

A – 2452 Mannersdorf

Jägerzeile 34

+ 43 2168 671 35

[www.samtech.at](http://www.samtech.at)

+ 43 2168 671 68

[digmaz@samtech.at](mailto:digmaz@samtech.at)

## FESTSTOFFEXTRAKTION

Eine vergleichende Dokumentation unter besonderer  
Berücksichtigung der DIG-MAZ - Anlage



# INHALT

➔	<b>Einleitung</b>	Seite 3
➔	<b>Anwendung</b>	Seite 4
➔	<b>Extraktionsgut</b>	Seite 5
➔	<b>Extraktionsmittel</b>	Seite 6
➔	<b>Extraktionsvorgang</b>	Seite 7 - 8
➔	<b>Untersuchung der Gesetzmäßigkeiten der Mazeration und der Perkolation, sowie Versuche zur Verbesserung der Extraktion.</b>	Seite 8 - 11
➔	<b>Extraktionsverfahren</b>	Seite 11 - 14
➔	<b>Anwendungsmöglichkeiten der DIG-MAZ</b>	Seite 14
➔	<b>Vor - und Nachteile der verschiedenen Extraktionsverfahren</b>	Seite 14
➔	<b>Literaturverzeichnis</b>	Seite 15

## Einleitung

Extrahieren bedeutet das Abtrennen einer löslichen Komponente (Extraktstoff, engl.: solute) aus einem Stoffgemisch (Extraktionsgut, fest oder flüssig) mit Hilfe eines Lösemittels.

Es sind zwei Arten von Extraktionen zu unterscheiden: die **Feststoffextraktion** und die **Solventextraktion**. Die Unterschiede der beiden Verfahren werden durch die Tabelle veranschaulicht.

<b>Extraktion</b>	<b>Feststoffextraktion Fest/Flüssig - E. Auslaugung</b>	<b>Solventextraktion Flüssig/Flüssig - E.</b>
Extraktionsgut Abgeber, feed	Trägerfeststoff Extraktstoff-Gemenge (fest)	Trägerflüssigkeit Extraktstoff-Lösung (flüssig)
Extraktionsmittel, Aufnehmer	Lösemittel	Lösemittel
Extrakt	Extraktstoff Extraktionsmittellösung, Miscella	Extraktstoff Extraktionsmittel- Solvat
Rückstand Raffinat	Trägerfeststoff mit verringertem Extraktstoffgehalt	Trägerflüssigkeit mit verringerter Extraktstoffkonzentration

Im folgenden wird ausschließlich auf die Feststoffextraktion eingegangen.

## Anwendung

Mittels Feststoffextraktion werden wertvolle Bestandteile aus perkolationsfähig (perkolieren = aus dem Latein.: durchsickern) aufbereiteten Substanzen gewonnen oder - seltener - störende Begleitstoffe entfernt:

- **pharmazeutische Rohmaterialien wie Blatt-, Rinden-, Wurzel-, Samen-, Blütendrogen**
- **Polymere: Auswaschen von Katalysatoren, Verunreinigungen durch monomere und dimere Reste**
- **Ölsaaten**
- **Gewürze und Geruchsstoffe**
- **Knochen (Gelatine)**
- **Tierabfälle (Tierfette)**

Die Feststoffextraktion wird auch als Auslaugen (engl.: leaching) bezeichnet, vor allem dann, wenn als Lösemittel Wasser verwendet wird.

Der Extraktionsvorgang, der später noch eingehender behandelt wird, kann in drei getrennte Prozesse aufgeteilt werden:

- 1. Übergang des Extraktstoffes in das Lösemittel durch Diffusion**
- 2. Abtrennung des Extraktes (Miscella) von Rückstand (Raffinat) durch Absetzen oder Filtrieren**
- 3. Austreiben des im Rückstand verbliebenen Extraktes durch Erhitzen mit Wasserdampf, Auswaschen oder Auspressen.**

Die Art und Weise wie diese Prozesse miteinander verknüpft sind, hängt von der Zielsetzung ab: Spezifität der Extraktion, Ausbeute, Produktivität.

Ein weiterer wichtiger Verfahrensschritt ist die Abtrennung des Extraktionsstoffes vom Extraktionsmittel; heute wird das meist durch Destillation oder Verdampfung erreicht, es ist jedoch zu erwarten, daß auch in diesem Bereich Membranprozesse in Zukunft wachsende Bedeutung haben werden.

## Extraktionsgut

Die Eigenschaften des Extraktionsgutes wie Teilchengröße, Oberfläche, Porosität, mittlerer Porendurchmesser oder Extraktstoffgehalt bestimmen weitgehend den Verlauf des Extraktionsprozesses.

