



TUBAF

Die Ressourcenuniversität.
Seit 1765.

EINE MODERNE METHODE ZUR EXTRAKTIVEN FRAKTIONIERUNG VON KOMPLEXEN STOFFGEMISCHEN AM BEISPIEL VON LIPIDEN

Dr.-Ing. Volker Herdegen

Freiberg, 21.11.2023



ITUN

Institut für Thermische Verfahrenstechnik,
Umwelt- und Naturstoffverfahrenstechnik
Prof. Dr.-Ing. habil. Andreas Brüner

Thermische Verfahrenstechnik



The diagram illustrates three thermal processes:

- Trocknung** (Drying): A petri dish containing a clear liquid is shown on the left, with a red arrow pointing to a white, solidified substance in a petri dish on the right.
- Extraktion** (Extraction): A hop cone is shown on the left, with a red arrow pointing to a glass mug of beer on the right.
- Partikelbildung** (Particle formation) and **Spraybildung** (Spray formation): A blue spray is shown on the left, with a red arrow pointing to a green spray on the right.

Umweltverfahrenstechnik



The diagram illustrates an environmental process flow:

- At the top, a photograph shows a stream of water with a thick layer of orange-brown sludge floating on the surface.
- A blue arrow points down to a photograph of industrial machinery, including a large cylindrical tank and a conveyor system.
- At the bottom, two beakers are shown: the left one contains a white liquid, and the right one contains a yellow liquid.

Naturstoffverfahrenstechnik



The diagram illustrates natural product processing:

- At the top left, a photograph shows a close-up of a metal mesh or filter.
- At the top right, a schematic diagram shows a vertical industrial column with various internal components.
- In the middle, a photograph shows several glass beakers containing different types of plant material, including cigars and a dark powder.
- At the bottom, a photograph shows a stack of dried, fibrous plant material (possibly tobacco) next to a small pile of dark powder and a small white container.

