

# 11. Ekstrakcja

dr Ewa Hajduk

## 11.1. Uwagi wstępne

Ekstrakcja to operacja polegająca na otrzymywaniu z mieszaniny stałej, płynnej lub gazowej określonego składnika lub grupy składników za pomocą odpowiedniego rozpuszczalnika. Podstawowe znaczenie dla tej operacji ma **dyfuzja**, w której ma się do czynienia z przenoszeniem masy pewnej substancji do ośrodka, w którym jej nie ma lub występuje w mniejszym stężeniu. Dyfuzja zachodzi w kierunku od większego do mniejszego stężenia, a jej szybkość jest uwarunkowana tzw. gradientem stężeń składnika *A* na drodze *x*. Ilość substancji dyfundującej przez powierzchnię *F* w kierunku *x* i w jednostce czasu zgodnie z pierwszym prawem dyfuzji Ficka można przedstawić w formie równania:

$$n_A = -D_{AB} dF \frac{dc_A}{dx} \cdot d\tau$$

gdzie:  $n_A$  – gęstość strumienia masy składnika *A* dyfundującego przez powierzchnię *F* w kierunku *x* i w jednostce czasu  $\tau$  [mol/(m<sup>2</sup> s)];  $\frac{dc_A}{dx}$  – różnica stężeń *dc* składnika *A* na drodze o długości *dx*;  $D_{AB}$  – kinematyczny współczynnik dyfuzji składnika *A* względem składnika *B* [m<sup>2</sup>/s]; znak „-” oznacza, że stężenie *c* [mol/m<sup>3</sup>] zmniejsza się w miarę wzrostu odległości *x* [m].

Zależność zmian stężenia *c* od czasu  $\tau$  podaje drugie prawo Ficka, wyrażone w postaci równania różniczkowego drugiego rzędu:

$$\frac{dc}{d\tau} = D_{AB} \cdot \frac{d^2c}{dx^2}$$

gdzie:  $D_{AB}$  – kinematyczny współczynnik dyfuzji składnika *A* względem składnika *B*;  $dc/dx$  – różnica stężeń.

Z podanych wyżej praw wynikają następujące uogólnienia dla procesu ekstrakcji:

- Przy ekstrakcji ciał stałych należy zwiększyć powierzchnię zetknięcia faz, co można osiągnąć przez ich rozdrobnienie i mieszanie, a w ekstrakcji cieczami – przez zastosowanie aparatów bełkotkowych, rozpryskowych itd.

- Należy zwiększyć gradient stężenia  $\frac{dc}{dx}$ , co osiąga się przez zwiększenie ilości rozpuszczalnika lub przez prowadzenie ekstrakcji przeciwapadowo.

- W przypadku ekstrahowania w środowisku ruchomym należy w miarę możliwości zwiększyć prędkość ruchu faz, co prowadzi do zmniejszenia grubości

warstewki laminarnej na granicy faz stawiającej główny opór dyfuzji rozpuszczonego składnika.

- Należy zwiększyć czas ekstrahowania, w wyniku czego wzrasta ilość usuniętej substancji. Wielkości tej nie można jednak zwiększać nieograniczenie, gdyż proces stałby się nieekonomiczny (ilość ekstrahowanej substancji w czasie maleje).

Trzeba pamiętać także o tym, że wyższa temperatura sprzyja zjawiskom dyfuzyjnym poprzez zmianę wielkości współczynnika dyfuzji  $D_{AB}$ , dlatego w praktyce przemysłowej operację typu dyfuzyjnego, a więc również ekstrakcja, są integralnie związane z operacjami termicznymi.

W zależności od cech materiału ekstrahowanego, użytego rozpuszczalnika, temperatury i czasu ekstrakcji wyróżniamy następujące jej sposoby:

- **ługowanie** odbywające się przy udziale wody jako rozpuszczalnika ośrodków stałych,
- **dializę** zachodzącą przez błonę częściowo półprzepuszczalną umożliwiającą dyfuzję składników o mniejszej masie cząsteczkowej,
- **macerację** polegającą na zalaniu rozdrobnionego surowca rozpuszczalnikiem, a następnie oddzieleniu ekstraktu od ekstrahowanej substancji,
- **perkolację** (wypieranie), w której rozpuszczalnik przepływa pod wpływem siły ciężkości przez materiał ekstrahowany,
- **metodę immersyjną** lub dyfuzyjną, gdzie surowiec jest całkowicie zanurzony w rozpuszczalniku będącym w ciągłym przepływie,
- **ekstrakcję wielostopniową**, czyli kilkakrotne przemywanie surowca najpierw ekstraktem, a na koniec czystym rozpuszczalnikiem przepływającym w przeciwnym kierunku.

Proces ekstrakcji składa się z trzech etapów:

1. wymieszania surówki ekstrakcyjnej z rozpuszczalnikiem,
2. rozdzielenia powstałych faz,
3. usunięcia i regeneracji rozpuszczalnika z każdej fazy.