Je kleiner die Teilchen, desto größer die Grenzschicht (Diffusionsfläche) zwischen Flüssigkeit und Feststoff. Wird die Teilchengröße jedoch zu fein, kann die freie Zirkulation des Lösemittels im Feststoff behindert werden. Nicht-perkolationsfähiges (z.B. pulverförmiges) Extraktionsgut wird daher auch mit grobkörnigem, inertem Trägermaterial vermischt. Die mechanische Vorbereitung soll neben der Optimierung der Teilchengröße auch eine Verkürzung der Kapillarwege erreichen.

Für die Extraktionszeit bis zum Konzentrationsausgleich ( $t_a$ ) gilt eine ungefähre Abhängigkeit von der mittleren Kapillarlänge  $l$  der Form

$$t_a \sim l^{(2...2,5)}$$

Deshalb ist eine gleichmäßige Teilchengröße sehr wichtig, da andernfalls kleinere Teilchen schneller extrahiert werden, wodurch die Leistungsfähigkeit der Anlage vermindert wird. Die Porosität bestimmt ebenfalls die zu wählende Aufbereitungsart: Mahlen, Walzen, Granulieren, Pelletieren, Extrudieren, Sprühtrocknen.

Der Wassergehalt des Extraktionsgutes soll möglichst gering sein, da Wasser das Eindringen des Lösemittels behindert. Deshalb ist der Extraktion häufig ein Trocknungsschritt vorgelagert. Zusätze von Stoffen, die sowohl im Wasser als auch im Extraktionsmittel löslich sind (Alkohole, Ketone), können die Extraktion wasserhaltiger Substanzen erleichtern.

Die Tendenz zur Quellung, die die Perkolation behindert, ist nach einer Trocknung bei vielen Feststoffen weniger ausgeprägt.

## Extraktionsmittel

Das Lösemittel, Extraktmittel genannt, soll verschiedene Eigenschaften besitzen: niedrige Viskosität, selektives Lösevermögen für den Extraktstoff, enge Siedegrenzen und niedrigen Siedepunkt bzw. niedrige Verdampfungsenthalpie.

Die Extraktionsrate nimmt im Verlauf des Prozesses ab, nicht nur weil der Konzentrationsgradient abnimmt, sondern auch bei den meisten Verfahren die Viskosität der flüssigen Phase durch die Beladung mit Extraktstoff zunimmt. Durch Anwendung des Gegenstromprinzipes oder durch Temperaturerhöhung kann ein Ausgleich gefunden werden.

Die Lösefähigkeit und damit die Extraktionsrate steigt im allgemeinen mit der Temperatur an. Jedoch nimmt die Lösefähigkeit auch für Verunreinigungen zu, darüber hinaus zersetzen sich manche Extraktstoffe bei zu hohen Temperaturen. Für jede Extraktionsaufgabe gibt es daher ein Temperaturoptimum.

Einen Sonderfall stellen jene Extraktionsprozesse dar, bei denen die Extraktstoff/Extraktionsmittel-Lösung gleichzeitig das Endprodukt darstellt, z.B. Gewürzliköre. Das Lösemittel ist in diesen Fällen eine Wasser/Äthanol-Mischung und daher besonders gut geeignet.

Gegenstromverfahren oder Abdestillieren des Lösemittels würden wohl höhere Ausbeuten an Extrakten bedeuten, gleichzeitig aber auch eine Verschiebung des Geschmackspektrums nach sich ziehen. Durch geschlossene Kreisläufe zwischen Extraktor und Extrakttank können Lösemittelverluste vermieden werden. Das ist nicht nur wirtschaftlicher, sondern ermöglicht auch konstante Ergebnisse in den einzelnen Chargen.

## Extraktionsvorgang

Gegenüber der durch physiko-chemische Gesetzmäßigkeiten (Nernst'sches Verteilungsgleichgewicht) gekennzeichneten Flüssig/Flüssig-Extraktion bestehen für die Fest/Flüssig-Extraktion eine Reihe von Besonderheiten:

- zwischen der Feststoff gebundenen Extraktsubstanz und dem Extraktgehalt des Extraktionsmittels besteht kein definierbarer Verteilungsfaktor
- ein Teil des Extraktes (Miscella) bleibt am Ende der Extraktion bzw. bei mehrstufigen Prozessen in jeder Stufe an der Oberfläche und den Kapillaren gebunden. Dieser Anteil wird als "gebundene Lösung" bezeichnet
- der Gleichgewichtszustand zwischen Fest- und Flüssigphase ist dann erreicht, wenn die Konzentration des Extraktstoffes in der gebundenen Lösung gleich groß ist wie in der freien Lösung
- die Extraktionsrate wird von Zusammensetzung und Struktur des Feststoffes beeinflusst.

