Аппаратура для экстракции: лабораторные и промышленные установки. Экстракторы Soxhlet, колонные экстракторы.

Лектор:
PhD, ассоц. профессор
Оңалбек Дамира Дүйсембекқызы

Введение

Экстракция является одним из важнейших процессов химико-технологической и фармацевтической промышленности, обеспечивающим выделение, концентрирование и очистку биологически активных веществ, природных компонентов и синтетических соединений из сложных смесей и матриц. Сущность экстракции заключается в избирательном переходе одного или нескольких компонентов из одной фазы (обычно твёрдой или жидкой) в другую (жидкую), с использованием подходящего растворителя.

В современной практике экстракция широко применяется при получении эфирных масел, алкалоидов, гликозидов, липидов, витаминов, пигментов, а также при анализе загрязнений в почвах и воде, в пищевой и косметической промышленности. Эффективность процесса во многом определяется правильно подобранной аппаратурой, обеспечивающей оптимальные условия контакта фаз и тепломассопереноса.

Существует широкий спектр аппаратов для экстракции — от простейших лабораторных устройств до сложных промышленных систем непрерывного действия. На лабораторном уровне наиболее известным и традиционным прибором является **экстрактор Сокслета (Soxhlet)**, разработанный ещё в XIX веке, но до сих пор не потерявший актуальности благодаря высокой эффективности и универсальности. Он позволяет проводить многократную циркуляцию растворителя через образец, обеспечивая полное извлечение целевых компонентов при минимальном вмешательстве оператора.

В промышленности же экстракционные процессы осуществляются в аппаратах непрерывного действия — **колонных экстракторах**, обеспечивающих постоянный поток сырья и растворителя. Такие установки отличаются высокой производительностью, автоматизацией и возможностью регулирования технологических параметров (температуры, давления, скорости потоков). Колонные экстракторы широко применяются в производстве растительных экстрактов, фармацевтических субстанций, ароматических и вкусовых добавок, а также в нефтехимической и биотехнологической отраслях.

Классификация экстракционной аппаратуры

Экстракционные установки различают по нескольким признакам:

1.1. По характеру действия:

•**Периодические (циклические)** — процесс экстракции выполняется с отдельными порциями сырья и растворителя (например, лабораторный экстрактор Сокслета, мацерационные установки).

•**Непрерывные** — подача сырья и отвод экстракта происходят постоянно (колонные экстракторы, батарейные, каскадные системы).

1.2. По направлению движения фаз:

•**Прямоточные** — сырьё и растворитель движутся в одном направлении.
➤ Применяются при малом времени контакта и высокой скорости экстракции.

•**Противоточные** — растворитель движется навстречу потоку сырья.
➤ Обеспечивают максимальное извлечение веществ, наиболее эффективны в промышленности.

•**Перекрёстные** — направление фаз меняется ступенчато в нескольких секциях.

1.3. По способу перемешивания фаз:

•С **естественным движением** растворителя (Сокслет, мацерация);

•С **механическим перемешиванием** (мешалки, роторные аппараты);

•С **гидродинамическим перемешиванием** (циркуляционные, струйные экстракторы);

•С **интенсификацией** за счёт **ультразвука, микроволн, давления, нагрева** и др.

Классификация экстракционного оборудования

Экстракционное оборудование делят по назначению и масштабу:

1. Лабораторные установки

•применяются для исследовательских и аналитических целей, получения пробных экстрактов;

•обеспечивают точный контроль параметров (температура, время, кратность экстракции);

•позволяют подбирать оптимальные условия для масштабирования процесса.

2. Промышленные установки

•используются для переработки больших объёмов растительного сырья;

•оборудованы системами автоматизации, подогрева, циркуляции экстрагента;

•обеспечивают непрерывную или периодическую работу.



Для чего нужен экстрактор Сокслета?