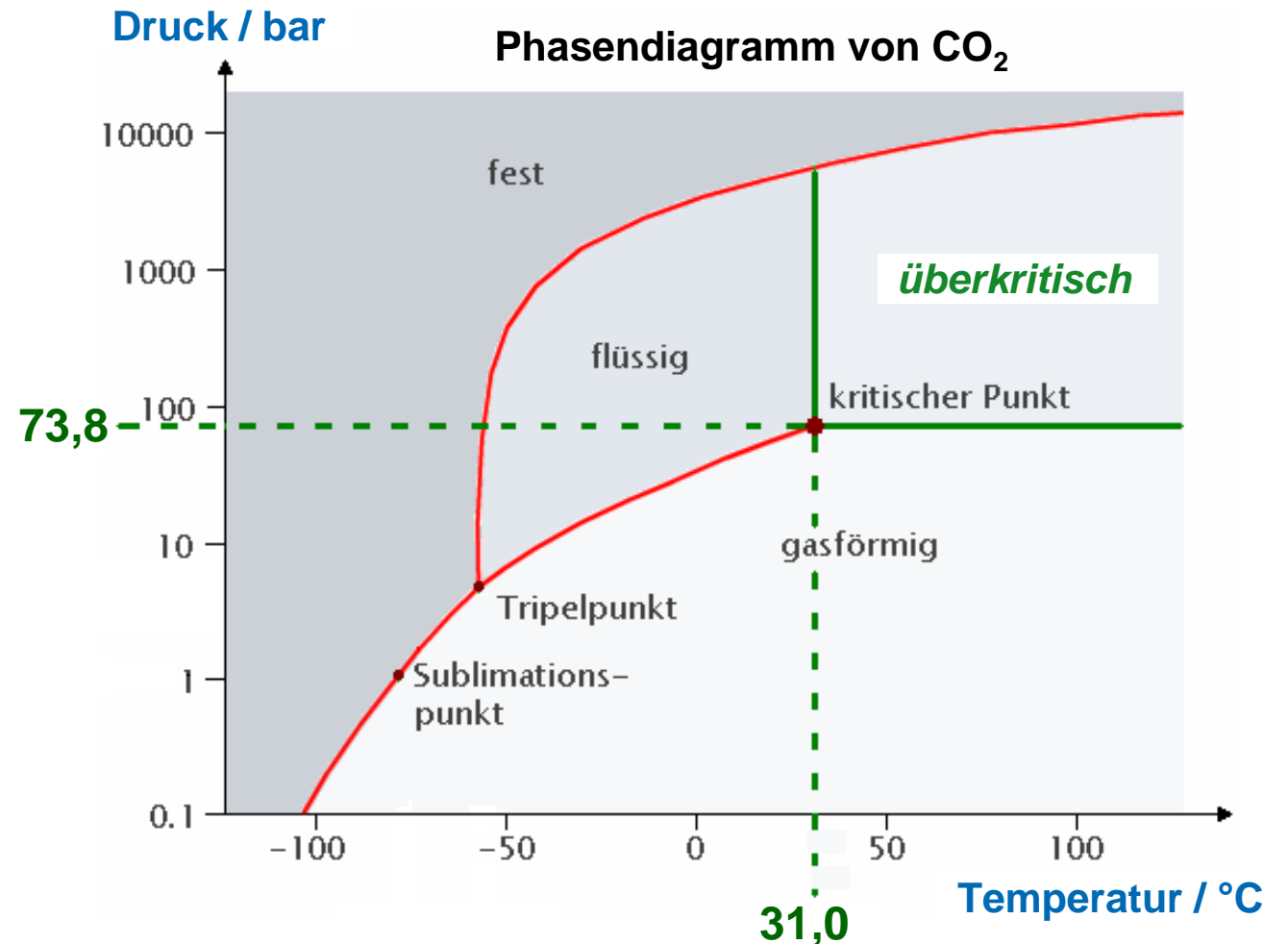
Beispiele Extraktionsverfahren

- Wasserdampfdestillation
- Lösungsmittlextraktion
 - Mazerationsverfahren
 - Perkulationsverfahren (z.B. Soxhlet-Extraktion)
 - Immersionsverfahren (z.B. Rührkessel-Extraktion)
 - Ultraschallextraktion
- Hochdruckextraktion
 - Pressurized Liquid Extraction (PLE)
 - Supercritical Fluid Extraction (SFE)

➔ Was sind überkritische Fluide (SCF) und warum sind diese vorteilhaft?

Nahe- und überkritische Fluide (SCF)

- überkritischer Bereich durch den kritischen Punkt (p_c , T_c) definiert
- stoffspezifische kritische Daten:
 - CO₂: 73,8 bar, 31,0 °C
 - H₂O: 221,2 bar, 374,2 °C
- Vorteile, insbesondere für CO₂:
 - vorteilhafte Fluideigenschaften (ρ , ν , D)
 - Anpassung der Lösungsmittelcharakteristik (p , T , Modifier)
 - gute Löslichkeit für unpolare Substanzen
 - nicht toxisch, brennbar, explosiv
 - leicht verfügbar bzw. günstig
 - kein Lösungsmittelrückstand im Produkt/ Extrakt
 - GRAS-Status (physiologisch unbedenklich)



