



**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: 1. **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. 2. **Extraktion** (Extraction): A hop cone is shown on the left, with a red arrow pointing to a glass mug of beer on the right. 3. **Partikelbildung** (Particle formation) and **Spraybildung** (Spray formation): A blue spray nozzle is shown on the left, with a red arrow pointing to a green spray being formed on the right.

## Umweltverfahrenstechnik



The diagram illustrates an environmental process flow: 1. A photograph of a stream with orange-brown water pollution. 2. A photograph of industrial machinery, including a large cylindrical tank and a control panel. 3. A photograph of a yellow and red industrial machine. 4. A photograph of two beakers containing white and yellow liquids, with a blue arrow pointing down from the machinery above.

## Naturstoffverfahrenstechnik



The diagram illustrates natural substance processing: 1. A photograph of a wooden frame with a mesh. 2. A photograph of several glass bowls containing different types of tobacco or plant material. 3. A schematic diagram of a vertical industrial column with various internal components. 4. A photograph of a stack of dried tobacco leaves. 5. A photograph of a small black cube, a pile of black powder, and a pile of white powder.

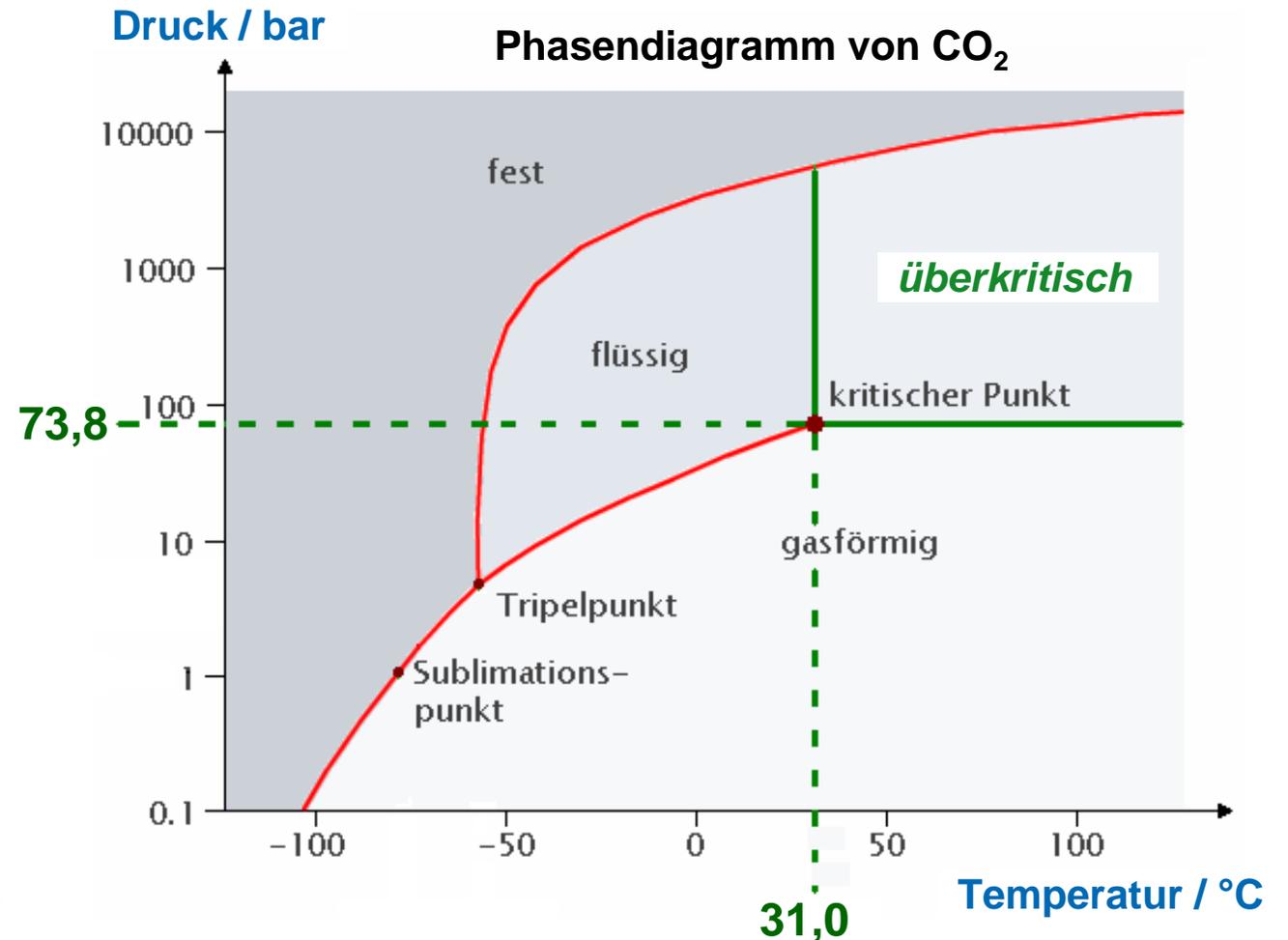
# Beispiele Extraktionsverfahren

- 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:
  - CO<sub>2</sub>: 73,8 bar, 31,0 °C
  - H<sub>2</sub>O: 221,2 bar, 374,2 °C
- Vorteile, insbesondere für CO<sub>2</sub>:
  - vorteilhafte Fluideigenschaften ( $\rho$ ,  $v$ ,  $D$ )
  - 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)



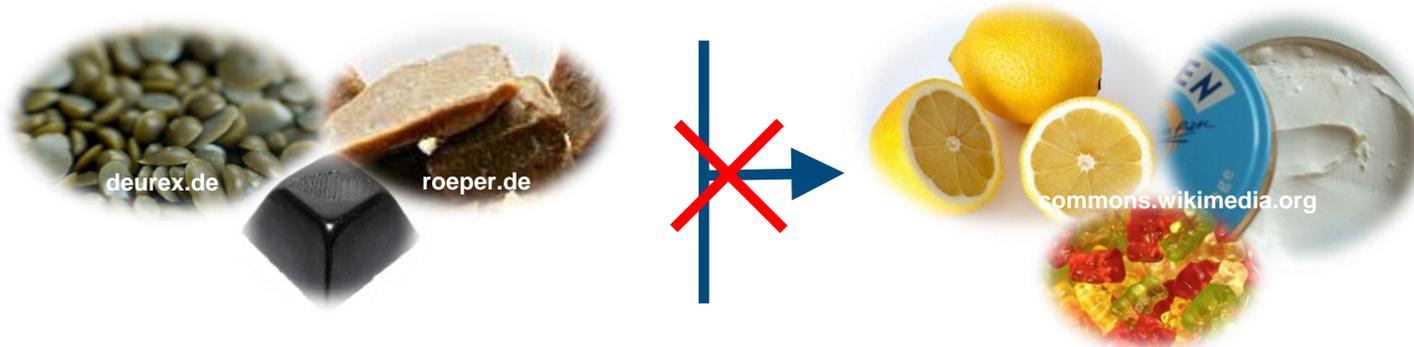
# (Industrielle) Anwendungsbeispiele für SCF