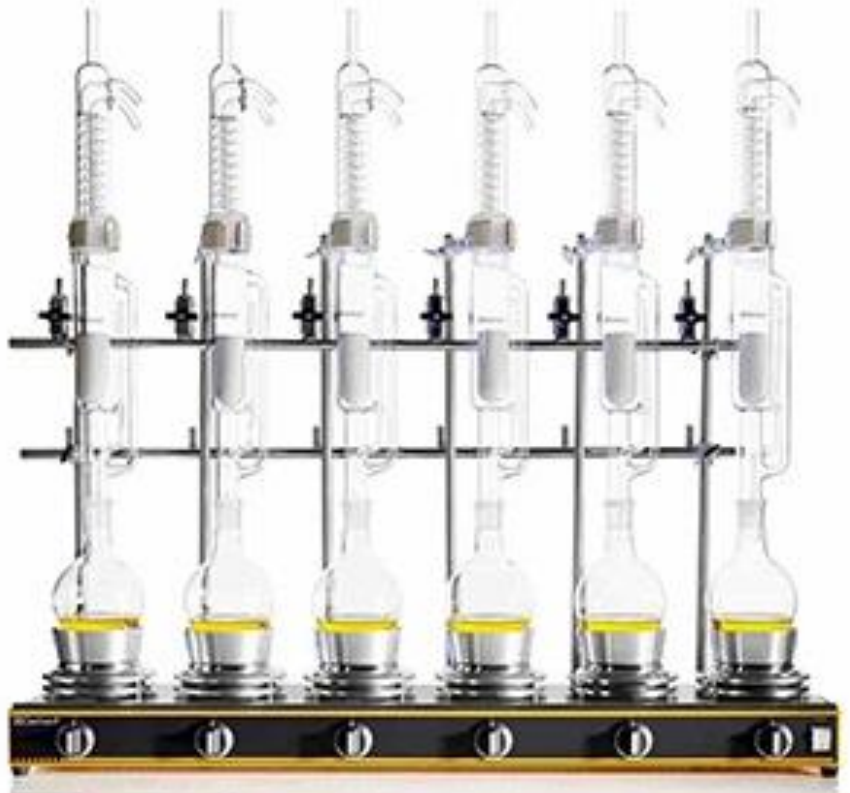
Он представляет собой специализированный аппарат, который предназначается для осуществления целенаправленной экстракции, то есть извлечения из разнообразных твёрдых образцов необходимых конечных веществ. Такое устройство было разработано в конце девятнадцатого столетия и значительно упростило и расширило лабораторную деятельность.



Экстракция Сокслета осуществляется с обязательным применением экстрагента. Его функцию выполняет растворитель, например, эфир, вода, спирт. Такое разнообразие вариантов делает операцию востребованной и универсальной. Она используется в исследовательских и химических лабораториях, на производствах – на винокурнях, ликёроводочных заводах, частных предприятиях, занимающихся выпуском ароматизированных спиртных напитков.



https://app.jove.com/ru/embed/player?id=10096&access=7c26604b03&language=ru&t=1&s=1&fpv=1



Определение экстрактора Сокслета

Экстрактор Сокслета, также известный как экстрактор жира, состоит из трех частей: экстракционной бутыли, экстракционной трубки и конденсатора, с сифонной трубкой и соединительной трубкой с обеих сторон экстракционной трубки соответственно, и соединение каждой части является герметичным без утечки воздуха. Во время работы температуру нагрева можно регулировать в соответствии с различными точками кипения реагентов и температурой окружающей среды, а образец многократно замачивается и извлекается в процессе экстракции для достижения цели быстрой экстракции лабораторного экстракционного аппарата.

Аппарат Сокслета: принцип работы устройства





Сокслета экстрактор принцип работы имеет заключающийся в осуществлении циклической, проходящей в непрерывном режиме экстракции. Это гораздо быстрее и эффективнее настаивания. Экстракционный процесс включает следующие этапы:

Нагрев растворителя. Спирт или, к примеру, самогон, вливается в нижний участок устройства. Далее выполняется его нагревание до достижения точки кипения.

Паровая экстракция. Образующийся пар направляется вверх до насадки аппарата. Тут он после конденсации каплями стекает в первичную экстракционную чашу.

Повторение предыдущих этапов. Процесс проходит циклично, в том же порядке, с многократным прохождением растворителя через исходное экстракционное сырьё, что позволяет добиваться наилучшего эффекта извлечения.