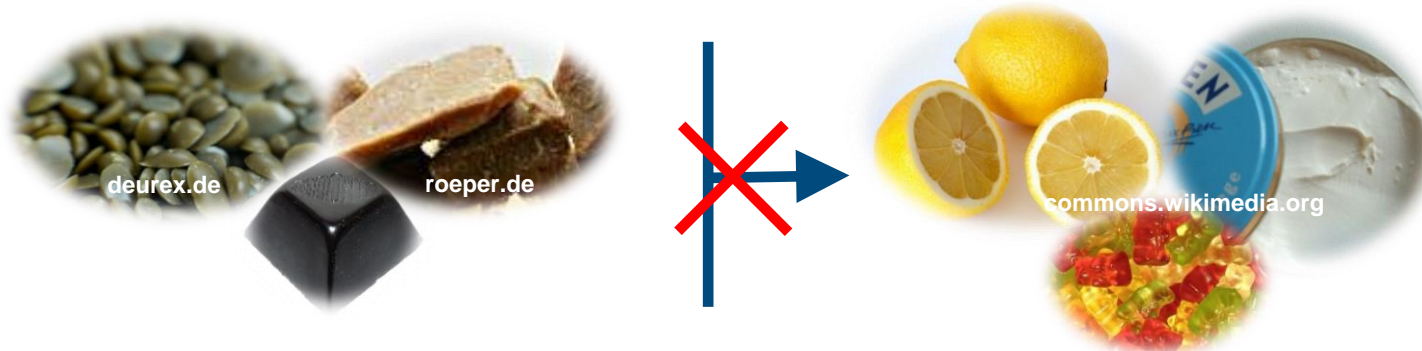
(Industrielle) Anwendungsbeispiele für SCF

Lebensmittel	<ul style="list-style-type: none">○ Entkoffeinierung von Tee und Kaffee○ Entnikotinisierung von Tabak○ Gewinnung von Hopfenaromaöl○ Extraktion von Öl aus Reis○ Entfernung von Pestiziden○ Entfettung von Kakaobohnen○ Gewinnung von Aroma/Duftstoffen aus z.B. Gewürzen (z.B. Pfeffer) & Kräutern (z.B. Rosmarin)
Life-Science	<ul style="list-style-type: none">○ Extraktion von pharmakologisch wirksamen, bioaktiven, antioxidativen oder antikanzerogenen Wirkstoffen und Fettsäuren (z.B. Kamille, Reisöl, Fischöl, Vitamine)○ Reinigung von pharmazeutischen Produkten
Sonstige	<ul style="list-style-type: none">○ Färbung/ Imprägnierung von Textilien & Hölzern○ Reinigung von Kleidung, Platinen und ölbeladenen Oberflächen○ Extraktion von Substanzen aus Flüssigkeiten○ Extraktion von Schadstoffen aus Böden○ Entfernung von Teer aus Erdöl