Diese Randbedingungen müssen bei der Wahl des Extraktionsprozesses und bei der Vorbereitung des Extraktionsgutes berücksichtigt werden.

Der entscheidende Vorgang für den Stofftransport aus der festen Phase in den an der Oberfläche und in den Kapillaren gebundenen Flüssigkeitsfilm und von dort weiter in das freie Extraktionsmittel folgt dem Diffusionsgesetz (1. Fick'sches Gesetz):

$C_S$ : Konzentration des Extraktstoffes in der Phasengrenzschicht  
 $C$ : Konzentration des Extraktstoffes im Extraktionsmittel zum Zeitpunkt  $t$

Mit  $V$  als Gesamtvolumen des Extraktionsmittels kann

$$dM = V \cdot dC \quad (3)$$

geschrieben werden und mit Gleichung (2) ergibt sich

$$\int dC/(C_S - C) = \int (k_L a/V) dt \quad (4)$$

Nach Integration erhält man

$$\ln (C_S - C_0)/(C_S - C) = k_L a \cdot t/V \quad (5)$$

Wenn man Beginn der Extraktion reines Lösemittel eingesetzt wird, gilt für die Anfangskonzentration  $C_0 = 0$  und Gleichung (5) vereinfacht sich zu

$$\ln (C_S/(C_S - C)) = k_L a \cdot t/V \quad (6)$$

oder

$$C_S/(C_S - C) = 1 - C/C_S = \exp(-k_L a \cdot t/V) \quad (7)$$

oder

$$C = C_S (1 - \exp(-k_L a \cdot t/V)) \quad (8)$$

Auch aus den Gleichungen (5) - (8) läßt sich erkennen, daß eine möglichst große Phasengrenzfläche und ein hoher Konzentrationsgradient anzustreben sind.

Die Forderung nach einem hohem Konzentrationsgradienten bei gleichzeitig geringem Gesamtvolumen des Extraktionsmittels kann durch kontinuierliches Abdestillieren und Rückführen des Extraktionsmittels erreicht werden.

Der konzentrierte Extrakt wird gleichzeitig abgezogen (Abbildung 1).

## Untersuchung der Gesetzmäßigkeiten der Mazeration und der Perkolation, sowie Versuche zur Verbesserung der Extraktion

### I. Gesetzmäßigkeiten der Mazeration

Die Richtigkeit der Hypothese, dass bei jedem Ansatz nach genügend langer Mazerationsdauer das Verhältnis der Konzentrationen in Drogenmenge und Menstruummenge

$\frac{f_1}{f_2} = \frac{1}{f}$  = konstant ist, wurde durch Reihenversuche bewiesen.

$$A = 100 \cdot \frac{a \cdot (M - x)}{a \cdot (M - x) + 1} \quad \% \quad \text{wobei} \quad a = \frac{f}{G_D} \quad \text{bedeutet} \quad (1)$$

$G_D$  ist die Droge (D), vermehrt durch das von ihr aufgesaugte Lösungsmittel (x). Die Menstruummenge  $G_M$  ist nur das bei der Mazeration absaugbare, bzw. das bei der Perkolation austauschbare Lösungsmittel (M - x). (M = insgesamt zugegebenes Menstruum).

Unter Berücksichtigung des beim Auspressen zurückgewonnenen Anteils (y) an Lösungsmittel beträgt die Ausbeute:

$$A = 100 \cdot \frac{a \cdot (M - x + y)}{a \cdot (M - x) + 1} \quad \% \quad (M, x, y, \text{ in Teilen Droge gemessen}). \quad (2)$$

Die experimentell ermittelten Ausbeuten stimmen innerhalb einer 1%igen Fehlergrenze mit den aus einem Eichansatz berechneten überein.

### II. Gesetzmäßigkeiten der Perkolation

Der Extraktionsvorgang beruht auf einer Auswaschung der aufgerissenen und einer durch Diffusion erfolgenden Erschöpfung der intakten Zellen. Beide Vorgänge wurden getrennt betrachtet und erst bei der numerischen Auswertung wieder addiert.

a) **Der Diffusionsvorgang** wird dargestellt durch die Formel

$$W_{2\alpha\beta}(v) = \frac{1}{\alpha \cdot \beta} h(\alpha \cdot \beta; \alpha \cdot v) \quad (3)$$

$W_{2\alpha\beta}$  bedeutet die auf den Gesamtwirkstoff = 1 bezogene Wirkstoffmenge im Perkolat einer auf reiner Diffusion beruhenden Perkolation nach Ablauf von v Teilperkolaten (1 T.P. = Austauschbares Menstruumvolumen V in der Drogensäule).

