکرد سیستم با استفاده ازحلال نرمال- هگزان صورت گرفت. میزان بازدهی استخراج اسانس درحد ۷۵ درصد تعیین شد. فراورده به‌دست آمده از نظر کیفی و با تجزیه GC-MS مورد ارزیابی قرارگرفت. نتیجه‌ها نشان دهنده بازیافت موفقیت آمیز اجزای با ارزش اسانس گل سرخ ازمحیط 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[1] و یا به اختصار اسانس‌ها ترکیب‌هایی معطر هستند که در اجزای متفاوت برخی ازگیاهان تولید و ذخیره می‌شوند. اسانس‌ها مخلوطی پیچیده از ترکیب‌های شیمیایی آلی بوده و مهم‌ترین اجزای آنها شامل ترپن‌ها، دی ترپن‌ها، سزکوئی ترپن‌ها و مشتقات اکسیژنه آنها هستند. این ترکیب‌ها به‌طور معمول از

www.SID.ir

Archive of SID

بو و مزه تندی برخورداربوده و وزن مخصوص آنها اغلب از آب کمتراست[۱]. امروزه بیش از۱۵۰ نوع اسانس مختلف درمقیاس صنعتی درحال تولید است. اگرچه کل مقدار اسانس تولیدی درصنایع اسانس‌گیری درمقایسه باظرفیت واحدهای استاندارد تولید مواد شیمیایی بسیار اندک است، ولی همین مقدارها، به‌عنوان مواد

+E-mail:Eikani@ irost.org

(۱) Essential oils

اولیه بسیاری ازصنایع تولید کننده عطر و طعم مورداستفاده 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 این‌دو، فشردن[۲]، و استخراج[۳] شامل خواباندن گل در لابلای چربی[۴]، خیساندن گل در چربی داغ[۵]، واستفاده 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، درعین 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 به‌وسیله‌ی 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 واقتصادی نسبت به سایر روش‌های اسانس‌گیری، مشکلاتی را نیز برای تولیدکنندگان به همراه می‌آورد. با انجام این فرایند، بخشی ازاسانس گیاه به‌طور عمده شامل اجزای با ارزش اکسیژنه و معطر، به دلیل حلالیت خود، در کندانسور و ظرف جمع‌آوری فراورده، به فازآب تقطیر یافته منتقل می‌شوند. در بسیاری از موردها، فاز آبی معطر به‌وجود آمده، خود به‌عنوان یک فراورده فرعی مطلوب به بازار مصرف ارایه می‌شود. درعین حال، با توجه به ملاحظه‌های اقتصادی ازیک سو وکیفیت موردنظر برای فراورده نهایی ازسوی 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 گلبرگ‌های 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 اسانس از فاز آبی یک، تقطیر مجدد آن است. اسانس به‌دست 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، به‌عنوان یک فراورده جانبی، هنوز حاوی بخش قابل توجهی از اجزای ن گل سرخ بوده که جداسازی آنها از نظر اقتصادی توجیه‌پذیر است. لذا سعی در یافتن روشی مناسب برای بازیافت هرچه بیشتراسانس ازآن، از بعد صنعتی حایز اهمیت خواهدبود.

استخراج مایع- مایع درمقیاس آزمایشگاهی و برای شناسایی کمی وکیفی اسانس موجوددرفازهای آبی و به‌وسیله‌ی حلال های متداولی چون دی کلرومتان، به‌طور معمول مورد استفاده قرار می‌گیرد. براساس مطالعه کتابخانه‌ای صورت گرفته، امکان به‌کارگیری فرایند استخراج مایع ـ مایع در مقیاس‌های بزرگ‌تر، تاکنون برای جداسازی اسانس از فازهای آبی مورد بررسی قرار نگرفته است. شایان ذکراست که در موردهای مشابه، همچون حذف آلاینده‌های زیست محیطی (ترکیب‌های آروماتیک مانندفنل) 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 ـ مایع در مقیاس بنچ و با به‌کارگیری یک برج استخراج نمونه ازنوع 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 ـ مایع که تاکنون درعملیات 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 وحلال، مشخصات ته نشینی حلال، تعداد مراحل تعادلی مورد نیاز، هزینه‌های سرمایه‌گذاری

www.SID.ir

Archive of SID

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 ازنیروی جاذبه بیشتر 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 به‌دلیل بالاتر بودن سرعت انتقال جرم تاکنون کاربردهای صنعتی بیشتری داشته‌اند. در یک نگاه کلی، مشاهده می‌شودکه برج‌های با هم‌زن مکانیکی که امروزه درصنعت 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 از۳۰ تا ۶۰ سانتی‌متر، بازدهی در هر مرحله بین ۸۰ تا ۱۰۰ درصد و فاصله بین مراحل از۳۰ تا ۶۰ سانتی‌متر گزارش شده‌اند [۷] .