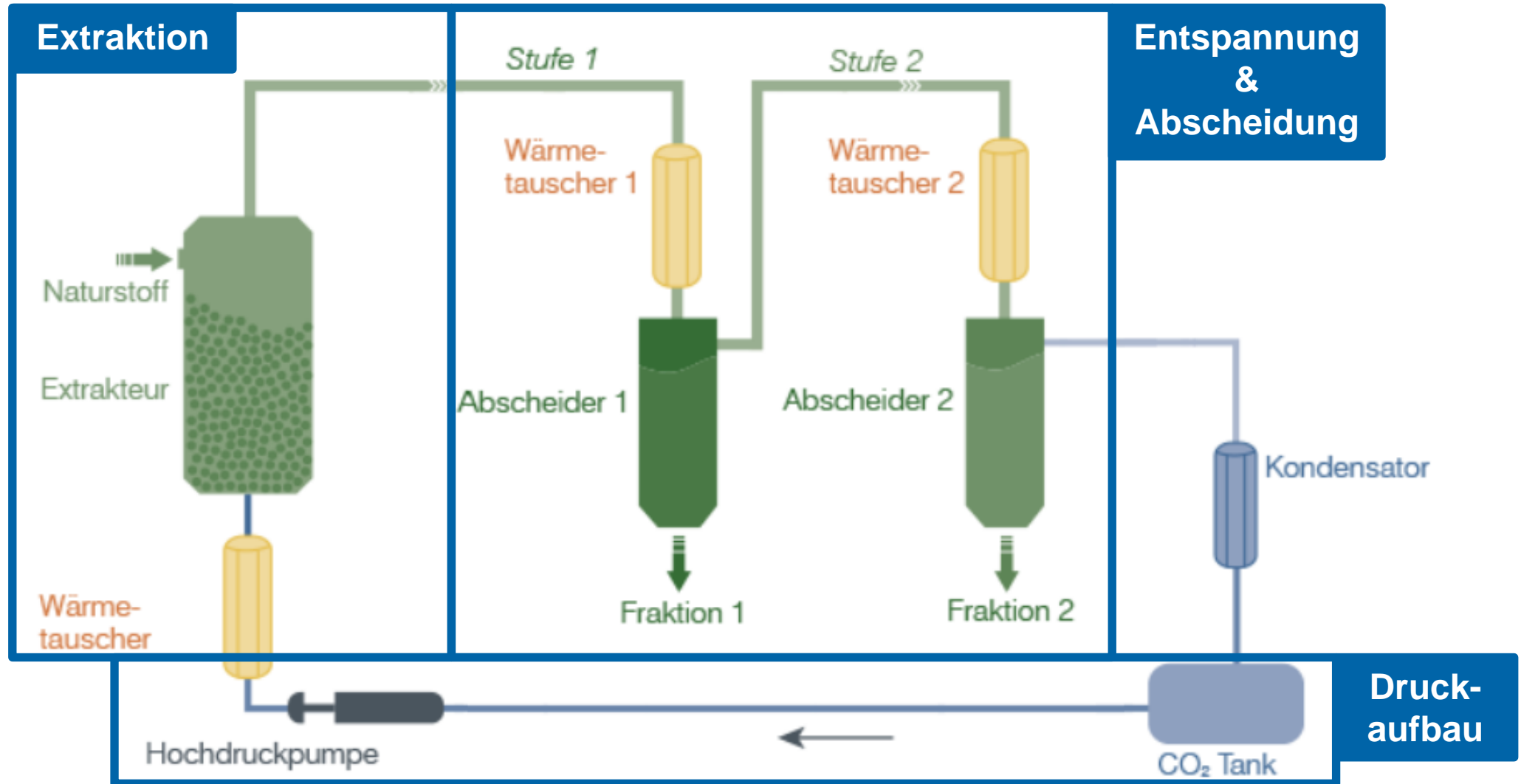


Erfahrung SFE am ITUN

- Extraktion von Trockeneigelb – Lecithin
- Extraktion von Queckenwurzel – β -Sitosterol, Ferulasäure, o-Cumarsäure
- Extraktion von Grünem und Schwarzem Tee – Catechine, Gallussäure
- Extraktion von kontaminierten Böden – PAK
- Extraktion von Kaktussamen – Sterole, Fettsäuren
- Extraktion von Kastanien – Öl, β -Aescin
- Extraktion von Hopfen – Aromastoffe
- Extraktion/ Aufreinigung von (Natur-)wachs/ -fett