$h(\alpha \cdot \beta; \alpha \cdot v) = h(x; y)$  ist ein Doppelintegral von der Form  $\int_0^y \int_0^x g(\xi, \tau) d\xi d\tau$ ,

das sich durch Zusammenfassung des Extraktionsvorganges in einer beliebigen Schicht über die gesamte Zeitdauer der Perkolation und durch Summierung der einzelnen Schichten über den ganzen Perkolator ergibt  $h(x; y) = h(\alpha \cdot \beta; \alpha \cdot v)$  wurde tabelliert.

$$\beta \text{ ist die konstante Verteilungszahl.} \quad \beta = \frac{1 - f_2(\infty)}{f_2(\infty)}$$



wobei  $f_2(t)$  die Wirkstoffmenge in  $G_M$  nach  $t$  Stunden,  $f_2(\infty)$  diejenige nach Einstellung des Mazerationsgleichgewichtes bedeutet.

$$\alpha = \frac{-M \cdot V}{(1 + \beta) \cdot C'}$$

wobei  $C$  die Abtropfgeschwindigkeit und  $M$  die Steigung der Geraden  $\ln f(t)$  mit

$$f(t) = 1 - (1 + \beta) \cdot f_2(t) \text{ ist.} \quad (4).$$

$f_2(t)$  und  $f_2(\infty)$  und damit  $\alpha$  und  $\beta$  sind experimentell durch eine Reihe perkulatorgetreuer Ansätze mit verschiedener Mazerationsdauer leicht zu bestimmen und daraus nach (3) die Perkulationsausbeute vorauszuberechnen, soweit sie auf Diffusion zurückzuführen ist.

b) **Der Auswaschprozess** ist schneller beendet als der Diffusionsprozess, sodass die Extraktion nach einer gewissen Zeit nur noch durch Diffusion erfolgt. Dies bedingt auch, dass  $\ln f(t)$  in der Praxis erst von diesem Zeitpunkt an eine Gerade ist. Die Diffusion lässt sich für die Zeit, in der sich Auswasch- und Diffusionsprozess überlagern, dadurch rekonstruieren, dass die Funktion  $\ln f(t)$  von dem Punkt aus, in dem sie in eine Gerade übergeht, rückwärts bis zum Schnitt mit der  $\ln f(t)$  Achse verlängert wird, die sie im Punkt  $\ln f(o)_{\text{Diff}}$  schneidet. Aus  $\ln f(o)_{\text{Diff}}$  lässt sich nach (4)  $f_2(o)_{\text{Diff}}$  berechnen;

$f_2(o)_{\text{Diff}}$  entspricht der auf Auswaschung beruhenden Ausbeute  $f_2(\infty)_{\text{Auswasch}}$  einer Mazeration, bei welcher der Diffusionsprozess nicht einsetzte. Nach Definition ist demnach

$$f_2(\infty) = f_2(\infty)_{\text{Auswasch}} + f_2(\infty)_{\text{Diff}}. \quad (5).$$

und

$$\frac{f_2(\infty)_{\text{Auswasch}}}{f_2(\infty)_{\text{Diff}}} = \frac{f_2(o)_{\text{Diff}}}{f_2(\infty) - f_2(o)_{\text{Diff}}} = \frac{\text{Anzahl aufgerissener Zellen}}{\text{Anzahl intakter Zellen}} \quad (6).$$

Nach Ablauf der ersten drei T.P. sind erfahrungsgemäß alle auswaschbaren Inhaltsstoffe abtransportiert. Die Ausbeute nach 3 T.P. ergibt sich nach (6) aus dem % Satz an aufgerissenen Zellen, vermehrt um die nach (3) zu berechnende, auf Diffusion beruhende Ausbeute, die mit dem Prozentsatz an intakten Zellen zu multiplizieren ist. Die Ausbeuten im 1. und 2. T.P. sind nicht berechenbar, lassen sich aber durch Schätzung (auf empirischer Grundlage) aus der Ausbeute nach Ablauf von 3 T.P. ermitteln.

Die experimentell ermittelten Ausbeuten stimmen innerhalb einer 3%igen Fehlergrenze mit den aus einer Mazerationsreihe errechneten überein.