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

برج استخراج Oldshue-Rushton

دراین تحقیق، با بررسی زمینه‌های کاربرد و مقایسه عمومی برج‌های استخراج موجود در صنعت، وباتوجه به هدف جداسازی اجزای اسانس موجود در فازهای آبی، و با درنظر گرفتن سهولت ساخت و مشخصه بارز مطمئن بودن روش‌های ارایه شده برای افزایش مقیاس تامراحل صنعتی، برج استخراج Oldshue- Rushton به‌عنوان نمونه و در نخستین قدم در توسعه روش استخراج مایع ـ 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 قرارگرفته است. برج‌هایی از این نوع برای انجام فرایند استخراج مایع ـ 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 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 ـ مایع بر مبنای فرض جریان‌های ناهمسو در حالت پیستونی کامل[۴] استوار است [۷]. شایان ذکراست که طراحی دقیق ابعاد و ظرفیت برج‌های استخراج مایع ـ مایع باحل هم‌زمان مدل‌های مربوط به هیدرودینامیک و انتقال جرم در سیستم و با در نظر گرفتن اثر اختلاط محوری صورت می‌پذیرد [۱۰].

Oldshue و Rushton درتحقیقی برسیستم آب (فازپیوسته) و تولوئن (فاز پراکنده)، برای برجی با قطر ۱۵۰ میلی‌متر دارای ۸ محفظه استخراجی هریک 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 درحد یک سیستم بنچ، ساخت یک برج استخراج با ابعادی تاحد امکان نزدیک به برج یادشده مدنظر قرارگرفت.

با استفاده از معادله‌های *Kremser* ، تعداد مراحل تعادلی در حالت ایده آل به‌شرح ذیل محاسبه شد. برای تعیین ضریب توزیع حل شونده در نرمال ـ هگزان، از استخراج ساده مایع ـ مایع استفاده شد. با توجه به‌میزان 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 میلی‌میتر 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 به‌ترتیب با GC و UV محاسبه شد. با تعیین درصد وزنی در هریک از فازها، و تقسیم درصد وزنی ۲- فنیل اتانول در حلال به همین مقدار در پس‌ماند، ضریب توزیع حل شونده برابر ۵/۸

www.SID.ir

Archive of SID

به‌دست آمد. با فرض سرعت حجمی جریان فازآبی به‌عنوان فاز پیوسته برابر ۱۸۰ لیتر بر ساعت، سرعت حجمی جریان نرمال- هگزان به‌عنوان فازپراکنده ۹۰ لیتر بر ساعت، غلظت فازآبی 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*، برابر۷/۵۷ محاسبه شد. با توجه به حداکثر بازدهی دربرج‌های 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
(۳) Mec
(٤) Perf

جنس کلیه قطعه‌های برج استنلس استیل ۳۰۴ در نظر گرفته شد. روی بدنه برج سه دریچه بازبینی نصب شد تا نحوه ا

٤٥

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 پس‌ماند با حجم ۱۰۰ لیتر و ظرف عصاره دوجداره 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 Pedrollo PKm ۶۰ 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. دبی‌سنج‌ها 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

مواداولیه

ماده ۲- فنیل اتانول (Merck) به‌عنوان جزء حل شونده درنظر گرفته شد. حلال‌های مورد استفاده دی کلرومتان (Merck) و نرمال- هگزان (باخلوص 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 اردهال) تولید شده بود، صورت گرفت. روش