## 11.2. Ekstrahowanie ciał stałych

Szybkość ekstrakcji jest wprost proporcjonalna do siły napędowej procesu i odwrotnie proporcjonalna do oporu dyfuzyjnego. Siła napędowa zależy od kierunku wzajemnego ruchu ciała stałego i ekstrahenta (może być współ- lub przeciwnokierunkowy) oraz od stosunku ilości fazy stałej i ekstrahenta. Na opór dyfuzyjny składają się opory dyfuzyjne ruchu masy w nośniku i w głównej masie ekstrahenta.

Ciała stałe, które są poddawane ekstrakcji w przemyśle spożywczym, mają budowę kapilarno-porowatą utrudniającą ruch masy w ich wnętrzu. Z tego powodu tkanka roślinna czy też zwierzęca przed rozpoczęciem ekstrakcji musi być poddana wstępnej obróbce (rozdrobnienie, ogrzanie, zamrożenie, fermentacja). Po takim zabiegu całkowity opór dyfuzyjny mieści się w błonach komórkowych. Ruch masy odbywa się przez pory tych błon. Ze względu na krętość

porów wzrasta długość drogi dyfuzji, a z powodu częstego zderzania się cząstek dyfundujących ze ściankami kapilar wzrasta opór ruchu masy. Dlatego szybkość dyfuzji w porach ciała stałego jest mniejsza niż w czystej cieczy. Stąd też współczynnik dyfuzji w tkance ma mniejszą wartość niż współczynnik dyfuzji swobodnej.

Współczynnik dyfuzji zależy od temperatury (zwiększa się wraz ze wzrostem temperatury), stężenia, struktury ciała porowatego, fizycznych właściwości substancji ekstrahowanej i ekstrahenta.

W odpowiednim przebiegu procesu przenoszenia masy w ciele stałym ważną rolę odgrywa właściwy wybór cieczy ekstrakcyjnej. Rozpuszczalnik (ekstrahent) powinien: być selektywny, zapewniać dużą szybkość procesu, mieć niską temperaturę wrzenia (być łatwy do oddestylowania), nie powinien pozostawiać zapachu, łączyć się z substancją ekstrahowaną, powodować korozji oraz powinien być możliwie tani. W przemyśle spożywczym jako rozpuszczalnik najczęściej stosuje się: wodę, alkohol etylowy, benzynę, benzen i dwuchloroetylen.

Zewnętrzny opór dyfuzyjny zależy od warunków hydrodynamicznych opływu ekstrahentem brył surowca i od ich rzeczywistej (aktywnej) powierzchni.

Zmniejszenie wielkości ziaren, a w konsekwencji zwiększenie powierzchni fazy stałej powoduje wzrost szybkości procesu. Jednakże zmniejszenie wielkości ziaren może także dawać skutek odwrotny, gdy większa część ich powierzchni jest nieaktywna w wyniku zablokowania przez sąsiednie cząstki w złożu. Podobny skutek może spowodować wzrost względnej prędkości ruchu fazy ciekłej i stałej przez doprowadzenie do ścięśnienia się ziaren w złożu, zmniejszenia ich aktywnej powierzchni i w rezultacie zwolnienia szybkości procesu.

Proces ekstrakcji może być prowadzony przy różnym wzajemnym ruchu faz:

- współprądowo,
- przeciwprądowo,
- z idealnym wymieszaniem,
- w sposób kombinowany.

W procesie prowadzonym przeciwprądowo można uzyskać przejście największej ilości substancji ekstrahowanej do ekstrahenta, o ile współczynniki dyfuzji i wnikania masy będą wystarczająco wysokie, wielkości ziaren ciała stałego możliwie małe i czas trwania procesu odpowiednio długi.

Podczas ekstrakcji ekstrahowana substancja przechodzi do ekstrahenta i zwiększa jego stężenie, w wyniku czego siła napędowa procesu ulega zmniejszeniu. Im większa jest względna ilość rozpuszczalnika, tym mniej wzrasta jego stężenie z powodu rozpuszczania się w nim substancji ekstrahowanej i odpowiednio mniej zmniejszy się siła napędowa procesu. Prowadzi to oczywiście do zwiększenia ilości substancji wyekstrahowanej w określonym czasie, ale powoduje także zmniejszenie jej stężenia w ekstrahencie opuszczającym aparat, a to z kolei prowadzi do wzrostu kosztów wydzielenia tej substancji w postaci czystej.

### 11.3. Ekstrahowanie cieczy

Rozdzielanie jednorodnych mieszanin ciekłych przez ekstrakcję jest stosowane wtedy, gdy ich rozdzielanie przez rektyfikację jest niemożliwe lub nieopłacalne. Rektyfikacji nie można zastosować, gdy tworzy się azeotrop lub gdy składniki rozdzielanej mieszaniny łatwo rozkładają się w podwyższonej temperaturze. Stosowanie rektyfikacji jest nieopłacalne, gdy trzeba rozdzielić związki o bardzo zbliżonej temperaturze wrzenia, ponieważ w takim przypadku zużywa się więcej ciepła niż przy zastosowaniu ekstrakcji z późniejszym oddestylowaniem rozpuszczalnika z produktów rozdziału. Na rozpuszczalnik wybiera się taką ciecz, która nie posiada właściwości wzajemnego rozpuszczania z poddawaną przerobowi surówką ekstrakcyjną, ale jest dobrym rozpuszczalnikiem usuwanych z niej substancji oraz ma ciężar właściwy znacznie różniący się od ciężaru właściwego przerabianej surówki.

