



شرکت

پژواک پژوه صنعت

دستگاه استخراج جامد - مایع

وب سایت:

<http://www.ppsedu.com>

آدرس

تهران - شهرک صنعتی خاوران-سایت آهنکاران- خیابان چهارم غربی - پلاک آبی ۳۳۱۷

شماره تماس

021-33286250

## بسمه تعالی

### مقدمه

استخراج یعنی انتقال یک ماده حل شده از یک فاز به فاز دیگر بوده و فاز ترکیب، محلولی است که همه خصوصیات فیزیکی و شیمیایی در سرتاسر آن یکسان بوده و به طور آشکارا از ترکیب و یا محلول دیگر قابل تمیز باشد. مثلاً آب و نفت شامل دو فاز مایع است (یکی فاز نفت و دیگری فاز آب) و یا مخلوط فوق اشباع آب قند شامل دو فاز است (یکی فاز مایع آب قند و دیگری فاز جامد قند ته نشین شده). در عمل استخراج، با اضافه شدن حلال مناسب و غیرقابل اختلاط، به یک فاز (یا مخلوط)، ماده حل شده در مخلوط اولیه وارد فاز دوم می شود (حلال جدید) و از فاز اولیه جدا می شود؛ به شرط اینکه قابلیت انحلال ماده حل شده در فاز دوم بیشتر از فاز اول باشد. اگر ماده‌ای از فاز جامد به داخل فاز مایع استخراج شود، استخراج را جامد-مایع می‌گوییم؛ مانند تهیه چای. انتقال یک جسم از فاز مایع به مایع دیگر را استخراج مایع-مایع گویند. حذف یک فاز از آب به وسیله تتراکلرید کربن نمونه‌ای از استخراج مایع-مایع است. استخراج، روش نسبتاً ساده‌ای است و بسیار مورد استفاده قرار می‌گیرد و برای خالص سازی بسیاری از ترکیبات حاصل از واکنش های شیمیایی و استخراج الکالوئیدها از برگ و یا پوست گیاهان و استخراج اسانس‌های مواد غذایی از دانه‌ها، گل‌ها، یا استخراج شکر از نیشکر و ... استفاده می‌شود. در بسیاری مواد غذایی و زیستی، مواد آلی و غیرآلی به صورت یک مخلوط در فاز جامد موجود می‌باشند. برای جداسازی یک جزء مطلوب یا خارج کردن یک جزء نامطلوب از فاز جامد می‌توان از تماس فاز جامد با حلال مایع استفاده نمود. وقتی که دو فاز با هم در تماس هستند یک یا چند جزء حل شونده تمایل دارند از فاز جامد به فاز مایع نفوذ کنند که در نتیجه یک جداسازی بین اجزاء بوجود می‌آید. این جداسازی استخراج جامد-مایع یا لیچینگ نام دارد. در فرآیند استخراج جامد-مایع وقتی جزء نامطلوب توسط حلال آب از فاز جامد جدا می‌شود به فرآیند اصطلاحاً شستشو گویند.

فرآیند استخراج جامد-مایع در صنایع غذایی و زیستی:

در صنایع غذایی بسیاری از محصولات توسط فرآیند استخراج جامد-مایع از مواد خام جداسازی می‌شوند. یک فرآیند که بسیار حائز اهمیت می‌باشد فرآیند جداسازی قند از چغندر قند توسط آب گرم است. همچنین در تولید قندهای نباتی حلال‌های آلی همچون آب، استون و یا اتر استفاده می‌شوند تا بتوان قند موجود در بادام زمینی، سویا، کتان، دانه‌های کرچک، دانه‌های آفتابگردان، دانه‌های پنبه را جدا کرد. در صنایع دارویی بسیاری از داروها توسط استخراج جامد-مایع از ریشه یا ساقه گیاهان استخراج می‌شوند که مثال معمول آن استخراج قهوه و همچنین درست کردن نوشیدنی چای از چای خشک می‌باشد.