٤٨

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

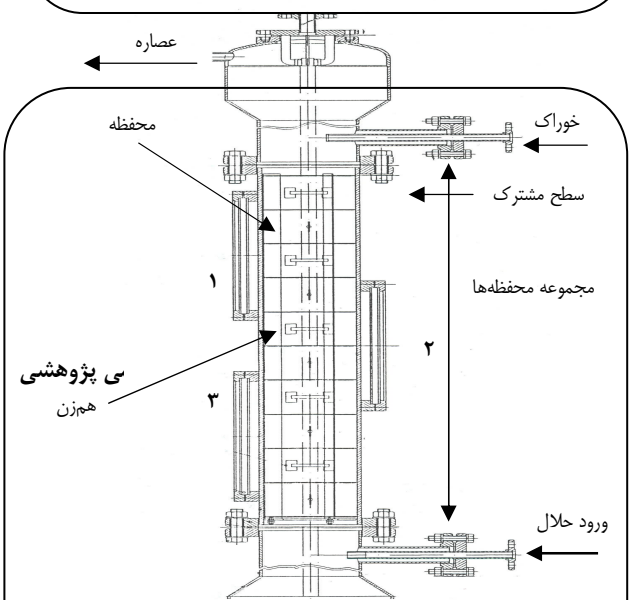
تجزیه

شناسایی اجزای اسانس استخراج شده از فازهای آبی، با تجزیه GC-MS به‌وسیله‌ی یک دستگاه ۳۴۰۰ Saturn Varian(وزارت جهاد کشاورزی، سازمان جنگل‌ها و مراتع - آزمایشگاه فیتوشیمی) انجام شد. شرایط کاری بخش GC دستگاه شامل: نوع ستون DB-۵ با طول۳۰ متر، گاز حامل هلیم 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 دستگاه MS

٤٦

جدول ۱- مشخصات دستگاه استخراج.

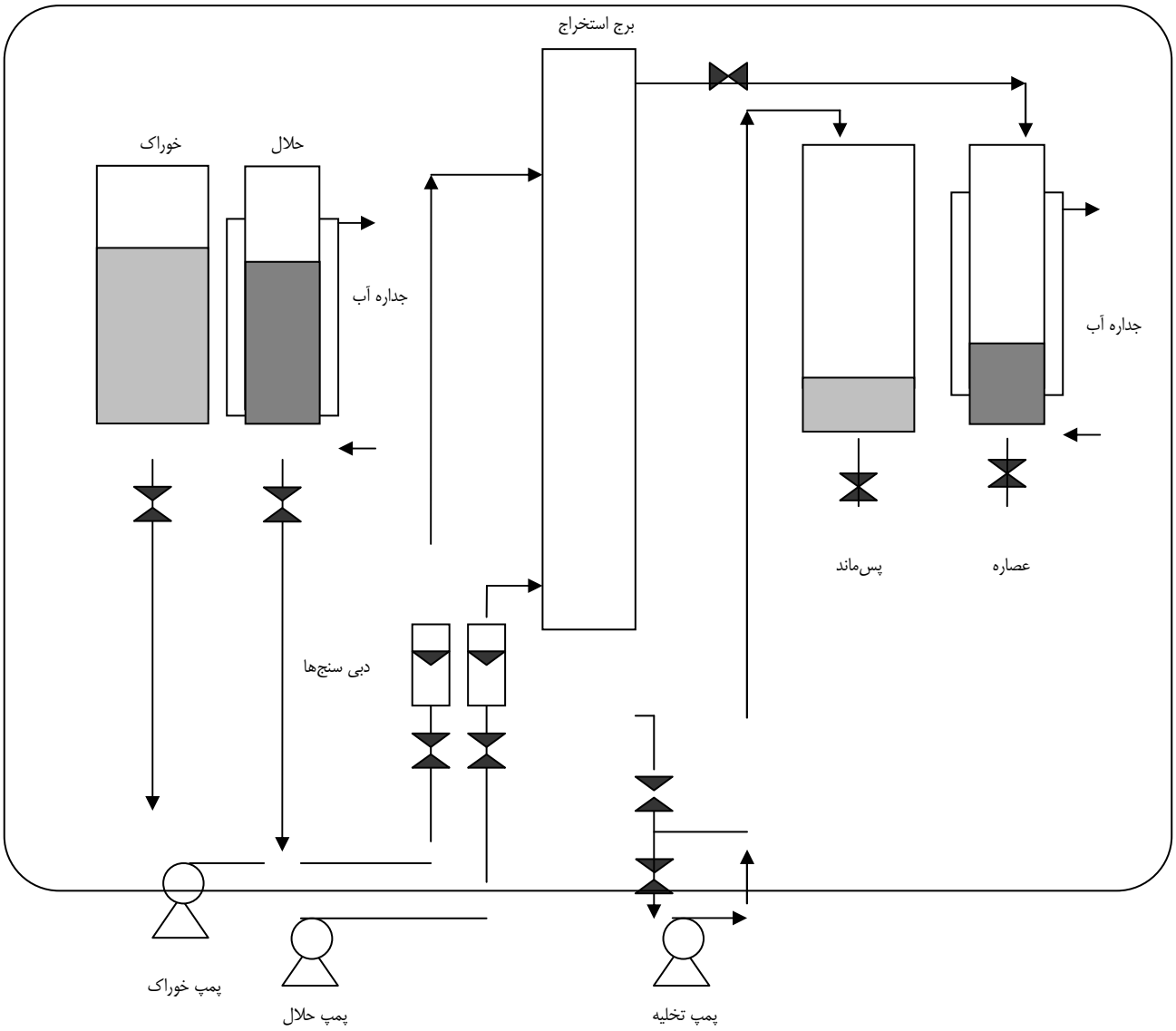
استخراج کننده	مشخصات
ظرفیت کلی	۲۷۰lit/hr
شارکلی	۳/۴ lit/m^2.s
قطربخش های بالایی و پایینی برج	۲۷۳ mm
قطربخش میانی برج	۱۶۸ mm
فاصله محل ورودخوراک وخروج عصاره	۲۶۴ mm
فاصله محل ورودخوراک وبالاترین محفظه	۱۵۰mm
فاصله محل ورودحلال وپایین ترین محفظه	۱۵۰mm
ارتفاع هرمحفظه	۱۰۰mm
تعدادمحفظه ها	۱۰
ارتفاع کل مجموعه محفظه ها	۱۰۶۶mm
قطرخارجی همزن‌ها	۸۴mm
قطرروزنه درهرمرحله (stage opening)	۹۰mm
قطر محور اصلی همزن	۲۵mm