W wyniku kontaktu ciekłej mieszaniny zawierającej substancję ekstrahowaną (surówki) z ekstrahentem, który jest nierozpuszczalny (lub mało rozpuszczalny), tworzą się dwie odrębne fazy ciekłe: **ekstrakt** i **rafinat**. Rafinat jest mieszaniną ciekłą uboższą w składniki wydzielane i zawierająca zazwyczaj małe ilości rozpuszczonego ekstrahenta. Ekstrakt jest roztworem wydzielonych składników w ekstrahencie. Uproszczony schemat przebiegu procesu przedstawiono na rycinie 11.1.

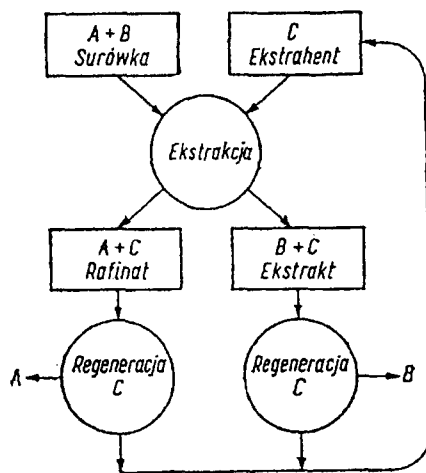
W celu zwiększenia powierzchni między tymi fazami stosuje się mieszanie. Gdy powierzchnia jest duża, zetknięcie faz jest lepsze i składnik *B* lepiej dyfunduje do ekstraktu. Dyfuzja trwa aż do ustalenia się stanu równowagi odpowiadającego temperaturze, w jakiej prowadzi się proces. W tym stanie stosunek stężenia składnika *B* w obu fazach jest określony przez tzw. prawo podziału Nernsta:

$$k = \frac{x^*_E}{x^*_R}$$

gdzie: *k* – współczynnik podziału,  $x^*_E$  – równowagowe stężenie (ułamek masowy) składnika dyfundującego (wydzielanego) w ekstrakcie,  $x^*_R$  – równowagowe stężenie tego składnika w rafinacie.

Wzór ten jest słuszny, gdy:

- nie zachodzą reakcje chemiczne pomiędzy składnikami faz,



Ryc. 11.1. Schemat ideowy przebiegu ekstrakcji. Źródło: Molenda, 1988

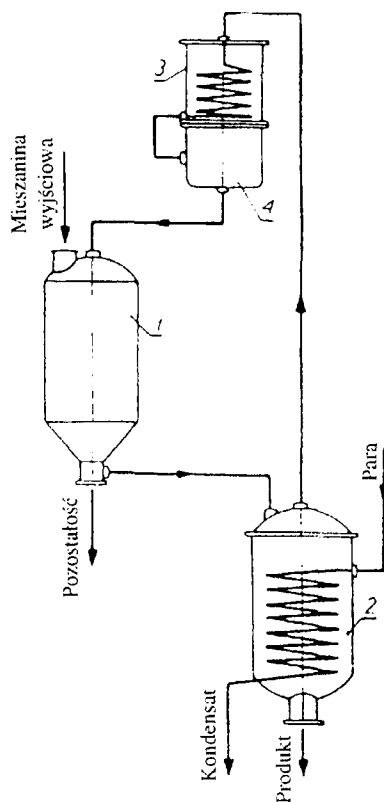
- rozpuszczalnik pierwotny (A) i ekstrahent (C) są całkowicie wzajemnie nierozpuszczalne,

- nie występuje asocjacja ani dysocjacja cząstek wydzielonego związku (B).

W praktyce rozpuszczalnik pierwotny i ekstrahent są w sobie w małym stopniu rozpuszczalne. Otrzymuje się więc ekstrakt i rafinat będące nasyconymi roztworami trójskładnikowymi. Ekstrakt oprócz ekstrahenta i wydzielanego składnika zawiera także małą ilość rozpuszczalnika pierwotnego A. Rafinat zaś zawiera rozpuszczalnik pierwotny A, małe ilości składnika wydzielanego B i ekstrahenta.

## 11.4. Konstrukcja aparatów ekstrakcyjnych

### 11.4.1. Aparaty do ekstrakcji ciał stałych



Ryc. 11.2. Schemat urządzenia ekstrakcyjnego do ciał stałych:

1 - ekstraktor, 2 - kocioł destylacyjny, 3 - chłodnica skraplacza, 4 - zbiornik na rozpuszczalnik.