فرآیند استخراج جامد- مایع برای مواد آلی و غیرآلی:

فرآیند استخراج جامد- مایع به طور وسیعی در صنایع فلزات مورد استفاده قرار می‌گیرد. فلزات سودمند معمولاً با درصد پایین در مخلوطی از مواد نامطلوب قرار گرفته‌اند که توسط یک حلال از این مواد استخراج می‌شوند. نمک مس موجود در سنگ معدن توسط اسید سولفوریک و محلول‌های آمونیاکی استخراج می‌شود. نمک کبالت و نیکل توسط حلال اسید سولفوریک-آمونیاک-اکسیژن از سنگ معدن استخراج می‌شود و طلا توسط محلول سیانید سدیم از سنگ معدن آن استخراج می‌شود.

## آماده‌سازی جامد برای استخراج جامد- مایع

### ۱- مواد آلی و غیر آلی:

آماده‌سازی فاز جامد بشدت وابسته به شرایط آن می‌باشد. آماده‌سازی فاز جامد به نحوه پراکنده بودن جزء مطلوب در فاز جامد، غلظت جزء مطلوب در فاز جامد و طبیعت فاز جامد از نظر نفوذ حلال در آن بستگی دارد. در صورتی که جزء مطلوب توسط یک لایه غیرقابل نفوذ احاطه شده باشد حلال باید از لایه غیرقابل نفوذ عبور داده شود تا بتواند جزء مطلوب را در خود حل کند. برای این منظور از خرد کردن فاز جامد کمک گرفته می‌شود. با این عمل جزء مطلوب بیشتر در معرض حلال قرار گرفته و فرآیند استخراج را بسیار سریعتر می‌نماید. در صورتی که جزء مطلوب در همه فاز جامد گسترده شده باشد خرد کردن فاز جامد تاثیر زیادی ندارد. در این حالت استفاده از یک حلال متفاوت برای حل کردن مواد دیگر و بالا بردن غلظت جزء مطلوب موثر می‌باشد.

### ۲- مواد گیاهی و حیوانی:

مواد زیستی (بیولوژیکی) معمولاً در ساختار سلولی قرار گرفته‌اند بنابراین به مراتب سرعت استخراج این مواد پایین‌تر است. زیرا وجود سلول‌های کوچک، مقاومتی برای نفوذ خواهند بود و خرد کردن مواد اولیه تا حد بزرگتر از سلول هیچگونه تاثیری بر استخراج جزء مطلوب نخواهد داشت. اما در گیاهان این طور نیست. مثلاً چغندر قند خرد می‌شود تا مسیر نفوذ حلال آب کاهش یابد و استخراج سریع‌تر شود. در استخراج مواد دارویی از ریشه، ساقه و برگ گیاهان معمولاً خشک کردن مواد اولیه قبل از استخراج بسیار موثر خواهد بود چون باعث شکاف خوردن پرزها شده و حلال راحت‌تر نفوذ می‌کند. در استخراج قند از دانه‌ها قندی مانند سویا نیز خرد کردن یا له کردن این دانه‌ها موثر می‌باشد زیرا جزء مطلوب راحتتر در معرض حلال قرار می‌گیرد و حتی مقداری از آن بدون حضور حلال و به صورت مستقیم خارج می‌شود.

## سرعت استخراج جامد- مایع

در استخراج جزء مطلوب از درون فاز جامد توسط حلال مایع به طور کلی مراحل زیر انجام می‌شود.

۱- جزء حلال از توده حلال تا سطح جامد نفوذ می‌کند.

۲- جزء حلال در جسم جامد نفوذ می‌کند.

۳- جزء حل‌شونده در حلال حل می‌شود.

۴- حلال و جزء حل‌شده از درون جسم جامد تا سطح جسم جامد نفوذ می‌کنند.

۵- جزء حل‌شده از سطح جامد تا توده حلال نفوذ می‌کند.