www.SID.ir

Archive of SID

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



شکل ۲ـ طرح کلی سیستم استخراج مایع - مایع.

www.SID.ir

Archive of SID

شامل: انرژی یونیزاسیون ۷۰ الکترون ولت، دامنه جرم ۴۰ تا ۴۰۰ amu ، و مداسکن 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 دتکتور FID، نوع ستون CP۸ با طول ۶۰ متر، گاز حامل N_2 با فشار ۱۰psi و دبی ۱/۲ میلی‌لیتر بر دقیقه ، دمای دتکتور 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 خوراک‌های 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 به‌انجام رسید.

نتیجه‌ها وبحث

خوراک های 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 دی کلرومتان تحت استخراج ساده با حلال قرارگرفته 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 ازفازهای آبی یک ودو باحلال دی کلرومتان.

جزء سازنده	فازآبی یک درصد (٪)	فازآبی دو درصد(٪)	اندیس ماند *
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
Eugenol	۱/۵۵	۲/۳۳	۱۳۶۲
n-Heptadecane	۱/۲۷	–	۱۶۸۲
Hexadecan-1-ol	۰/۴۹	–	۱۸۷۰
n-Nonadecane	۳/۳۰	–	۱۸۹۳

* اندیس‌های ماند (Retention index) محاسبه شده برحسب C_9 تا C_{24} باستون DB ۵ .

پس از تبخیر حلال در ۴۰ درجه سانتی‌گراد و توزین اسانس باقی‌مانده، پس از دوبار تکرار و متوسط‌گیری، به‌ترتیب 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 وبرای استخراج اجزای تشکیل دهنده فازآبی مجاز باشد [۱۱]. در این میان، نرمال- هگزان به‌دلیل قدرت حلالیت به‌نسبت 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 درجدول 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 راه اندازی سیستم با شرح جدول ۴ بوده است.

برای کار با سیستم، ابتدا پمپ خوراک روشن و برج استخراج

۱. ۱۸. آ ی دو، دقیقاً تاسطح برگشت حلال به ظرف عصاره پر شد.

۴۸ ب در برج استخراج به‌وسیله آب نماهای تعبیه شده در بالاو 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 به‌نسبت بالاو برابر ۶۰۰ دور در دقیقه درنظر گرفته شد. بالا بودن دور برج‌هایی با همزن مکانیکی، باعث کاهش پدیده

www.SID.ir

Archive of SID

مجراسازی[۱] و کوچک‌تر شدن اندازه قطره‌های حلال می‌شود. قطره‌های کوچک‌تر، دارای سرعت صعود کم‌تر بوده ولذا، 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 ـ هگزان است. هم‌چنین، مشخص شده است که در برج‌های استخراج مایع ـ 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 جمع آوری 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 فازآبی به ظرف پس ماند می‌شود. بدین شکل، باروشن شدن پمپ خوراک، فازآبی واردشده در برج، باعث رانش فازآبی موجود در برج به ظرف پس‌ماند می‌شود. در پایان عملیات، پمپ تخلیه روشن وکلیه محتویات داخل برج به ظرف پس ماند منتقل شد.