То, как работает экстрактор Сокслета для самогонного аппарата или лабораторной установки, обеспечивает постоянные контакты экстрагируемого и растворяющего веществ, что позволяет добиваться эффективной и быстрой экстракции.



Компоненты экстрактора Сокслета Экстрактор

Сокслета состоит из нескольких ключевых компонентов: Аппарат для экстрактора Сокслета: Доступный в различных размерах и материалах, экстракторный аппарат удерживает образец и обеспечивает непрерывную экстракцию. Сифонный механизм: Характерной особенностью сифона является то, что он способствует непрерывной циркуляции растворителя, что имеет решающее значение для процесса экстракции. Держатель образца: Как правило, целлюлозный наперсток сохраняет твердый образец для экстракции. В некоторых случаях используется многоразовый прозрачный стеклянный держатель для образцов. Конденсатор: Конденсатор Allihn в сочетании с рециркулятором охлажденной воды помогает конденсировать растворитель и направляет его обратно в образец. Нагревательная мантия: Нагревательная мантия нагревает этанол в круглой донной колбе.

Преимущества использования экстрактора Сокслета



Хорошая селективность экстрактора Сокслета

Селективность экстракции по Сокслету зависит в основном от сходства свойств целевого вещества и растворителя. В качестве экстрагентов можно использовать CS2, бензол, метанол и т. д. Общепринятой практикой является экстракция экстрагентов в несколько стадий в порядке различной полярности. Таким образом, повышается экстракционная чистота продукта. Различные классы веществ извлекаются отдельно.

Низкое энергопотребление экстрактора Сокслета

Поскольку экстрагент нагревается непосредственно при извлечении кабеля, а экстрагент, как правило, выбирается с низкой температурой кипения, в основном обеспечивается быстрая проводимость и полное использование энергии. Кроме того, экстрагент рециркулируется в экстракторе Сокслета, что не только снижает количество растворителя, но также сокращает время работы и значительно снижает потребление энергии. И степень полноты извлечения высокая. Растворитель можно экстрагировать несколько раз, и коэффициент использования относительно высок.

Простое оборудование и простота в эксплуатации

Различные методы разделения имеют разные методы работы, и соответствующее экспериментальное оборудование также отличается. Однако оборудование экстракции по Сокслету простое и удобное в эксплуатации. А его низкая стоимость и небольшие размеры делают его пригодным для лабораторных применений.

Элементы системы

- Рассматривая, для чего используется экстрактор Сокслета , как работает такой аппарат, стоит изучить его конструкцию. В ней предусматриваются такие компоненты:
- Чаша для осуществления экстракции. Подойдёт лабораторная посуда типа колбы, имеющей резьбовое либо кламповое крепление. Она может быть выполнена из боросиликатного термостойкого стекла или же из металла с диоптрами. В этот сосуд помещается экстракционный материал, в котором есть целевые извлекаемые вещества. Это могут быть сухофрукты, высушенные ягоды, пряности, травы, орехи, специи.
- Насадка Сокслета. Она размещается над чашей и играет роль конденсатора паров, образующихся из растворителя. Последний благодаря использованию насадки может применяться множество раз, многократно вступать в контакты с экстрагируемым веществом.
- Конденсатор. Его задача – быстро охлаждать пары, то есть конденсировать их и уже в виде жидкости направлять обратно в экстракционную чашу.
- Нагревательный элемент. Лучше всего в качестве источника тепла использовать плитку. На её рабочей зоне весь аппарат должен уместиться полностью. Желательна функция регулировки температурных значений и стабильного поддержания их на определённом уровне.