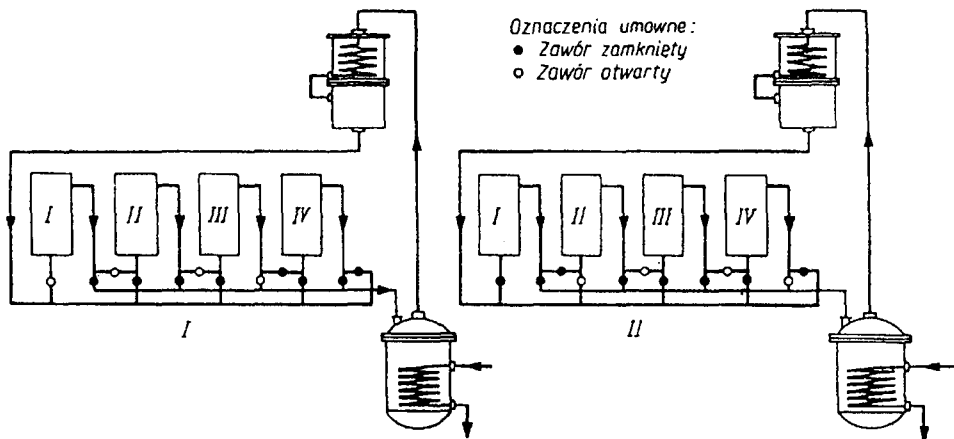
Źródło: Kasatkin, 1954

Aparaty ekstrakcyjne mogą być jedno- i wielodziałowe, o działaniu periodycznym i ciągłym oraz pracujące bez mieszania i z mieszaniem (aparaty z mieszadłami i obrotowe).

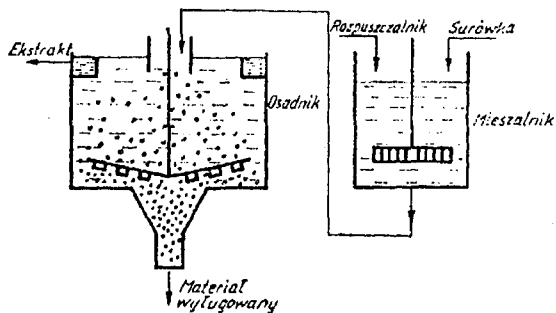
**Jednodziałowe urządzenie ekstrakcyjne** składa się z ekstraktora, aparatu destylacyjnego do odpędzania rozpuszczalnika, kondensatora do skraplania par rozpuszczalnika i odbieralnika do rozpuszczalnika pierwotnego (ryc. 11.2).

Surówkę ekstrakcyjną załadunkuje się do ekstraktora (1), a potem wlewa się określoną objętość czystego rozpuszczalnika. Gdy z surówki do ekstrahenta przejdzie określona ilość usuwanej substancji, spuszcza się go do kotła destylacyjnego (2), w którym następuje oddzielenie par czystego rozpuszczalnika od wyekstrahowanego produktu. Pary te przechodzą do skraplacza (3), skraplają się, a kondensat zbiera się w zbiorniku (4), z którego zawraca się go do ekstraktora. Proces ten powtarza się, dopóki określona ilość ekstrahowanej substancji nie zostanie usunięta z surówki. Po tym czasie stałą pozostałość w ekstraktorze poddaje się działaniu pary lub podgrzewa w celu odpędzenia z niej resztek rozpuszczalnika, wyładunku i zastąpieniu nową

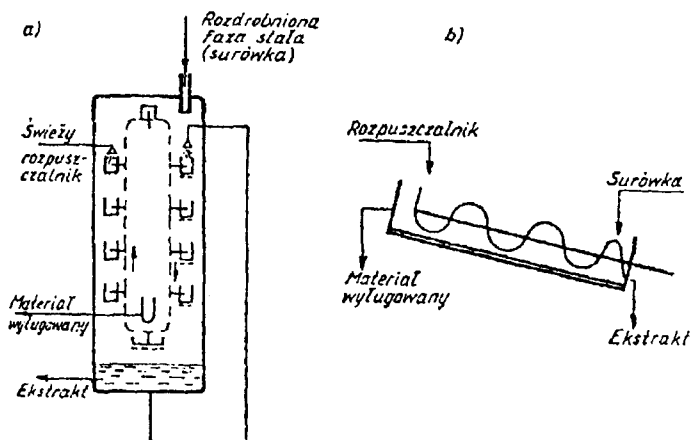
porcją surówki. Przy takiej metodzie pracy do całkowitego usunięcia danego składnika potrzeba znacznych ilości rozpuszczalnika, dłuższego czasu i dużej aparatury. Bardziej efektywna jest ekstrakcja przeprowadzana w **baterii ekstraktorów** połączonych kolejno w **urządzenie wielodziałowe**. W tym przypadku surówkę załaduje się do wszystkich ekstraktorów jednocześnie. Ekstrahent pierwotny wprowadzany jest do jednego z ekstraktorów i z niego przechodzi kolejno przez wszystkie następne. Z ostatniego ekstrakt jest kierowany do kotła destylacyjnego. Pary rozpuszczalnika po przejściu przez chłodnicę zbierają się w zbiorniku, z którego przekazywane są z powrotem do pierwszego ekstraktora. Po uzyskaniu w pierwszym ekstraktorzeżądanego stopnia ekstrakcji wyłącza się go z obiegu. Jego zawartość spuszcza się do kotła destylacyjnego, po czym załaduje świeżą porcją surówki i włącza do obiegu, ale tym razem jako ostatni aparat. Pierwszym staje się ten ekstraktor, który był uprzednio drugim. Schemat urządzenia wielodziałowego przedstawia rycina 11.3. Inne rozwiązania przedstawiają ryciny 11.4 i 11.5.