در نظر گرفتن همه این مراحل باعث پیچیدگی معادله سرعت استخراج خواهد شد. در حالت کلی سرعت نفوذ حلال از توده حلال تا سطح جامد به حد کافی سریع است در حالی که نفوذ حلال در جامد می‌تواند سریع یا کند باشد. در هر حال هر کدام از مراحل بالا دارای سرعت مخصوص به خود می‌باشند و کمترین سرعت کنترل‌کننده سرعت استخراج است. به محض اینکه حلال با جسم جامد تماس داده شود حلال خود را به سطح جامد می‌رساند. استخراج جزء حل شونده در حلال می‌تواند حل شدن فیزیکی ساده یا یک واکنش شیمیایی باشد. مکانیسم‌های حل شدن بسیار متفاوت هستند و دانش کلی در مورد آنها کم است. معمولاً سرعت نفوذ حلال از سطح جامد به درون جسم جامد و یا بالعکس و سرعت نفوذ حل شونده از درون جسم جامد به سطح جامد کنترل‌کننده سرعت استخراج می‌باشند که تابع عوامل مختلفی هستند. داشتن فضای خالی و متخلخل باعث افزایش سرعت نفوذ خواهد شد که این نفوذ بر مبنای ضریب نفوذ موثر تعریف می‌شود. مثلاً در استخراج قند از چغندر قند، یک پنجم هسته‌ها شکافته می‌شوند که در این هسته‌ها استخراج به صورت شستشو می‌باشد. در بقیه سلول‌ها (که شکافته نشده‌اند)، حلال باید نفوذ کند و حل شونده را در خود حل کند بنابراین در عملیات استخراج دو مکانیسم وجود دارد که این استخراج را نمی‌توان به سادگی برحسب ضریب نفوذ موثر بیان کرد. در سویا همه قسمت‌ها به طور موثر استخراج نمی‌شوند. برای استخراج بهتر باید آنها را خرد و له کرد که در این صورت نفوذ حل شونده از درون فاز جامد به سطح جامد به راحتی قابل محاسبه نمی‌باشد. مقاومت انتقال جرم نفوذ حل شونده از سطح جسم جامد به توده حلال معمولاً در مقایسه با نفوذ آن در جسم جامد بسیار کم است.

### روش‌های عملیاتی استخراج جامد- مایع

تعدادی از روش‌های عملیاتی برای استخراج جامد- مایع که معمول هستند در ادامه شرح داده می‌شوند. عملیات استخراج به صورت پیوسته یا به صورت ناپیوسته انجام می‌شود. در یک تقسیم‌بندی دیگر عملیات به صورت تماس دیفرانسیلی یا به صورت تعدادی مراحل تعادلی انجام می‌گردد. در صنایع معدنی از سیستم ناپیوسته که به استخراج جامد-مایع درجا معروف است استفاده می‌شود. در این سیستم حلال در تماس با فاز جامد قرار گرفته و سپس توسط صاف کردن، حلال و فاز جامد را از هم جدا می‌کنند. در روش دیگر مایع استخراج شده دوباره توسط پمپ روی فاز جامد خرد شده ریخته می‌شود. در یک روش دیگر جامد خرد شده در یک بستر قرار گرفته و حلال مایع روی آن حرکت می‌کند. در این حالت نباید جامد خرد شده ریز باشد چون جلوی حرکت سیال را خواهد گرفت و گاهی اوقات از چندین تانک که به صورت سری قرار گرفته‌اند برای استخراج استفاده می‌شود که به این مجموعه، مجموعه استخراج گفته می‌شود. حلال می‌تواند به صورت غیرمستقیم با فاز جامد حرکت کند.

### شرح دستگاه استخراج جامد- مایع

این دستگاه برای استخراج قند، از چغندر قند طراحی و ساخته شده است. به‌طور کلی دارای یک برج پر شده، یک مخزن برای قرار دادن جامد، یک تابلو فرمان و یک هیتر برای تنظیم دمای حلال می‌باشد.

تابلو فرمان: بر روی تابلو فرمان دستگاه اجزای زیر نصب شده است.

۱- دو کلید ۰ و ۱ که مربوط به هیتر برج تقطیر و هیتر تنظیم دمای حلال دستگاه می‌باشد.

۲- یک ولوم کوچک که در پایین‌ترین بخش تابلو فرمان قرار داشته و مربوط به هیتر ته برج است که به وسیله این ولوم می‌توان توان هیتر ته برج را تنظیم نمود.

