

Design and experimental study of a low-temperature flow extractor

Budowa i badania eksperymentalne niskotemperaturowego ekstraktora przepływowego



The design of a flow extractor for obtaining active substances from plant material and exemplary exptl. results were presented. Optimization of the process parameters, i.e. time, temp. and speed of liq. flow through plant fragments, were detd. The temp. range at which satisfactory concns. of cannabidiol (CBD) and cannabidiolic acid (CBDA) were achieved in the extracts, were detd. The results will be used for further work on the development of a centrifugal extractor.

Keywords: test bunch, flow extractor, local loss, medicinal herbs

Przedstawiono projekt ekstraktora przepływowego służącego do otrzymywania substancji aktywnych z materiału roślinnego oraz przykładowe wyniki badań doświadczalnych. Przeprowadzono optymalizację parametrów procesu, czyli czasu, temperatury i prędkości przepływu cieczy przez fragmenty roślinne. W wyniku przeprowadzonych badań wyznaczono zakres temperatury, przy którym uzyskano zadowalające stężenie kannabidiolu (CBD) oraz kwasu kannabidiolowego (CBDA) w otrzymanych ekstraktach. Uzyskane wyniki posłużą do dalszych prac związanych z opracowaniem ekstraktora wirówkowego.

Słowa kluczowe: stanowisko badawcze, ekstraktor przepływowy, straty lokalne, rośliny lecznicze

Efektywność ekstrakcji zależy od długości trwania procesu oraz prędkości przepływu rozpuszczalnika przez fragmenty roślinne¹⁾. Tematyka budowy ekstraktorów przepływowych i wirówkowych była już przedmiotem wielu prac^{2, 3)}, a w pracy⁴⁾ przedstawiono badania procesu ekstrakcji surowców roślinnych. Autorzy monografii⁵⁾ przedstawili techniki separacyjne oraz metody ekstrakcji wirówkowej i przepływowej. Problemem, który pojawia się w tego typu procesach jest uzyskanie ekstraktu o dużej zawartości olejków leczniczych przy stosunkowo niskim poziomie zanieczyszczeń. Wydłużenie czasu ekstrakcji wpływa korzystnie na efektywność procesu, ale równocześnie na obniżenie jakości otrzymanego ekstraktu przez zwiększoną ilość zanieczyszczeń.

Celem pracy było opracowanie koncepcji niskotemperaturowego ekstraktora przepływowego służącego do ekstrakcji olejków z ziół leczniczych i wyznaczenie parametrów procesu ekstrakcji, takich jak grubość warstwy suszu, czas ekstrakcji i temperatura. Parametry te zostaną

wykorzystane podczas prac związanych z opracowaniem ekstraktora wirówkowego.

Część doświadczalna

Budowa stanowiska

Ekstraktor przepływowy został zbudowany celem przeprowadzenia wstępnych badań służących do wyznaczenia parametrów przepływu rozpuszczalnika przez susz ziół leczniczych. Założono, że ekstrakcja będzie prowadzona w ujemnej temp. -30°C , a rozpuszczalnikiem będzie etanol. W celu utrzymania stałej temperatury podczas procesu ekstrakcji konieczne było opracowanie układu hydraulicznego działającego w niskich temperaturach. Stanowisko miało służyć do badań zależności między grubością warstwy suszu ziół leczniczych a prędkością przepływu, która wpływała na czas ekstrakcji. Dodatkowo założono, że podczas prowadzenia procesu ekstrakcji powinna być możliwość pobierania próbek służących do



Dr hab. inż. Jędrzej MAŃZAK (ORCID: 0000-0002-5460-5588) ukończył studia na Wydziale Samochodów i Maszyn Roboczych oraz na Wydziale Elektroniki Politechniki Warszawskiej. W 1998 r. uzyskał stopień doktora w zakresie budowa i eksploatacja maszyn, a w 2014 r. stopień doktora habilitowanego w dziedzinie nauk technicznych. Pracuje na stanowisku profesora uczelni w Instytucie Pojazdów i Maszyn Roboczych PW. Specjalność – inżynieria mechaniczna.



Dr hab. inż. Michał MAKOWSKI (ORCID: 0000-0002-6428-321X) w roku 2001 ukończył studia na Wydziale Samochodów i Maszyn Roboczych Politechniki Warszawskiej. W 2009 r. uzyskał stopień doktora w zakresie budowy i eksploatacji maszyn, a w 2019 r. stopień doktora habilitowanego w dziedzinie nauk technicznych. Pracuje na stanowisku profesora uczelni w Instytucie Pojazdów i Maszyn Roboczych PW. Specjalność – inżynieria mechaniczna.