Ryc. 11.3. Urządzenie wielodziałowe do ekstrakcji ciała stałego: I – załadowanie, II – wyładowanie. Źródło: Kasatkin, 1954



Ryc. 11.4. Połączenie tługowania z sedymentacją. Źródło: Selecki i Gradoń, 1985



Ryc. 11.5. Techniczne rozwiązania ługowania ciągłego:  
a – transport kubetkowy, b – transport ślimakowy.

Źródło: Selecki i Gradoń, 1985

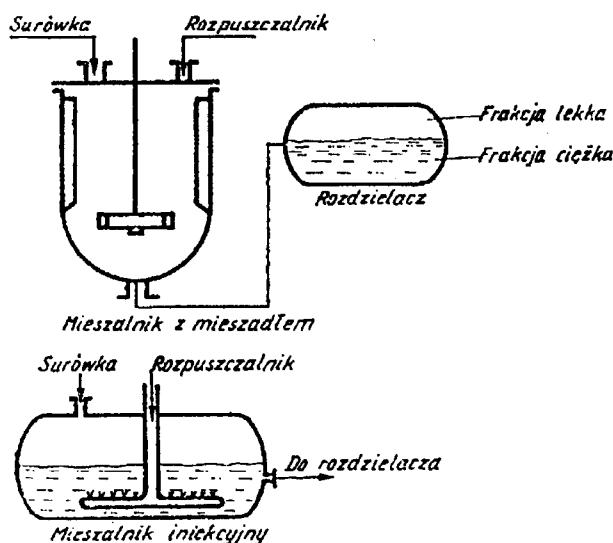
#### 11.4.2. Urządzenia do ekstrakcji w układzie ciecz-ciecz

Proces ekstrakcji w układzie ciecz-ciecz może być przeprowadzony przy okresowym lub ciągłym kontakcie rozpuszczalników. W pierwszym przypadku mieszanie i rozdzielanie dwufazowego układu ekstrakcyjnego odbywa się w dwóch różnych aparatach – **mieszalnikach** i **odstojnikach** (rozdzielaczach) – każda para takich urządzeń tworzy jeden stopień ekstrakcji. W drugim przypadku ciągły kontakt cieczy, przepływających względem siebie w przeciwnym kierunku, odbywa się w jednym aparacie, zazwyczaj w kolumnie. Schemat aparatu do ekstrakcji jednostopniowej przedstawia rycina 11.6.

Mieszalnik jest to zbiornik z mieszadłem o rozmaitej konstrukcji lub zbiornik z mieszadłem iniekcyjnym, w którym mieszanie następuje w wyniku przepływu przez układ dysz cieczy dyspergującej. W urządzeniu tym następuje wymieszanie się surówki z ekstrahentem, a po ustaleniu się równowagi międzyfazowej, emulsja przechodzi do rozdzielacza, gdzie dzieli się na dwie fazy.

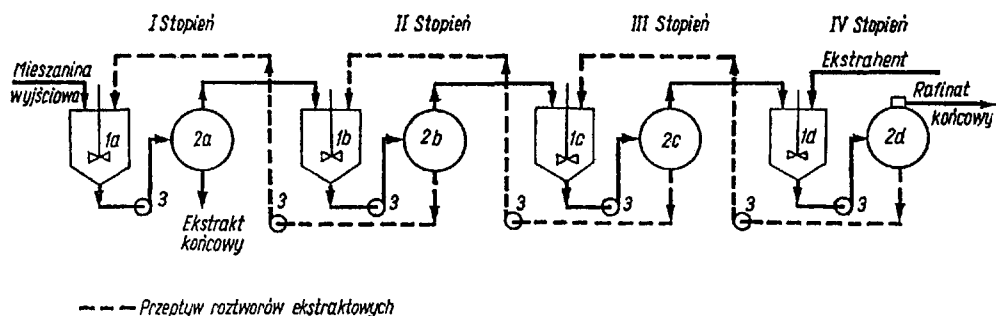
Ekstrakcja jednostopniowa charakteryzuje się małą skutecznością i względnie niską wydajnością. Z tego względu taki sposób prowadzenia procesu jest rzadko stosowany.

W warunkach przemysłowych ekstrakcja wielostopniowa zachodzi przeciwnie, gdyż w porównaniu z procesem współprądowym charakteryzuje się ona mniejszym zużyciem ekstrahenta oraz prostszym i tańszym sposobem jego regeneracji. Na rycinie 11.7 przedstawiono schemat ekstrakcji czterostopniowej. Mieszanina wyjściowa wprowadzana jest do mieszalnika (1a), gdzie miesza się z roztworem ekstraktowym pompowanym z odstojnika II stopnia (2b). Otrzymana mieszanina jest kierowana do odstojnika (2a), w którym rozdziela się na dwie warstwy: górną – rafinowaną i dolną – ekstraktową. Roztwór



Ryc. 11.6. Schemat urządzeń do ekstrakcji okresowej w układzie ciecz-ciecz.