به منظور بررسی بازدهی استخراج وکیفیت فراورده به‌دست آمده، عصاره در دو مرحله مجزا تحت فرایند تبخیر قرارگرفت. برای تبخیر اولیه و کم کردن حجم عصاره تا حدود ۲ لیتر، از یک سیستم تقطیر ساده با ظرفیت ۵۰ لیتر خوراک در هر بچ 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 برجای ماند، به‌وسیله یک دستگاه آزمایشگاهی تبخیرکننده گردان[۲] مورد عمل قرارگرفته 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 آب‌گیری با سدیم سولفات بدون آب و صاف‌کردن، روی نمونه فراورده نهایی انجام شد. نتیجه‌ها درجدول ۵ دیده می‌شود.

چنانکه مشاهده می‌شود، اسانس بازیافت شده حاوی ترکیب‌های با ارزشی چون ۲- فنیل اتانول (۴۵/۹۹ درصد)، سیترونلول (۱۰/۷۳ درصد)، نرول (۴/۱۲ درصد)، ژرانیول (۱۶/۱۹ درصد) و اوژنول (۷/۹۳ درصد) است. این اجزاء درمجموع بخش مهمی از اجزای اسانس گل سرخ هستند. چنانکه مشاهده می‌شود، با استفاده از سیستم استخراجی به‌کار گرفته شده، این اجزاء با بازدهی مناسب از فاز آبی قابل بازیافت هستند.

نتیجه گیری

نتیجه‌های حاصل از این تحقیق نشان‌دهنده آن است که فرایند استخراج مایع ـ مایع با استفاده از حلال نرمال ـ 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 قرارگیرد. علیرغم رسیدن به بازدهی مناسب ۷۵ درصد در این تحقیق، بدیهی است برای دستیابی به بهترین بازدهی فرایندی، آزمایش‌های بهینه‌سازی وتعیین مناسب‌ترین شرایط عملیاتی بایستی مدنظر قرارگیرد. فراورده به‌دست آمده از فازآبی مورد استفاده، از نظر ترکیب بسیار مرغوب بوده و می‌تواند با ارزش اقتصادی بالای خود، توجیه کننده ساخت واحدهای با ظرفیت بیشتر در مقیاس صنعتی باشد. واحدساخته شده می‌تواند در کارخانجات تولید کننده اسانس مثمر ثمر بوده و برای دیگر خوراک‌های آبی نیز برای رفع و یا به حداقل رساندن اتلاف اجزای اسانس مورد استفاده قرارگیرد.

تشکروقدردانی

ازشرکت باریج اسانس (کیلومتر۴۴ جاده کاشان ـ دلیجان، مشهد اردهال) به‌واسطه تأمین و پرداخت هزینه‌های اجرای این تحقیق تشکر و قدردانی می‌شود.

تاریخ دریافت: ۸۲/۱۰/۶ ؛ تاریخ پذیرش: ۸۳/۲/۲۵

جدول ۳ـ مشخصات فیزیکی نرمال- هگزان.

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

(۱) Channelling

(۲) Rotar

www.SID.ir

Archive of SID

جدول ۴ـ شرایط عملیاتی برج استخراج.

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

جدول۵ ـ ترکیب درصد اجزاء اسانس بازیافتی از فازآبی دو با حلال نرمال- هگزان.

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 ماندمحاسبه شده برحسب C_9 تا C_{24} باستون DB-۵.

مراجع

[۱] امیدبیگی، رضا، رهیافت‌های تولیدوفرآوری گیاهان دارویی، چاپ دوم، جلداول، انتشارات طراحان نشر(۱۳۷۹).

[۲] میرزا، مهدی؛ سفیدکن، فاطمه؛ احمدی، لطیفه؛ اسانس‌های طبیعی: استخراج، شناسایی کمی وکیفی، 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).

www.SID.ir

Archive of SID

[۱۰] باستانی، داریوش؛ تأثیراختلاط محوری بر بازدهی برج های RDC و PSE ، نشریه شیمی ومهندسی شیمی ایران، سال بیستم، شماره۲، 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 CO_2, Liquid-liquid and Membrane Separations, *Perfumer and Flavorist*, **21** (5), p. 27 (1996).

www.SID.ir