* Adres do korespondencji:

Wydział Samochodów i Maszyn Roboczych, Politechnika Warszawska, ul. Narbutta 84, 02-524 Warszawa, tel.: (22) 234-85-91, e-mail: michal.makowski1@pw.edu.pl

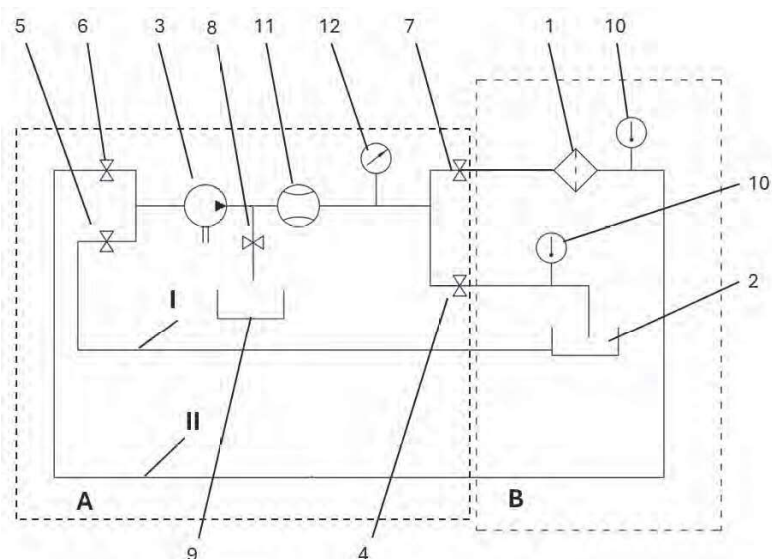


Fig. 1. Diagram of the measuring stand for pressure drop tests of the extractor reactor, I – cooling line, II – extraction line, A – elements in ambient temperature, B – elements in low temperature, 1 – extractor reactor, 2 – ethanol tank, 3 – pump, 4, 5, 6, 7, 8 – valves, 9 – sample container, 10 – thermocouple, 11 – flow sensor, 12 – pressure sensor

Rys. 1. Schemat stanowiska do badań spadku ciśnienia w ekstraktorze; I – obwód chłodzenia, II – obwód ekstrakcji, A – część w temperaturze otoczenia, B – część w niskiej temperaturze, 1 – reaktor ekstraktora, 2 – zbiornik z rozpuszczalnikiem, 3 – pompa, 4, 5, 6, 7, 8 – zawory, 9 – pojemnik, 10 – termopara, 11 – czujnik wydatku, 12 – czujnik ciśnienia

analiz chemicznych celem wyznaczenia ilości pożądanych związków.

Opracowana została koncepcja stanowiska badawczego, gdzie ekstraktor (zasobnik z suszem roślinnym) był umieszczony w komorze z niską temperaturą. Przepływ rozpuszczalnika przez reaktor był wymuszony przez pompę wirową, która znajdowała się w temperaturze otoczenia. W temperaturze otoczenia również znajdował się zawór, który służył do poboru próbek do analiz chemicznych. Ponieważ pompa znajdowała się w temperaturze otoczenia, była konieczność obniżenia jej temperatury do -30°C przed rozpoczęciem procesu ekstrakcji. W tym celu zaproponowano dwa obwody hydrauliczne. Pierwszy służył do schłodzenia pompy, gdzie rozpuszczalnik ze zbiornika umieszczonego w komorze niskiej temperatury przepływał przez pompę. Drugi obwód łączył pompę z reaktorem ekstraktora. Wówczas po obniżeniu temperatury pompy zawór był otwierany, a rozpuszczalnik przepływał przez susz roślinny

czych. Rozwiązanie to umożliwiło rozpoczęcie i prowadzenie ekstrakcji w ujemnej temperaturze.