Źródło: Selecki i Gradoń, 1985



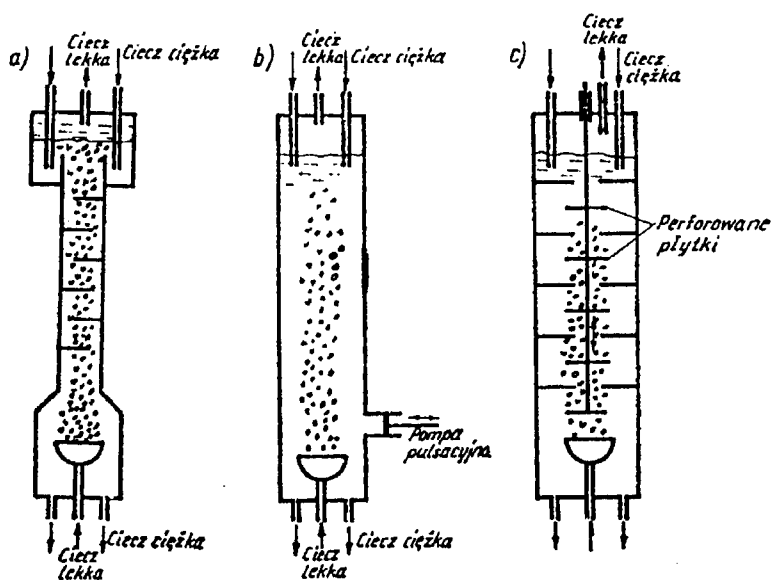
Ryc. 11.7. Schemat ekstrakcji czterostopniowej przeciwwądowej: 1 – mieszalniki, 2 – odstojniki, 3 – pompy. Źródło: Molenda, 1988

przeływa przez aparaturę w przeciwwądzie do roztworu rafinatu, tj. począwszy od mieszalnika IV stopnia (1d), a skończywszy na odstojniku I stopnia (2a). Po przejściu każdego stopnia roztwór ekstraktowy jest bogatszy w składnik wydzielany, natomiast roztwór rafinatu staje się uboższy w ten składnik. Końcowy rafinat odbiera się z odstojnika (2d).

W **kolumnach ekstrakcyjnych** na skutek różnicy gęstości dwóch cieczy następuje zetknięcie się tych cieczy w przeciwwądzie. Ekstrahent, który ma większą gęstość od surowca, jest doprowadzany do górnej części kolumny, a surowiec do dolnej. Obie ciecze poruszają się wewnątrz aparatu w ciągłym



przeciwprądzie, dzięki czemu dobrze stykają się ze sobą i dyfuzja wydzielanego składnika do roztworu ekstrahowanego przebiega efektywnie. Ekstrakt odprowadza się z dołu kolumny, a z góry – rafinat. Różne typy kolumn ekstrakcyjnych przedstawiono na rycinie 11.8. W kolumnach tych jedną z faz rozprasa się w postaci kropeł, stosując pulsacje fazy ciągłej wymuszone pompą (b) lub ruchem perforowanych płytek umieszczonych na wspólnej osi wzdłuż kolumny (c), aby zapobiec ich koalescencji.



Ryc. 11.8. Schemat instalacji do ekstrakcji ciągłej: a – kolumna półkolumnowa, b – kolumna pulsacyjna, c – kolumna z oscylującymi płytkami w układzie. Źródło: Selecki i Gradoń, 1985

Ekstraktory wirówkowe stosuje się wtedy, gdy różnica gęstości cieczy stykających się w czasie ekstrakcji jest mała lub gdy ekstrakcję trzeba przeprowadzić szybko, np. przy produkcji antybiotyków. Dzięki wykorzystaniu siły odśrodkowej w tego typu aparatach zwiększa się skuteczność mieszania faz ciekłych, a więc i szybkość procesu.

## 11.5. Zastosowanie ekstrakcji w przemyśle spożywczym

Ekstrakcja jest jednym z podstawowych procesów w wielu gałęziach przemysłu spożywczego. Stosuje się ją przy produkcji cukru z buraków, olejów z nasion roślin oleistych, olejków zapachowych, enzymów, witamin, ekstraktów kawy i herbaty.

Ekstrakcję cukru z buraków cukrowych pokrojonych na cienkie pasemka prowadzi się w baterii dyfuzorów za pomocą wody ogrzanej do temperatury 75–80°C. Bateria składa się z 8–16 dyfuzorów z kaloryzatorami służącymi do nagrzewania wody lub soku z poprzedniego dyfuzora. Proces ten można prowadzić także w sposób ciągły w ekstraktorze ślimakowym.

Ekstrakcję wodą, czyli ługowanie, stosuje się także przy sporządzaniu brzezki piwnej (tzw. zaciernie). Zabieg ten polega na zalaniu gorącą wodą ześrutowanego słodu i ma na celu wylugowanie rozpuszczalnych w wodzie składników ekstraktu.

W przemyśle koncentratów spożywczych ekstrakcję stosuje się przy produkcji koncentratów witaminowych, np. koncentratu soku wytwarzanego z owoców dzikiej róży, zawierającej duże ilości witaminy C, oraz koncentratu karotenu z marchwi. W pierwszym przypadku owoce dzikiej róży świeże lub suszone poddaje się dyfuzji wodą. Otrzymany sok filtruje się, a następnie zagęszcza w wyparce próżniowej i suszy w suszarce rozpyłowej. Koncentrat prowitaminy A (karoten) jest produkowany przy zastosowaniu oleju rafinowanego i benzyny ekstrakcyjnej jako rozpuszczalników. Sok po wyciśnięciu z marchwi podgrzewa się do 75°C, na skutek czego karoten związany z białkami opada wraz z nimi na dno. Po oddzieleniu koagulatu od soku suszy się go, rozdrabnia na proszek, z którego po ekstrakcji benzyną otrzymuje się miscelę, a następnie karoten krystaliczny. Przez ekstrakcję za pomocą oleju otrzymuje się olejowe roztwory karotenu.