- ۳- در سمت چپ تابلو فرمان دمای هیتر نشان داده می‌شود. و دقت شود ماکسیمم دمای هیتر بر روی ۱۲۰ تنظیم شده است. همچنین انتظار می‌رود زمانیکه دما به ۷۰ می‌رسد. حلال آب تبخیر شود.
- ۴- تنظیم دمای حلال: بر روی تابلو فرمان دستگاه یک نمایش‌دهنده دما نصب شده که می‌توان با فشار دادن دکمه‌ی MD دمای حلال پیش گرم را تنظیم کرد. دمای ۴۵ تا ۵۰ درجه برای این منظور مناسب می‌باشد.
- ۵- اجکتور: یک اجکتور جهت افزایش سرعت کار دستگاه با حلال مایع روی دستگاه نصب شده است. البته استفاده یا عدم استفاده از این اجکتور در طول آزمایشات اختیاری است.

**هشدار ۱:** حتما پس از انجام آزمایش دستگاه (ستون، مخزن و مخزن استخراج) را از مواد شیمیایی به طور کامل خالی نمایید.

**هشدار ۲:** پس از انجام آزمایش حتما دستگاه را خاموش کرده، دو پایه برق دستگاه را از پریز برق بکشید.

**هشدار ۳:** در جوش‌آور برج تقطیر و مخزن شیشه‌ای سمت راست دستگاه، دو هیتر قرار دارد که حتما این دو مخزن باید به حدی آب داشته باشد که المان‌های حرارتی به طور کامل در مایع غوطه‌ور باشند. هیتر سمت راست برای تنظیم دمای حلالی که بر روی جامد قرار داده شده و در مخزن استخراج می‌ریزد، تعبیه شده است.