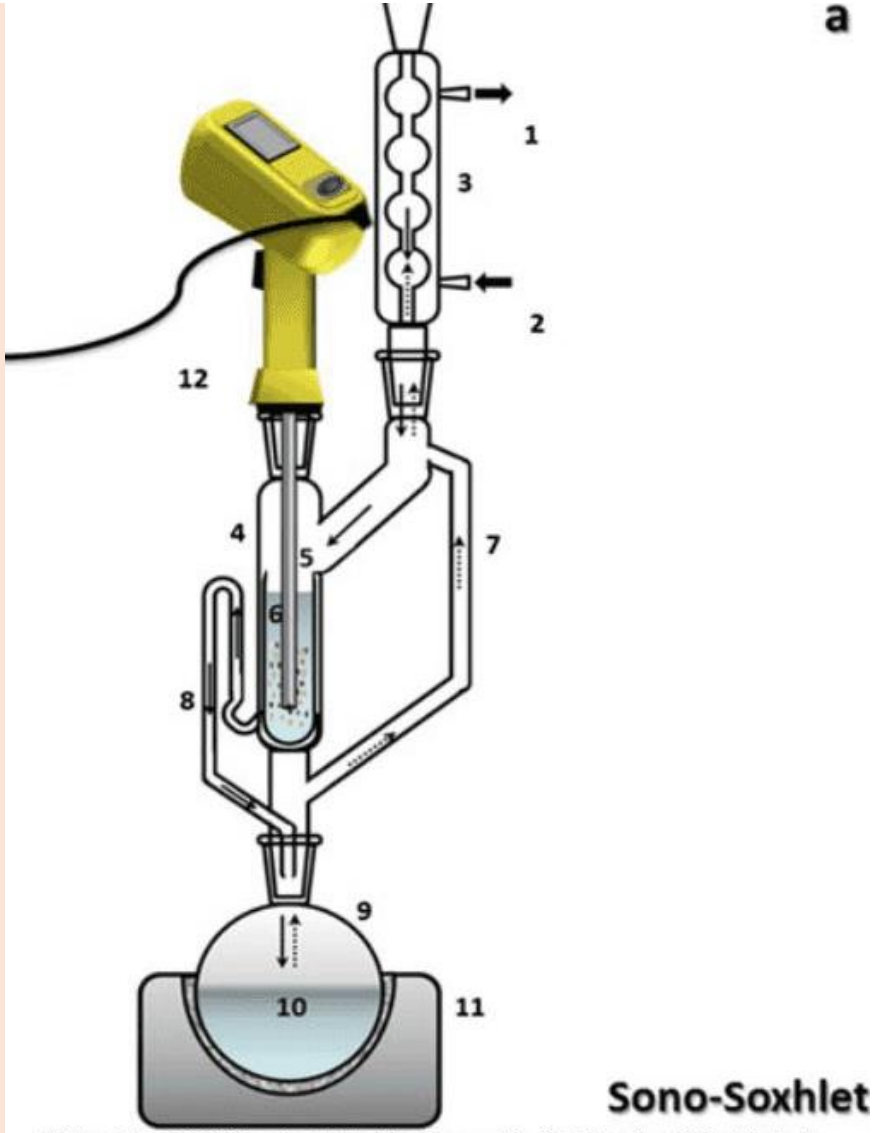
Проблемы с обычной экстракцией по методу Сокслета:

Традиционная экстракция по методу Сокслета имеет существенные недостатки из-за длительной продолжительности экстракции и большого количества используемого растворителя. Кроме того, в обычном экстракторе Сокслета отсутствует перемешивание. Для ускорения процесса извлечения требуется перемешивание. Поскольку в обычных экстракторах Сокслета используется большое количество растворителя, последующее испарение и концентрирование требуют много энергии. На качество экстракта часто негативно влияет длительное время удержания экстрагированных соединений в нагретой колбе экстракционной установки Сокслета. Термолабильные целевые соединения разлагаются по мере того, как материал подвергается воздействию тепла температуры кипения растворителя в течение длительного времени экстракции.



Экстракция по методу Сокслета с помощью ультразвука

Экстракция по методу Сокслета является часто используемым методом твердо-жидкостной экстракции, используемым в синтетических или аналитических лабораториях, и требуется, когда желаемое соединение проявляет лишь ограниченную растворимость в растворителе, а примесь нерастворима в этом растворителе. Вкратце, принцип работы экстракции по методу Сокслета можно описать как рефлегмию на основе растворителя. Ультразвук успешно интегрирован в экстракцию по методу Сокслета для увеличения выхода и сокращения продолжительности работы. Когда экстракция по методу Сокслета завершена, растворитель удаляется (например, с помощью ротационного испарителя).