Ekstrakty kawy otrzymuje się przez wodną ekstrakcję kawy naturalnej, a następnie wysuszenie na proszek otrzymanych wyciągów w suszarni rozpyłowej.

Ekstrakcję stosuje się także pomocniczo przy produkcji preparatów pektynowych, gdzie chodzi o wylugowanie z wyciąków jabłkowych substancji rozpuszczalnych (cukrów, soli mineralnych), które w dalszej produkcji są balastem utrudniającym zabiegi i pogarszającym jakość otrzymanego preparatu.

Ekstrakcję enzymów prowadzi się przy użyciu wody, słabych roztworów kwasów i zasad lub soli. W przypadku enzymów pochodzenia roślinnego lub zwierzęcego stosuje się macerację w temperaturze 20–40°C w czasie od kilkunastu godzin do kilkunastu dni, a w przypadku enzymów pochodzenia mikrobiologicznego proces ten wykonuje się metodą dyfuzyjną w baterii 8–10 dyfuzorów.

W przemyśle tłuszczowym ekstrakcja jest jednym z podstawowych procesów wydobywania tłuszczu z nasion roślin oleistych (rzepaku, soi, słonecznika). Wstępnie odolejoną (na prasach ślimakowych) śrutę ekstrahuje się na gorąco za pomocą rozpuszczalnika organicznego, którym zwykle jest benzyna lekka. Najczęściej zabieg ten jest wykonywany metodą ciągłą we współprądzie

lub przeciwwądzie. Otrzymaną miscełę (roztwór tłuszczu w rozpuszczalniku), zawierającą nie mniej niż 25–30% oleju, poddaje się destylacji w celu oddzielenia ekstrahenta.

## 11.6. Literatura

1. Bednarski W. 1986. Ogólna technologia żywności. Skrypt ART, Olsztyn.
2. Kasatkin A.G. 1954. Podstawowe procesy i aparaty w technologii chemicznej. PWT, Warszawa.
3. Kłyszajko-Stefanowicz L. 1982. Ćwiczenia z biochemii. PWN, Warszawa.
4. Molenda J. 1988. Technologia chemiczna. WSiP, Warszawa.
5. Polska Norma PN-71/A-75101. 1975. Przetwory owocowe i warzywne. Przygotowanie próbek i metody badań fizykochemicznych. Wydawnictwa Normalizacyjne, Warszawa.
6. Selecki A., Gradoń L. 1985. Podstawowe procesy przemysłu chemicznego. WNT, Warszawa.
7. Stabnikow W.N., Popow W.D., Łysiński W.M., Riedko F.A. 1978. Procesy i aparaty w przemyśle spożywczym. WNT, Warszawa.

## 11.7. Wykonanie ćwiczenia

### Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest prześledzenie procesu ekstrakcji prowadzonej na różnego typu materiale i w różnych warunkach.

### Ekstrakcja chlorofilu z liści

1. Przygotować trzy próbki świeżych, zielonych liści o wadze 1 g każda. Dwie z nich rozdrobnić nożem, tak jednak, aby różniły się stopniem rozdrobnienia (grubo i drobno pokrojone). Rozdrobnione próbki zalać 50 cm<sup>3</sup> zimnego acetonu (0°C) i mieszać mieszadłem laboratoryjnym przez 10 min. Trzecią próbkę zalać taką samą ilością rozpuszczalnika, a następnie zhomogenizować w homogenizatorze laboratoryjnym w ciągu 1 min.
2. Otrzymane zawiesiny przesączyć przez lejek Schotta G-2.
3. Zmierzyć ilość otrzymanego ekstraktu i wprowadzić doń wodę w ilości 1/4 objętości ekstraktu, w celu otrzymania 80-procentowego stężenia acetonu w roztworze.
4. Wszystkie czynności wykonywać w zaciemnionym pomieszczeniu.
5. Przed pomiarem absorbancji próby rozcieńczyć 5-krotnie 80-procentowym acetonem (fakt ten uwzględnić przy obliczaniu ilości chlorofilu).
6. Absorbancję ekstraktu odczytać wobec 80-procentowego wodnego roztworu acetonu przy długości fal 645 i 663 nm.

7. Zawartość chlorofilu *a* i *b* wyliczyć ze wzorów:

$$C_a = 12,7 \cdot A_{663} - 2,7 \cdot A_{645}$$

$$C_b = 22,9 \cdot A_{645} - 4,7 \cdot A_{663}$$

gdzie:  $A_{663}$  i  $A_{645}$  oznacza absorbancję przy długości fal odpowiednio 663 i 645 nm.