Ablauf Hochdruckextraktion



Beispielhafte Hochdruck-Apparaturen

Hochdruck-Sichtzelle



- max. Druck 700 bar
- max. Temperatur 200 °C
- Zellenvolumen 36 – 50 ml

Polyvalente Hochdruckextraktionsanlage

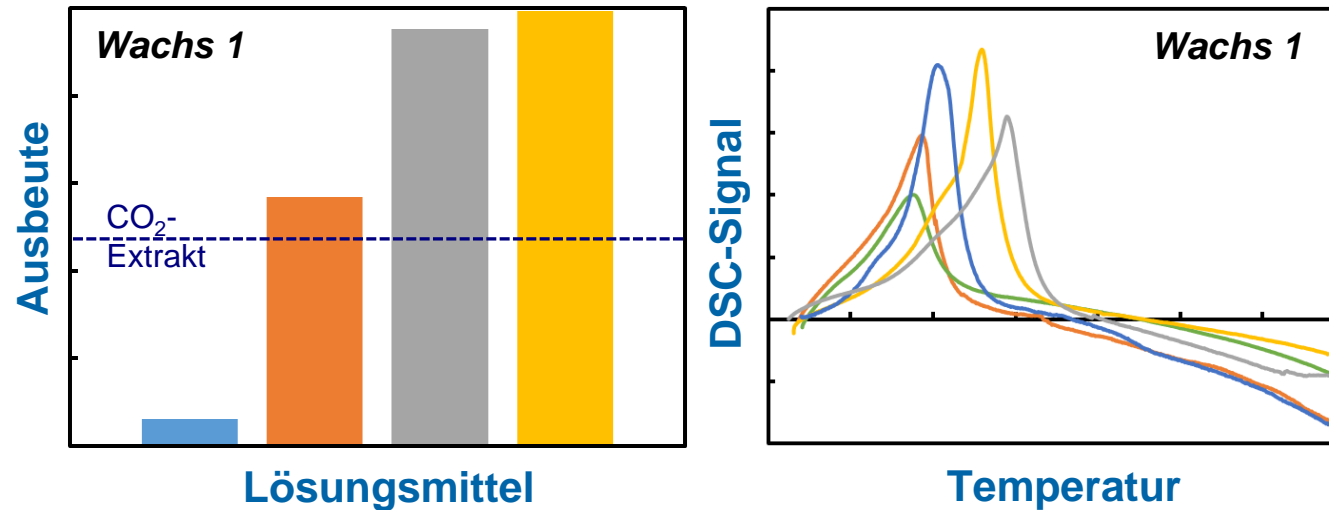


- max. Druck 700 bzw. 500 bar
- max. Temperatur 200 °C
- Autoklaven 2 bzw. 6 l
- max. CO₂-Strom 30 l/h

Beispielhafte Versuchsergebnisse I

Wachs-/ Fettcharakterisierung

- Bestimmung von Kennzahlen:
u.a. Iod-, Säure-, Ester-, Verseifungszahl
- Wasser-, Aschegehalt/ -zusammensetzung, Flüchtige Bestandteile
- Bestimmung des Heizwertes
- Ermittlung des Elementargehalt C, H, N, O, S
- Schmelzpunkt- und Schmelzwärmebestimmung (DSC)
- Bestimmung von Kettenlängenverteilungen (z.B. GC)



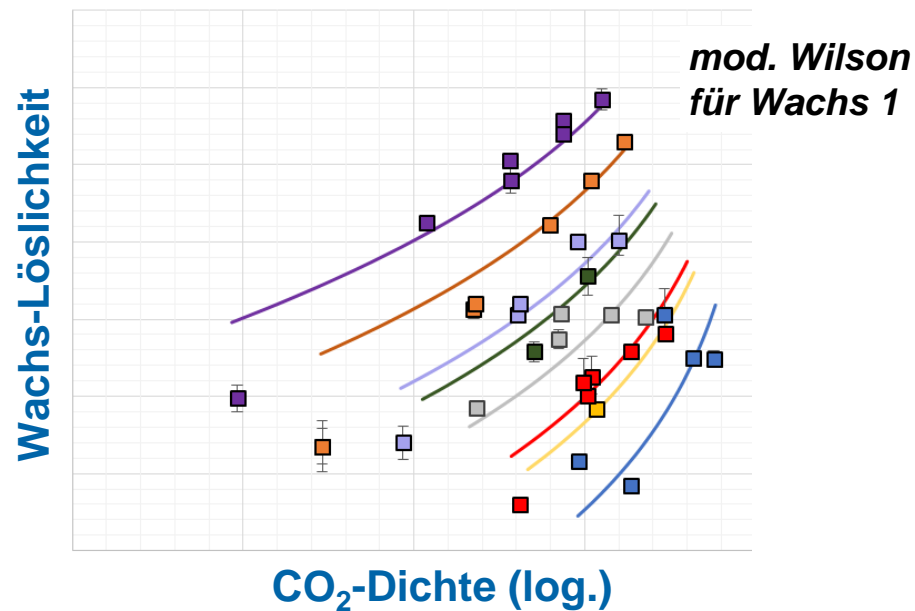
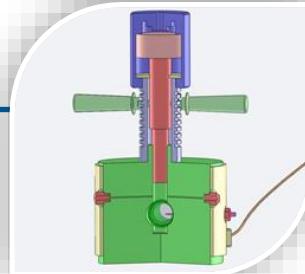
Optisches Fraktionierungsergebnis