Модификации экстрактора Сокслета

1.Соно-Сокслет — оснащён ультразвуковым излучателем, ускоряющим экстракцию за счёт кавитации.
➤ Преимущества: более быстрое извлечение, меньше растворителя, щадящие условия для термочувствительных веществ.

2.Сокслет с микроволновым нагревом — позволяет повысить температуру и эффективность за счёт микроволновой энергии.

3.Автоматизированные системы Soxtherm — применяются в аналитических лабораториях для быстрого определения жиров.

Основные преимущества метода Соно-Сокслета:

1. Повышенная эффективность извлечения

•Ультразвуковая кавитация разрушает растительные клетки, обеспечивая лучшее высвобождение биологически активных веществ (БАВ).

•Коэффициент извлечения увеличивается на **20–50 %** по сравнению с классическим методом.

2. Сокращение времени процесса

•Продолжительность экстракции уменьшается в **2–5 раз**, так как диффузия и массообмен ускоряются.

•Вместо 6–8 часов (в классическом Сокслете) экстракция может занять **1–2 часа**.

3. Экономия растворителя

•Благодаря интенсивному массообмену, для достижения того же выхода требуется меньше экстрагента (иногда до **30–40 %** экономии).

4. Сохранность термолабильных веществ

•Более короткое время и меньшая рабочая температура предотвращают разложение чувствительных соединений (например, флавоноидов, витаминов, эфирных масел).

5. Улучшенная воспроизводимость

•Ультразвуковое воздействие делает процесс более равномерным и контролируемым, снижая вариабельность результатов.

6. Возможность автоматизации и интеграции

•Современные установки Соно-Сокслета совмещают нагрев, ультразвук и возврат растворителя, что позволяет применять их в **непрерывных или полунепрерывных системах**.

7. Экологичность процесса

•Меньше энергозатрат и использование безопасных растворителей (например, этанола или воды) соответствует принципам **зелёной химии**.

Сравнение классического и Соно-Сокслета:

Показатель	Классический Soxhlet	Sono-Soxhlet
Время экстракции	6–8 ч	1–2 ч
Расход растворителя	100 %	60–70 %
Температура процесса	60–90 °C	40–70 °C
Выход БАВ	Нормальный	+20–50 %
Разрушение термолабильных веществ	Возможно	Минимальное