Stanowisko niskotemperaturowego ekstraktora przepływowego w sposób schematyczny przedstawiono na rys. 1. Składa się ono z dwóch obwodów hydraulicznych, gdzie obwód I służył do schłodzenia układu, a obwód II do prowadzenia ekstrakcji. Na schemacie przedstawiono dwie strefy: część A, która znajdowała się w temperaturze otoczenia, oraz część B, która znajdowała się w komorze z niską temperaturą. Reaktor ekstrakcyjny (1) oraz zbiornik z rozpuszczalnikiem (2) były umieszczone w części B. Przepływ rozpuszczalnika był wymuszony przez pompę (3) znajdującą się w części A. Przepływ cieczy przez obwód II następował po otwarciu zaworów odcinających (4) i (5). Gdy ciecz w obwodzie II osiągnęła temp. -30°C , zawory (4) i (5) były zamykane, a otwierane zawory (6) i (7) i wówczas ciecz (rozpuszczalnik) przepływała przez ekstraktor. Próbkę ekstraktu były pobierane do pojemnika (9) przez otwarcie zaworu (8). Zmiany temperatur rozpuszczalnika monitorowano za pomocą termopary (10). Prędkość przepływu cieczy przez susz była wyznaczana na podstawie pomiaru wydatku objętościowego mierzonego czujnikiem (11). Dodatkowo mierzono opory przepływu rozpuszczalnika przez susz za pomocą czujnika ciśnienia (12).

Aby rozplanować położenie poszczególnych elementów niskotemperaturowego ekstraktora przepływowego, opracowano model geometryczny instalacji hydraulicznej, który przedstawiono na rys. 2a.

Prace projektowe przeprowadzono celem budowy stanowiska do eksperymentalnych badań procesu ekstrakcji (rys. 2b). Niska temperatura utrzymywana była przez zamrażarkę zapewniającą temperaturę do -50°C . Ekstraktor został wykonany z rurki szklanej o średnicy 50 mm i długości 255 mm, którą wypełniono fragmentami roślinnymi, utrzymanymi w środku przez siatki filtracyjne o wielkości oczek $200\ \mu\text{m}$. Taka wielkość oczek zapewniała ograniczenie przedostawania się stałych zanieczyszczeń do ekstraktu, przy niewielkich oporach przepływu. Poza komorą znajdowała się pompa wirowa (Impeller pump Pedrollo PVm 55 230 V, 0,16 kW), która była generatorem ciśnienia maks. 5 bar przy wydatku



Mgr Ewelina BOJARSKA (ORCID 0000-0002-2083-0277) w roku 2013 ukończyła studia z zakresu analityki chemicznej na Wydziale Chemii Uniwersytetu Marii Curie-Skłodowskiej w Lublinie. Od 2021 r. pracuje w Zakładzie Ochrony przed Skażeniami w Wojskowym Instytucie Chemii i Radiometrii. Specjalność – inżynieria chemiczna.



Mgr inż. Adrian POŁANIECKI (ORCID: 0000-0002-9546-4291) w roku 2018 ukończył studia na Wydziale Samochodów i Maszyn Roboczych Politechniki Warszawskiej. Jest asystentem w Instytucie Pojazdów i Maszyn Roboczych tej samej uczelni. Specjalność – inżynieria mechaniczna.

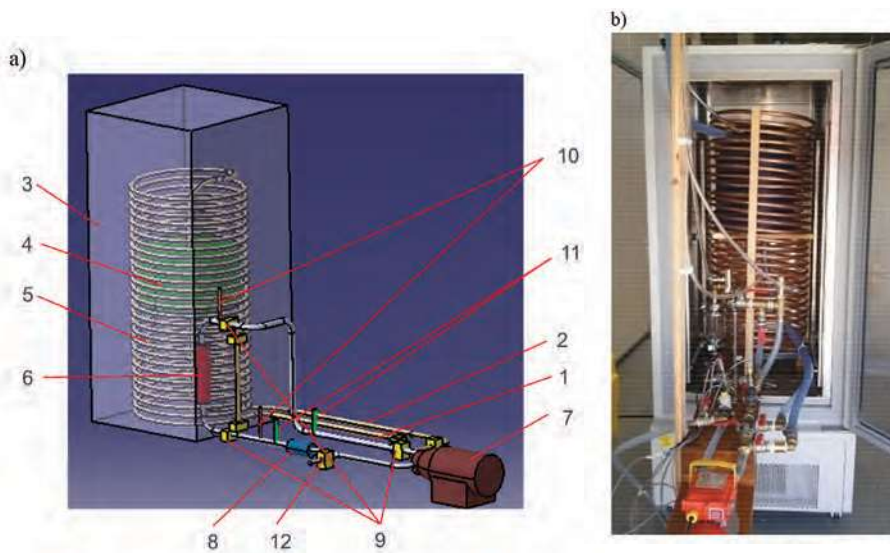


Fig. 2. The flow extractor; a) geometric model, b) general view of the test stand; 1 - extraction line, 2 - cooling line, 3 - elements in low temperature, 4 - ethanol tank, 5 - cooler, 6 - extractor, 7 - centrifugal pump, 8 - flow sensor, 9 - valves for flow control, 10 - temperature sensors, 11 - pressure sensor, 12 - valve for sample collection