**هشدار ۴:** جریان آب متصل به دستگاه را از شیر آب ببندید.

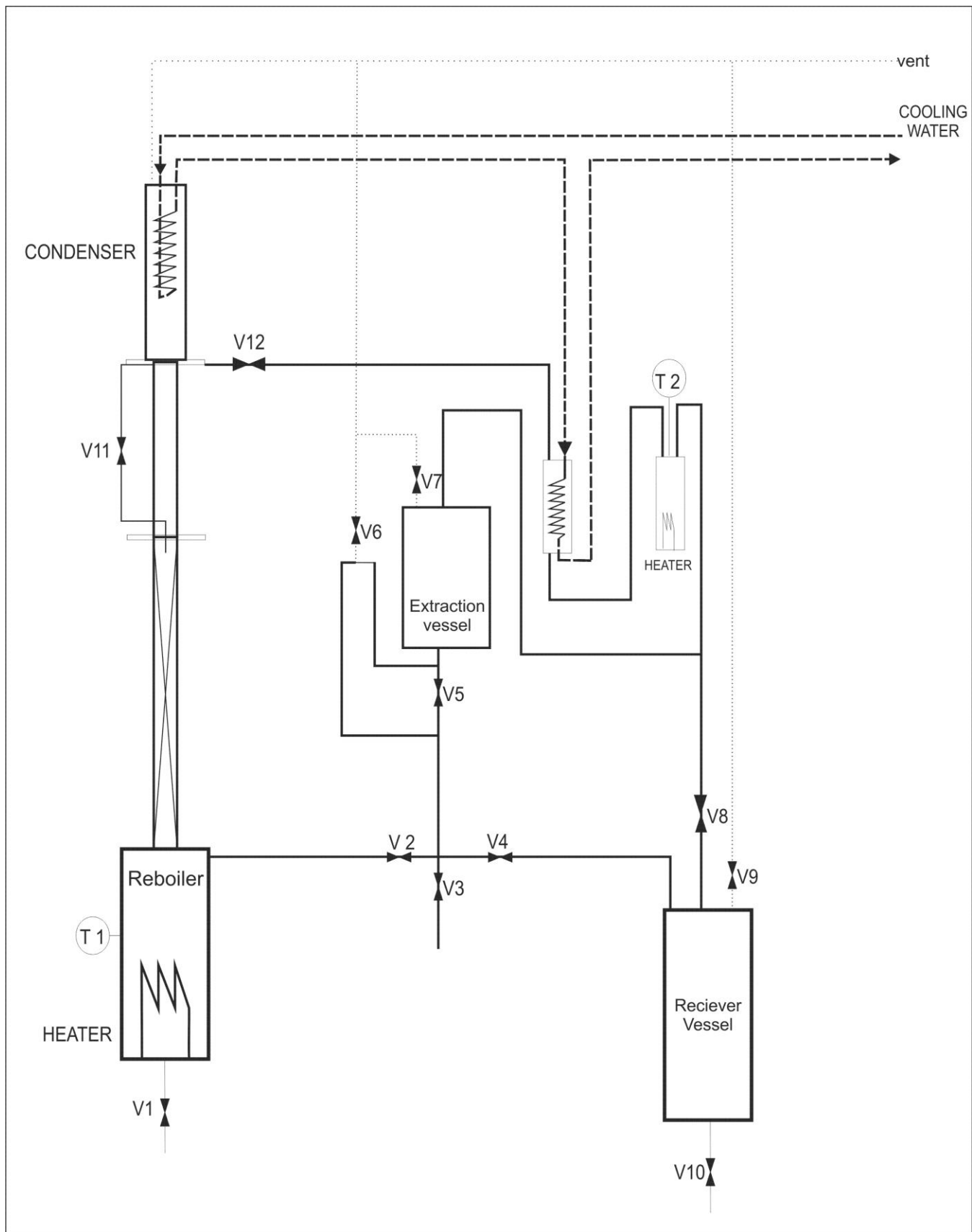
در سمت راست دستگاه یک مخزن شیشه‌ای تعبیه شده است که در حالت استخراج پیوسته استفاده می‌شود. در سمت چپ مخزن استخراج مسیرهای سوکسله قرار گرفته و شیرهای  $V_2-V_3-V_4$  در زیر مخزن استخراج، بر روی یک چهارراه قرار دارد. به طور کلی ابتدا محلول در برج تقطیر خالص‌سازی می‌شود. بدین منظور محلول آب و قند در دیگ می‌جوشد و محلول تبخیر می‌شود، سپس بخار حاصل با گذر از ستون پر شده وارد کندانسور می‌شود. در کندانسور بخار میعان شده و محلول مایع وارد مسیر می‌شود.

اگر شیر رفلاکس  $V_{11}$  باز باشد که محلول رفلاکس می‌شود. اگر شیر محصول  $V_{12}$  باز باشد محصول وارد کندانسور دوم می‌شود. در غیر اینصورت محصول در مخزن جمع می‌شود. در صورتی که شیر محصول باز باشد، در ادامه محصول به شیر  $V_8$  می‌رسد که می‌توان به وسیله این شیر، محصول را وارد فرایند استخراج یا مخزن ذخیره نمود.

اگر شیر  $V_8$  باز باشد محصول تقطیر شده وارد مخزن ذخیره حلال می‌شود. در صورت بسته بودن، آب وارد هیتر می‌شود و دمای آن به دمای موردنظر (تنظیم شده بر روی تابلو فرمان) می‌رسد. در ادامه حلال آب از بالای هیتر خارج شده و بر روی جامد می‌ریزد. بدین ترتیب قند جامد را در خود حل کرده، سپس بسته به فرایند موردنظر می‌توان مسیر سوکسله، پیوسته و یا حالت سرریز را انتخاب کرد.

این دستگاه در ابتدای کار باید هواگیری شود، زیرا هوا در بالای مخزن تنظیم دمای مایع جمع می‌شود و از ورود مایع به مخزن استخراج جلوگیری می‌کند. برای رفع مشکل باید شیر بالای مخزن جمع‌آوری (شیر  $V_8$ ) را ۲ تا ۳ دقیقه باز نموده تا مایع آب از مخزن تنظیم دمای مایع، وارد مخزن جمع‌آوری شود و سیستم هواگیری گردد. سپس شیر  $V_8$  را بسته و طبق مراحل زیر آزمایشات را انجام دهید.