8. Otrzymane wyniki wyrażają zawartość chlorofilu w  $\text{mg}/\text{dm}^3$  roztworu.

9. Porównać efekt ekstrakcji dla każdej próby i wyciągnąć wnioski dotyczące wpływu stopnia rozdrobnienia na ilość wyekstrahowanego chlorofilu.

### **Ekstrakcja antocyjanów z owoców czarnej porzeczki**

1. Odważyć 3 razy po 10 g owoców czarnej porzeczki, zmiażdżyć każdą porcję oddzielnie w moździerzu i zalać  $50 \text{ cm}^3$  rozpuszczalnika:

a) metanol + roztwór wodny 1,5 n HCl w stosunku 85 : 15,

b) bufor cytrynianowy o pH 4,5,

c) 80-procentowy roztwór etanolu

2. Tak przygotowane próby wstawić do lodówki na 2 godziny.

3. Po dokładnym wymieszaniu uzyskany ekstrakt przesączyć i użyć do pomiaru absorbancji przy długości fali 535 nm dla próby a) i c) oraz 510 nm dla próby b) stosując jako próbę ślepą rozpuszczalnik ekstrakcyjny. Próbę a) i c) przed pomiarem absorbancji należy rozcieńczyć 50-krotnie (uwzględniając rozcieńczenie przy obliczeniach i używając tego samego rozpuszczalnika).

5. Ogólną zawartość antocyjanów ( $S_a$ ) obliczyć ze wzoru:

$$S_a = \frac{A_{535,510} \cdot V}{m \cdot 98,2} \left[ \frac{\text{mg}}{\text{g}} \right]$$

gdzie:  $A_{535,510}$  – absorbancja przy długości fali odpowiednio 535 i 510 nm;  $V$  – objętość roztworu [ $\text{cm}^3$ ];  $m$  – masa próbki [g].

6. Porównać wyniki i wyciągnąć wnioski dotyczące efektywności działania poszczególnych rozpuszczalników na ilość uzyskanych antocyjanów.

### **Ekstrakcja witaminy C z owoców rokitnika**

1. Odważyć 2 razy po 10 g owoców rokitnika z dokładnością do 0,01 g, umieścić każdą porcję w zlewce o pojemności  $100 \text{ cm}^3$ , zalać  $50 \text{ cm}^3$  2-procentowego kwasu szczawowego, podłączyć mieszadło laboratoryjne do każdego stanowiska i rozpocząć proces ekstrakcji.

2. Ekstrakcję w pierwszej zlewce prowadzić 3 razy po 10 min, za każdym razem zlewając ekstrakt (po upływie wyznaczonego czasu) do jednej zlewki, uzupełniając ekstrahowany materiał nową porcją 2-procentowego kwasu szczawowego ( $50 \text{ cm}^3$ ). Owoce w drugiej zlewce ekstrahować przez 30 min za pomocą mieszadła, po czym zlać ekstrakt do czystej zlewki.

3. Po przesączeniu ekstraktów oznaczyć w nich zawartość witaminy C.

4. Porównać ilość wyekstrahowanej witaminy C podczas ekstrakcji pojedynczej i wielokrotnej. Wyciągnąć wnioski dotyczące opłacalności obu procesów.

### Oznaczanie witaminy C

Do kolby stożkowej o pojemności 100 cm<sup>3</sup> pobrać 5 cm<sup>3</sup> przesącza, dodać 30 cm<sup>3</sup> 2-procentowego kwasu szczawiowego i po wymieszaniu miareczkować roztworem 2,6-dwuchlorofenolindofenolu aż do wystąpienia lekko różowego zabarwienia nie znikającego w ciągu 30 s. Miareczkowanie powtórzyć 2-krotnie. Zawartość kwasu l-askorbinowego wyrażoną w mg na 100 g surowca obliczyć ze wzoru:

$$x = \frac{b \cdot m \cdot 100}{c \cdot p}$$

gdzie:  $b$  – objętość roztworu 2,6-dwuchlorofenolindofenolu zużytego do miareczkowania [cm<sup>3</sup>];  $m$  – miano 2,6-dwuchlorofenolindofenolu;  $p$  – objętość badanego roztworu pobranego do miareczkowania [cm<sup>3</sup>];  $c$  – masa próbki produktu w 1 cm<sup>3</sup> badanego roztworu [g].

### Ekstrakcja cukru z suszonych owoców

1. Odważyć 4 razy po 25 g suszonych owoców, przenieść je do zlewek o pojemności 200 cm<sup>3</sup> i zalać dwie z nich 100 cm<sup>3</sup> wody o temperaturze 20°C, a dwie pozostałe taką samą ilością wody, lecz o temperaturze 50°C.

2. Do jednej zlewki z ciepłą wodą i do jednej z zimną podłączyć mieszadła laboratoryjne, notując czas włączenia.

3. Ługowanie wszystkich prób (mieszanych i nie mieszanych) prowadzić przez 15 min, utrzymując założoną temperaturę w czasie ługowania.

4. Po zakończeniu ługowania pobrać z każdej próby po 2 krople ekstraktu na przyrząd refraktometru i odczytać zawartość cukru. Temperatura pomiaru powinna wynosić 20°C.

5. Porównać otrzymane wyniki i wyciągnąć wnioski dotyczące wpływu mieszania i temperatury na proces ekstrakcji.