Rys. 2. Ekstraktor przepływowy; a) model geometryczny, b) widok ogólny stanowiska; 1 - obwód ekstrakcji, 2 - obwód chłodzenia, 3 - komora niskiej temperatury, 4 - zbiornik z rozpuszczalnikiem, 5 - chłodnica cieczy, 6 - reaktor ekstraktora, 7 - pompa wirowa, 8 - czujnik wydatku objętościowego, 9 - zawory do sterowania przepływem, 10 - czujniki temperatury, 11 - czujnik ciśnienia, 12 - zawór do poboru próbek

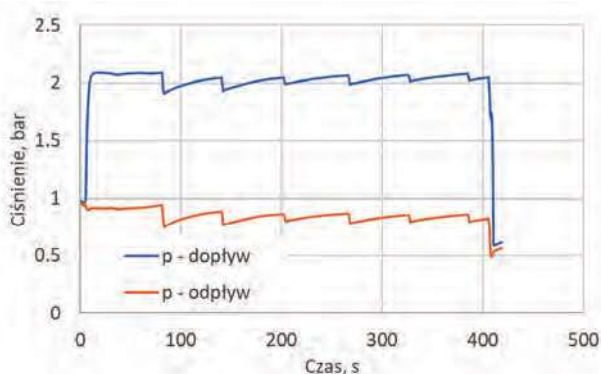


Fig. 3. The waveforms of pressure changes in the extractor hydraulic system

Rys. 3. Przebieg zmian ciśnienia w instalacji hydraulicznej ekstraktora

objętościowym 10 L/min. Na stanowisku zamontowano czujniki temperatury TP-211J, które umieszczono w obwodzie ekstrakcji oraz chłodzenia. Czujniki ciśnienia MPXA-3 zamontowano w linii hydraulicznej przed reaktorem ekstraktora oraz za nim, w temperaturze otoczenia. Do pomiaru wydatku objętościowego rozpuszczalnika przepływającego przez susz zastosowano przepływomierz wirnikowy serii NT2-010 o zakresie pomiarowym 0,6–10 L/min. Część instalacji znajdująca się poza komorą została zaizolowana za pomocą otuliny kauczukowej K-Flex ST o grubości 32 mm i o przenikalności cieplnej $\lambda = 0,034 \text{ W}/(\text{m}^2 \cdot \text{K})$.

Sygnaly pomiarowe z czujników były archiwizowane na komputerze za pomocą pakietu kart pomiarowych firmy National Instruments. W celu prowadzenia pomiarów na potrzeby prowadzonych prac badawczych opracowano oryginalne oprogramowanie w pakiecie LabVIEW.

Metodyka badań

Wstępne badania procesu ekstrakcji przeprowadzono, napełniając ekstraktor materiałem roślinnym o masie 5–120 g. W pracy⁶⁾ wykazano, że wraz ze wzrostem masy suszu roślinnego wypełniającego komorę reaktora wzrastają opory przepływu. Na rys. 3 przedstawiono przebieg zmian ciśnienia w instalacji hydraulicznej ekstraktora. Widoczne są dwa przebiegi oznaczone p -dopływ oraz p -odpływ, które obrazują ciśnienie odpowiednio przed i za reaktorem. Na tej podstawie zostały wyznaczone opory przepływu będące różnicą ciśnień. W początkowej fazie przebiegu ciśnienia wejściowego widoczny był skok związany ze ścisaniem suszu. Prędkość przepływu rozpuszczalnika przez susz ustaliła się na poziomie 1,7 L/min przy stałym ciśnieniu ok. 2,1 bar. Obserwowane cykliczne skokowe zmiany ciśnienia były spowodowane otwarciem zaworu służącego do poboru próbek ekstraktu do analizy. Próbkę były

pobierane co ok. 60 s, aby wyznaczyć optymalny czasu ekstrakcji, który ma wpływ na ilość substancji pożądaných w stosunku do zanieczyszczeń. Na podstawie pomiaru ciśnienia oraz wydatku objętościowego można wyznaczyć straty mocy wynikające z oporów przepływu i wpływające na wzrost zapotrzebowania na energię do prowadzenia procesu ekstrakcji.