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

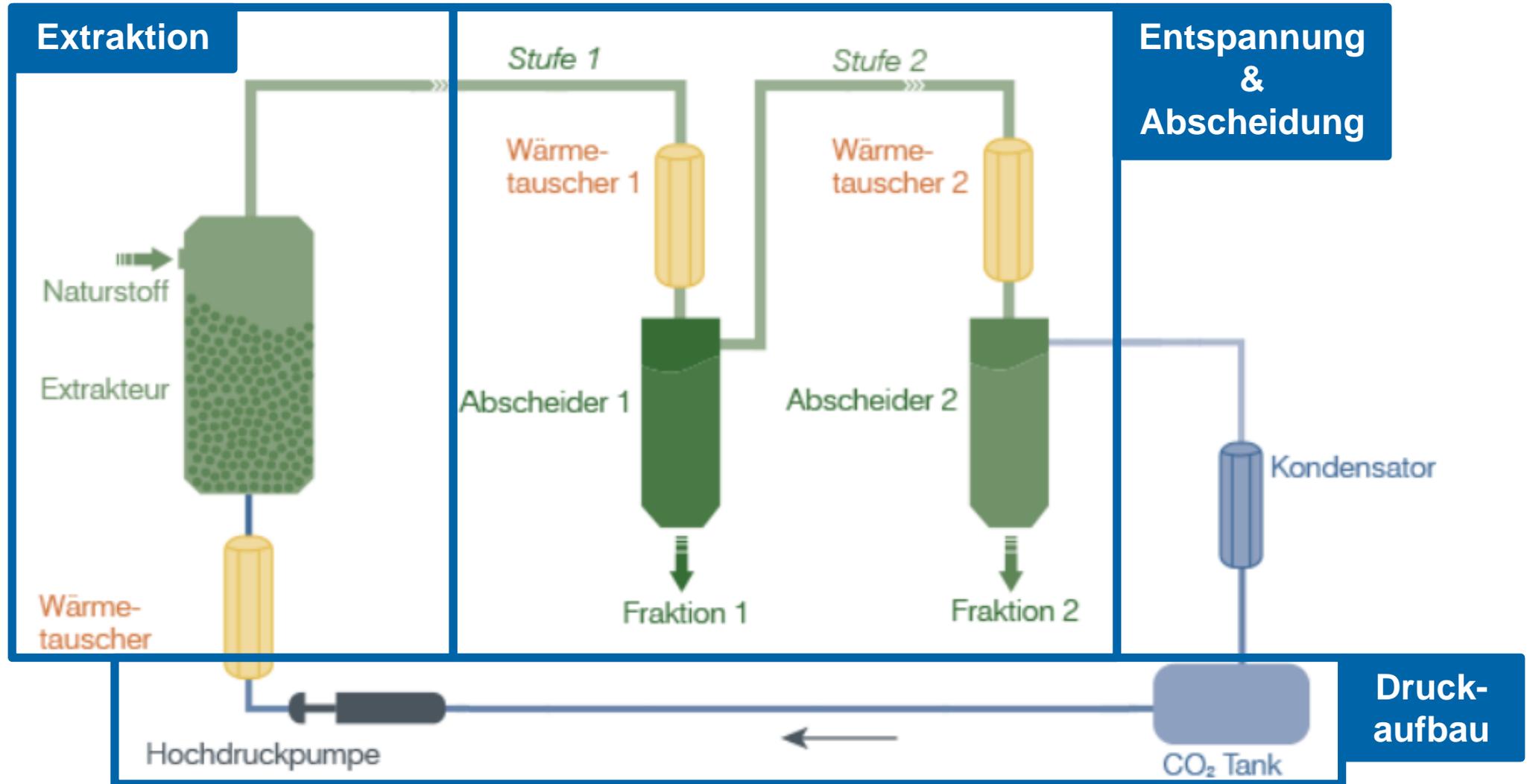


# Erfahrung SFE am ITUN

- Extraktion von Trockeneigelb – Lecithin
- Extraktion von Queckenwurzel –  $\beta$ -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,  $\beta$ -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

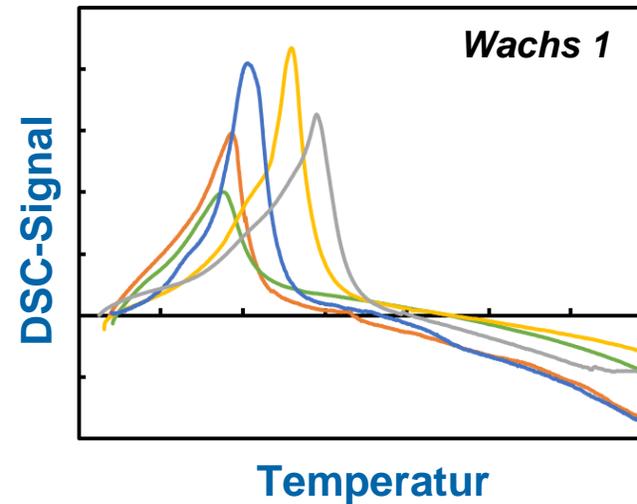
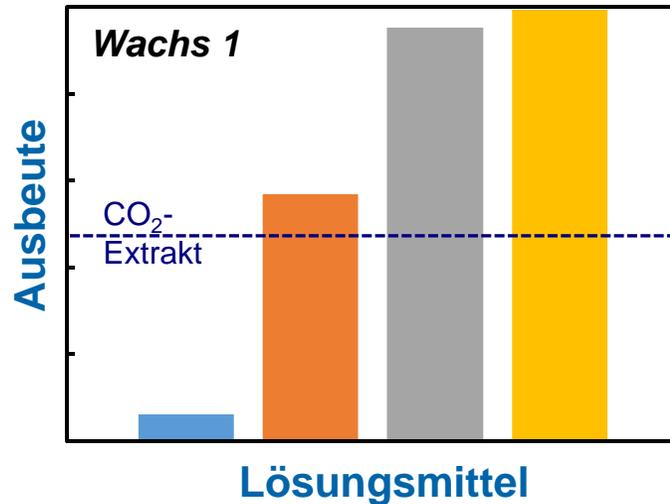