Промышленное экстракционное оборудование

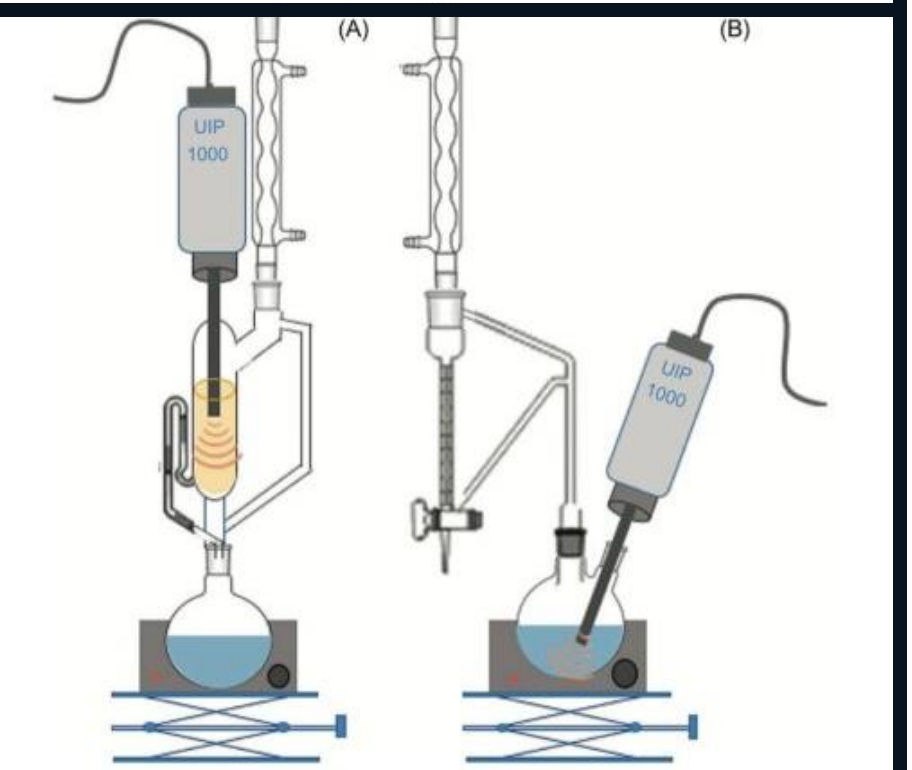


Fig. 12.5 Extraction techniques combined with ultrasound. (A) Sono-Soxhlet. (B) Sono-Clevenger.

Колонные экстракторы

Принцип работы:
Растворитель (экстрагент) непрерывно проходит через слой измельчённого растительного сырья в вертикальной колонне.

Основные узлы:

•цилиндрическая колонна с загрузкой растительного сырья;

•распределители экстрагента (форсунки или перфорированные тарелки);

•сборник экстракта (внизу аппарата);

•теплообменные системы для подогрева или охлаждения.

Типы колонных экстракторов:

1.Проточные (периодические) — экстрагент подают сверху вниз или снизу вверх;

2.Непрерывные колонные экстракторы — сырьё и экстрагент подаются и выводятся постоянно;

3.Многоступенчатые экстракторы — обеспечивают встречные потоки сырья и экстрагента (повышенная эффективность).

Промышленные установки периодического действия

Преимущества:
•высокая производительность;
•равномерное смачивание сырья;
•возможность автоматизации и регулирования параметров.
Недостатки:
•сложность конструкции и обслуживания;
•требует точного контроля скорости потока.
Примеры:
•экстракторы с мешалками (типа "танк");
•вакуумные экстракторы для термолабильных веществ;
•циркуляционные экстракторы с обратной подачей экстрагента.

Подбор растворителей

Растворитель	Извлекаемые соединения	Примеры применения
Гексан	Липиды, масла	Экстракция растительных масел
Дихлорметан	Алкалоиды, кофеин	Извлечение кофеина из чая
Этанол	Полифенолы, алкалоиды	Извлечение фенолов из фруктов
Хлороформ	Липиды, алкалоиды	Биотопливо, растительные экстракты
Ацетон	Флавоноиды	Экстракция из ягод
Этил ацетат	Эфирные масла, терпены	Цитрусовые корки
Метанол	Антоцианы	Виноградные косточки
Вода	Сахара, алкалоиды	Водорастворимые вещества
Петролейный эфир	Масла, жиры	Семена и орехи



Применение экстракции по методу Сокслета

Экстракция по методу Сокслета имеет различные области применения, в том числе:

- **Выделение натуральных продуктов:** Полезный в фитохимии, он извлекает биологически активные соединения из растений, семян и трав для использования в фармацевтической или ароматической промышленности.
- **Анализ окружающей среды:** Эффективно извлекает загрязняющие вещества из проб окружающей среды, такие как пестициды и стойкие органические загрязнители.
- **Анализ продуктов питания и напитков:** Определяет содержание жира в образцах пищевых продуктов, помогая в маркировке пищевой ценности и оценке качества.
- **Анализ полимеров:** Помогает в определении характеристик полимеров путем экстрагирования добавок и соединений.

Применение

Современные тенденции

- **Энергосберегающие технологии:** ультразвуковая, микроволновая, сверхкритическая CO_2-экстракция;
- **Зелёная химия:** использование нетоксичных и биоразлагаемых растворителей (этанол, глицерин, вода);
- **Интегрированные линии:** объединение экстракции, фильтрации, выпаривания и стандартизации экстрактов в одном комплексе.

Контроль и стандартизация

- Определение выхода экстрактивных веществ;
- Анализ на содержание БАВ (фенолы, флавоноиды, алкалоиды и др.);
- Проверка остаточного растворителя и влажности.

Спасибо за внимание!