Na rys. 4 przedstawiono przykładowy przebieg zmian temperatury cieczy przed reaktorem (T -dopływ) i za reaktorem (T -odpływ) oraz temperaturę komory niskich temperatur (T -zamrażarka). Na przedstawionym przykładzie temperatura komory wynosiła -28°C , a temperatura przed i za reaktorem zmieniała się w zależności od natężenia przepływu cieczy. W początkowej fazie przepływu rozpuszczalnika przez reaktor widoczny był wzrost temperatury przed reaktorem, co wynikało ze wzrostu ciśnienia po uruchomieniu pompy. Po tej fazie następowało ustalenie temperatury cieczy na poziomie ok. -18°C . Zmiana temperatury była wynikiem dopływu ciepła z otoczenia do

Table. Summary of test parameters and results of quantitative analysis for the obtained extracts

Tabela. Zestawienie parametrów badawczych i wyników analiz ilościowych dla otrzymanych ekstraktów

Próbka	Masa netto fragmentów roślinnych, g	Temperatura procesu, $^\circ\text{C}$	Objętościowe natężenie przepływu, L/min	Stężenie CBD, mg/mL	Stężenie CBDA, mg/mL
3l	120	-18	2	0,5	0,21
3n	120	-18	0,75	0,44	0,16
3p	120	-18	1,5	0,46	0,2
3m	120	-20	2	0,34	0,17

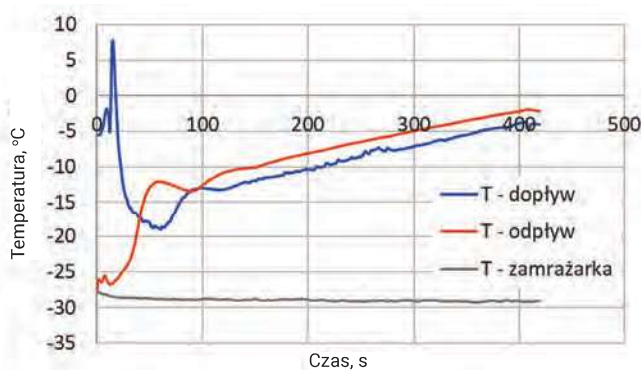


Fig. 4. The course of liquid temperature changes in the extractor tubes

Rys. 4. Przebieg zmian temperatury cieczy w przewodach ekstraktora

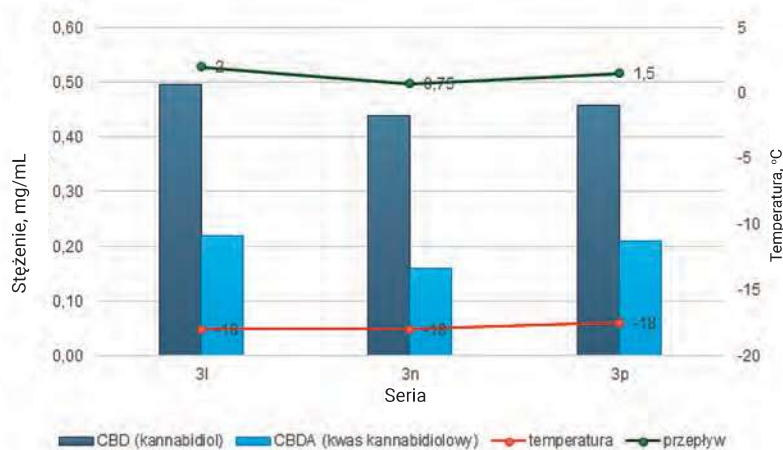


Fig. 5. CBD and CBDA concentrations changes depending on extraction conditions

Rys. 5. Zmiany stężenia CBD i CBDA w zależności od warunków ekstrakcji

instalacji hydraulicznej pomimo zastosowanej izolacji. Celem uzyskania dłuższego czasu ekstrakcji w niskich temperaturach konieczne jest wprowadzanie rozpuszczalnika o temperaturze niższej niż -30°C oraz schłodzenie instalacji hydraulicznej do tej temperatury przed przystąpieniem do ekstrakcji.