- max. Druck 700 bzw. 500 bar
- max. Temperatur 200 °C
- Autoklaven 2 bzw. 6 l
- max. CO<sub>2</sub>-Strom 30 l/h

# 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)



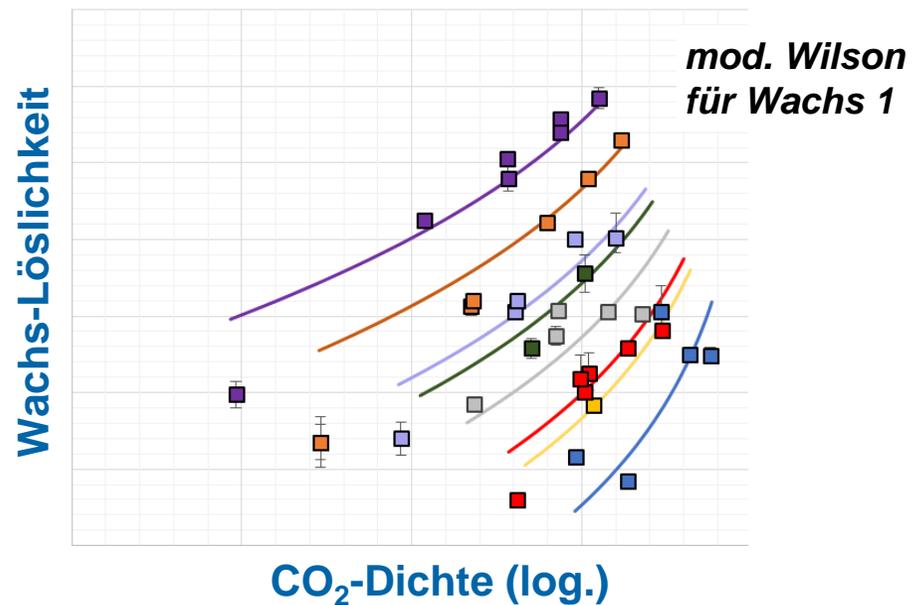
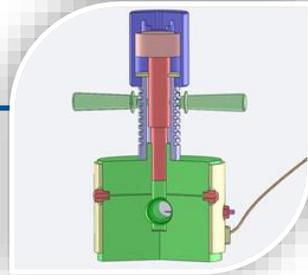
## Optisches Fraktionierungsergebnis



# Beispielhafte Versuchsergebnisse II

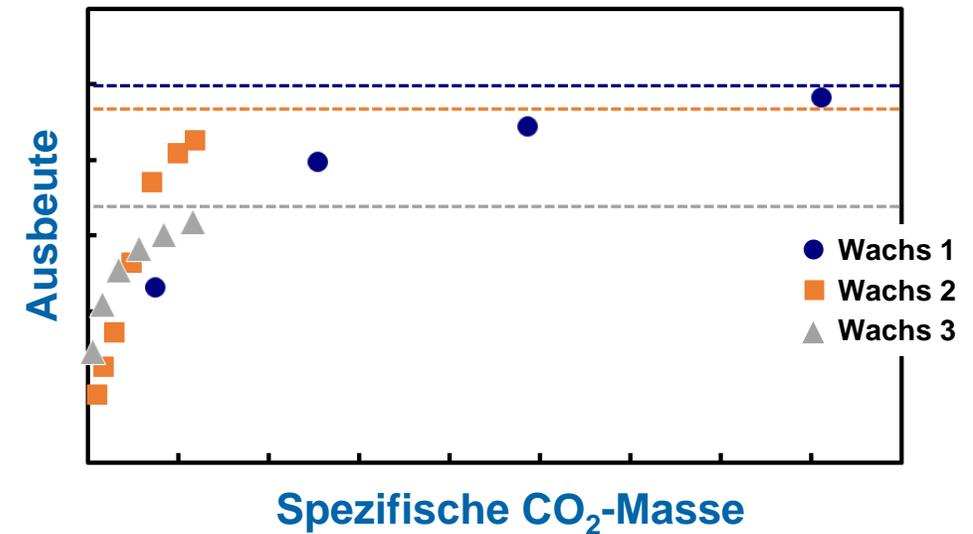
## Löslichkeiten des Wachses in CO<sub>2</sub>

- 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, CO<sub>2</sub>-Massenstrom, Modifizier



# Zusammenfassung

- Vorteilhafte Anwendung von überkritischen Fluiden, insbesondere CO<sub>2</sub>
- 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