Beispielhafte Versuchsergebnisse II

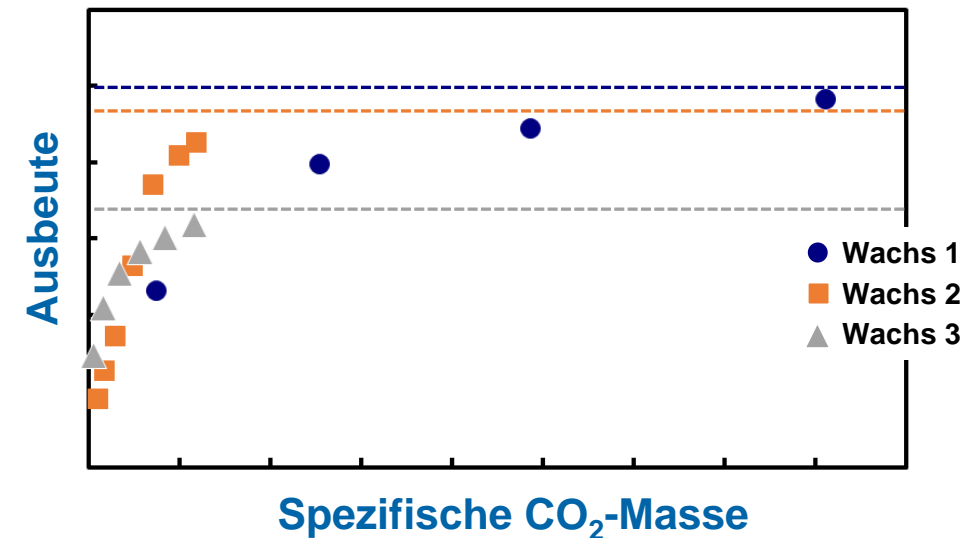
Löslichkeiten des Wachses in CO₂

- Einfluss von Druck und Temperatur
- Einfluss der Modifizierzugabe/ -anteil
- Modellierung der Löslichkeiten (empirisches, mod. Wilson, PR-EoS)



Extraktionsversuche Hochdruck-extraktionsanlage

- Bestimmung und Modellierung von Ausbeuteverläufen
- Variation u.a. von Einsatzstoff, Partikelgröße, Wassergehalt, CO₂-Massenstrom, Modifizier



Zusammenfassung

- Vorteilhafte Anwendung von überkritischen Fluiden, insbesondere CO₂
- Verschiedene Einflussmöglichkeiten zur Fraktionierung
 - Einstellung der Extraktionsbedingungen mittels Druck und Temperatur
 - Zugabe von Modifiern (Art und Anteil)
 - Mehrstufige Entspannung durch gestufte Druckabsenkung
- Möglichkeit zur Herstellung hochwertiger Produkte durch Extraktion/ Fraktionierung
 - Generierung einer hellen Farbe
 - Extrakt mit keiner Asche (z.B. Feststoffe)
 - Absenkung von störenden Bestandteilen (z.B. Harze, Proteine, Schwermetalle)
 - ...

➔ Fragen und Diskussion?!



TUBAF

Die Ressourcenuniversität.
Seit 1765.



TU Bergakademie Freiberg

Institut für Thermische Verfahrenstechnik,
Umwelt- und Naturstoffverfahrenstechnik

Leipziger Straße 28 | 09599 Freiberg | Deutschland



ITUN

Institut für Thermische Verfahrenstechnik,
Umwelt- und Naturstoffverfahrenstechnik
Prof. Dr.-Ing. habil. Andreas Bräuer