در نمودار صفحه بعد، نامگذاری شیرها و اجزای دستگاه مشاهده می‌شود.



## آزمایش ۱: استخراج حالت پیوسته

### • مرحله اول

۱) ابتدا شیرهای  $V_5$  و  $V_2$  را باز و شیرهای  $V_4$  و  $V_3$  را بسته نگه دارید. پیچ‌های موجود بر روی مخزن استخراج را که کلاhek مشکی دارند را باز کرده و درپوش را به سمت عقب کمی حرکت دهید و ۴٫۵ لیتر آب را به در آن بریزد. این آب به داخل برج تقطیر (دیگ) هدایت می‌شود.

۲) چغندر قند را خرد کنید و دقت نمایید که دانه‌ها حتی‌الامکان حتما خرد شده باشد و از طرفی خردترین ذره نباید از قطر ۲ میلی‌متر کوچک‌تر باشد (بهتر است خیلی ریز نشود تا از صافی عبور ننماید). توری فلزی موجود داخل مخزن استخراج را بیرون بیاورید.

۳) ابتدا توری را وزن کرده و توری را از چغندر قند خرد شده پر نمایید و دوباره با دقت صدم گرم، وزن توری و دانه‌ها را اندازه‌گیری نمایید. توری را در محل خود قرار داده و درپوش آن را با دقت ببندید. آب شهری را به کندانسور وصل نموده و دستگاه را فعال نمایید.

۴) در صورتی که آب را تازه ریخته‌اید نیازی به رفلاکس نداشته و شیر آن را کامل ببندید، در غیر این صورت مقدار کمی شیر رفلاکس را باز نمایید تا حلال رفلاکس شده و محصول خالص‌تر گردد. دمای جوش‌آور را ۷۰ تنظیم نمایید در صورتی که سیستم زیاد کف کند آن را کاهش دهید. (مثلاً حدود ۶۵ درجه قرار دهید، تنظیم این دما مقدار قند حل شده در آب بستگی دارد به همین دلیل باید با توجه به کف ایجاد شده و جلوگیری از حالت طغیان دستگاه، دمای آن تنظیم گردد). شیر محصول را کامل باز نمایید و اجازه دهید آب وارد کندانسور دوم شود.

۵) شیر  $V_8$  را ببندید تا آب وارد هیتر شود. دمای هیتر را بر روی ۳۵ درجه تنظیم نمایید. با جاری شدن آب بر روی چغندر قند استخراج شروع می‌شود.

۶) شیرهای  $V_4$  و  $V_5$  (زیر مخزن استخراج) و  $V_6$  را باز کرده و شیر  $V_3$  را ببندید، آب که قند دانه‌ها را در خود حل کرده است، وارد مخزن جمع‌آوری می‌شود. این فرآیند را ادامه دهید تا سطح آب در ستون تقطیر، به سطح فلزی مخزن شیشه‌ای دیگ بخار برسد.

۷) درپوش را باز کرده چغندر قند را خارج نموده و با حرارت ملایم (در صورت نبودن آون) می‌توان در آفتاب (در هوای گرم) پهن نمود تا آب آن تبخیر شود. پس از خشک شدن دانه‌ها، آن‌ها را وزن کنید و تغییر جرم آن را محاسبه نمایید. حلال آب را از مخزن جمع‌آوری کننده (Receiver Vessel) خارج و حجم آن را اندازه‌گیری نمایید. حلال را سریع به برج برگردانید تا تبخیر نشود.

### • مرحله دوم

۸) وزن دانه‌های خشک شده مرحله اول را اندازه‌گیری نمایید و آن را دوباره در مخزن استخراج قرار دهید.

۹) مراحل قبلی را یکبار دیگر تکرار نموده و دوباره کاهش جرم را اندازه‌گیری نمایید.

۱۰) در صورت وقت کافی مرحله سوم نیز مشابه مرحله دوم تکرار شود.

**هشدار:** نباید سطح آب از سطح بالایی هیتر مخزن جوش آور پایین‌تر باشد، زیرا باعث سوختگی هیتر می‌شود.

## آزمایش ۲: استخراج با حالت سوکسله

(۱) چغندر قند خرد شده تازه آماده کنید و در مخزن استخراج قرار دهید.