Na rys. 5 przedstawiono przykładowe wyniki uzyskane dla serii doświadczeń. W eksperymentach tych odważano 120 g materiału roślinnego, który umieszczano w ekstraktorze. Następnie włączano przepływ etanolu przez reaktor i wyznaczano prędkość przepływu etanolu przez susz na podstawie wydajności objętościowej. W tabeli zestawiono parametry czterech eksperymentów oraz otrzymane wyniki stężenia CBD i CBDA w próbkach pobranych po 3 min od rozpoczęcia procesu. Z każdej serii pobierano próbkę o objętości 1 mL ekstraktu, co nie miało znaczącego wpływu na całkowitą objętość stosowanego etanolu (całkowita objętość etanolu wynosiła 3 L), a tym samym nie wpływało znacząco na stężenie końcowe uzyskanych ekstraktów.

Wyniki badań

Na podstawie przeprowadzonych analiz chemicznych z użyciem ekstraktora przepływowego działającego w ujemnych temperaturach stwierdzono następujące

zależności, które zostaną wykorzystane w dalszych etapach budowy ekstraktora wirówkowego: (i) wzrost temperatury rozpuszczalnika powodował wzrost wydajności ekstrakcji, a (ii) wzrost prędkości przepływu rozpuszczalnika przez fragmenty roślinne powodował wzrost wydajności ekstrakcji. W tabeli przedstawiono wyniki badań ekstrakcji suszu roślinnego w niskiej temperaturze.

Podsumowanie

W pracy przedstawiono budowę oraz wyniki badań ekstraktora przepływowego działającego w ujemnych temperaturach. Na podstawie przeprowadzonych analiz ilościowych próbek uzyskanych podczas ekstrakcji stwierdzono, które parametry ekstrakcji mają znaczący wpływ na stężenie związków pożądaných w otrzymanych ekstraktach.

Do pomiarów wielkości fizycznych opisujących przepływ cieczy przez fragmenty roślinne zastosowano czujniki ciśnienia, wydatku objętościowego oraz temperatury. Przeprowadzone badania były prowadzone w stałej temperaturze otoczenia, która wpływała na zmianę temperatury cieczy ekstrahującej. Na podstawie różnicy ciśnień oraz wydatku wyznaczono wartość strat mocy związanych z oporem przepływu cieczy przez reaktor ekstrakcyjny. Opory przepływu były związane z grubością warstwy suszu, zależną od masy suszu znajdującego się w reaktorze.

Na podstawie przeprowadzonej analizy wyników badań wyznaczone zostały parametry przepływu rozpuszczalnika przez susz, celem uzyskania odpowiedniego stężenia substancji pożądaných. Wyniki te posłużą do budowy nisko-temperaturowego ekstraktora wirówkowego.

Projekt finansowany z Narodowego Centrum Badań i Rozwoju w ramach konkursu „Ścieżka dla Mazowsza” – MAZOWSZE/0070/19.

Otrzymano: 07-10-2024

Zrecenzowano: 20-11-2024

Zaakceptowano: 06-12-2024

Opublikowano: 20-12-2024

LITERATURA

- [1] Z. Zhu, T. Jiang, J. He, F. J. Barba, G. Cravotto, M. Koubaa, *Molecules* 2016, **21**, 1584, doi: 10.3390/molecules21111584.
- [2] F. Meyer, N. Gasimov, P. Bubenheim, T. Waluga, *Processes* 2022, **10**, nr 10, 2137, <https://doi.org/10.3390/pr10102137>.
- [3] Z.A. Hamamah, T. Grützner, *ChemBioEng Rev.* 2022, **9**, nr 3, 286, <https://doi.org/10.1002/cben.202100035>.
- [4] B. Tal-Figiel, W. Figiel, *Inż. Ap. Chem.* 2010, **3**, 115.
- [5] P. Stepnowski, E. Synak, B. Szafranek, Z. Kaczyński, *Techniki separacyjne*, Wydawnictwo Uniwersytetu Gdańskiego, Gdańsk 2010.
- [6] J. Mączak, M. Makowski, D. Samoilenko, K. Rutczyńska-Wdowiak, [w:] *Współczesne wyzwania transportu i elektrotechniki* (red. J. Wojciechowski, T. Ciszewski), t. 2, nr 275, Uniwersytet Technologiczno-Humanistyczny im. Kazimierza Pułaskiego w Radomiu, Radom 2021.