(۲) همه مراحل آزمایش ۱ را انجام دهید. با این تفاوت که  $V_4$  و  $V_5$  باید بسته و  $V_2$  باز باشد،  $V_6$  را ببندید و دستگاه را فعال نمایید، اجازه دهید تقطیر شروع شود. رفلاکس را کمی باز نموده اجازه دهید آب بر روی چغندر قند بریزد و دمای هیتر، را بر روی ۳۵ درجه تنظیم نمایید. صبر کنید تا مخزن استخراج از آب پر شود. وقتی که این مخزن پر شود به طور خودکار خالی می شود.

(۳) اجازه دهید که سه بار سوکسله اتفاق بیفتد با اتمام این سه مرحله، چغندر قند را خارج کرده و پس از خشک شدن، وزن دانه ها را اندازه گیری نمایید و کاهش جرم آن را حساب نمایید.

توجه: در حالت سوکسله، باید شیر  $V_6$  بسته و شیر  $V_7$  باز باشد تا حالت سوکسله انجام شود. در غیر این صورت انجام نمی شود.

## آزمایش ۳: بررسی تاثیر دما بر استخراج جامد- مایع

چغندر قند خرد شده تازه تهیه نموده و در مخزن استخراج قرار دهید، دمای هیتر را از ۳۵ درجه به ۵۰ درجه برسانید. آزمایش ۱ را فقط برای یک بار انجام دهید و درصد انتقال قند به آب را تعیین نمایید.

## آزمایش ۴: بررسی درصد استخراج قند در حالت سرریز

(۱) آزمایش، مطابق مرحله اول آزمایش ۱ انجام شود با این تفاوت که  $V_5$  و  $V_2$  بسته و شیر  $V_6$  و  $V_4$  باز باشد.

(۲) در این حالت نیز آب بر روی جامد می ریزد و تقریباً تا پر شدن مخزن استخراج فرایند ادامه می یابد. سپس سر ریز می شود و وارد مخزن جمع آوری می شود.

(۳) این فرایند را انجام دهید و در نهایت جرم کم شده چغندر قند را اندازه بگیرید. سپس حلال آب موجود در مخزن جمع آوری را اندازه گرفته و سریع حلال را به برج منتقل نمایید.

## آزمایش ۵

مرحله سوکسله برای دمای ۵۰ درجه آب تکرار نمایید. این بار نیز سه بار سوکسله شدن را تکرار کنید و در نهایت جرم قند را اندازه گیری نمایید.

## آزمایش ۶

ازمایش سوکسله را در حالی که آب پس از استخراج وارد مخزن جمع آوری شود برای ۴,۵ لیتر آب تکرار نمایید. برای این کار کافی است شیر  $V_4$  و  $V_7$  باز و  $V_2$ ,  $V_3$ ,  $V_5$ ,  $V_6$  بسته باشد.



- ۱- نمودار تعادلی آزمایش ۱ را رسم کنید.
- ۲- در هر مرحله درصد قند استخراج شده را محاسبه نمایید.
- ۳- تاثیر دما بر فرآیند استخراج را بیان کنید.
- ۴- فرآیند استخراج به دو روش سوکسله و پیوسته را مقایسه کنید.
- ۵- فرآیند استخراج به دو روش سوکسله و حالت سرریز را مقایسه نمایید.
- ۶- فرض کنید که یک دانه قندی به شکل کاملاً کروی و همگن در سیال آب غوطه‌ور باشد. شعاع دانه را  $r$  و ضریب نفوذ قند در حلال را  $D$  در نظر بگیرید.
  - i. با این فرض که حلال اطراف دانه کاملاً ساکن باشد، یک مدل ریاضی برای پروفایل غلظت قند در حلال بدست آورید.
  - ii. پروفایل غلظت قند در داخل دانه قندی را با ضریب نفوذ موثر  $D_{eff}$  بدست آورید.
  - iii. مکانیزم‌های انتقال را در حالتی که اطراف دانه کروی جریان حرکت داشته باشد، توصیف نمایید.