### III. Versuche zur Verbesserung der Extraktion

1. **Beschallung mit einem Boschhorn** nach Art der Schallwaschapparate zeigt einen, wenn auch sehr geringen extraktionsverbessernden Effekt.
2. **Beschallung mit einem Ultraschallgerät** zeigte nur eine sehr schwache, mehr oder weniger fragliche Extraktionsverbesserung. Bei beiden Beschallungsmethoden wurde aber die Quellung der Droge beträchtlich beschleunigt.
3. **Mazeration auf einer Schüttelmaschine** zeigte, daß die Geschwindigkeit der Bewegung des Menstruums keine Wirkung auf die Extraktion hat, wenn die Durchmischung als solche gewährleistet ist.
4. **Bei der Extraktion unter Zusatz von Netzmitteln und Emulgatoren** wie Sapo kalinus, Gummi arabicum, Quartammon, REI, Cremophor EL, und Saponin ergab sich eine deutliche Extraktionsverbesserung bei Zusatz von Gummi arabicum. Sapo kalinus wirkte in negativem Sinn; die anderen besaßen keine Wirkung.
5. **Perkolation nach vorhergehendem 2-4 tägigem Einfrieren der befeuchteten und gequollenen Droge** mit Kohlensäureschnee wirkte sich sehr günstig auf die Ausbeute aus, wie an mehreren Perkolationen mit Parallelversuchen bewiesen werden konnte.
6. **Extraktion von Chinarinde mit Paraffinum liquidum ohne und mit Zusatz von Adeps lanae, sowie mit Benzol ohne und mit dem genannten Zusatz** verlief ergebnislos. Beide Lösungsmittel sind für die Extraktion von Chinaerde völlig ungeeignet. (Patent Dr. Bodensieck)

### Graphische Darstellung von Extraktionssystemen

Ein Extraktionssystem besteht aus den drei Komponenten: (inertem) Feststoff **F**, (zu extrahierendem) Extraktionsstoff **E** und Extraktionsmittel (Lösemittel) **L**. Der Extraktionsstoff verteilt sich zwischen flüssiger und fester Phase, sodaß sich ein definiertes Gleichgewicht zwischen den Konzentrationen einstellt. Unter Vernachlässigung der (unhomogenen) Festkörperstruktur besteht also eine Beziehung, die der Situation bei der Destillation, wo sich eine Komponente zwischen flüssiger und gasförmiger Phase verteilt, ähnlich ist. Anstelle der Gleichgewichtskurven werden jedoch für die graphische Darstellung einer Feststoffextraktion dreieckige Phasendiagramme verwendet (Abbildung 1).

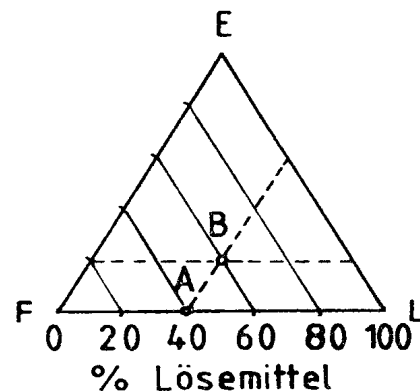


Abb.1

Jede Ecke des Diagrammes stellt eine der drei reinen Komponenten dar, die Geraden dazwischen geben die Konzentrationen im (hypothetischen) zwei-komponentigen Gemisch an, z.B. die Gerade FL das Lösemittelverhältnis. Punkt **A** stellt eine Mischung von 40% Lösemittel und 60% inertem Feststoff dar.

Ein Gemisch, das aus allen drei Komponenten zusammengesetzt ist, liegt im Inneren des Dreiecks. Der Feststoffgehalt wird durch Parallelen zur Geraden **EL** (die Ortslinie für 0% Feststoff) dargestellt. Entsprechendes gilt für Extraktionsstoff und Lösemittel. Die Konzentrationsverhältnisse in einem Punkt werden also durch Parallelen zu den Ortslinien der Nullkonzentrationen bestimmt. In Punkt **B** liegt eine Mischung aus 40% Feststoff, 40% Lösemittel und 20% Extraktstoff vor. Die Summe der Konzentrationen in einem Punkt muß natürlich 100 sein.

Das aus Feststoff und Extraktstoff bestehende Extraktionsgut am Anfang der Extraktion  $E_a$  (Abbildung 2) wird auf der Geraden  $FE$  angegeben, die gewünschte Konzentration im Extrakt  $m_{end}$  (Endmiscella) auf der Geraden  $LE$ . Der Feststoff soll nun weitgehend extrahiert werden, d.h. die Endkonzentration des Extraktstoffes im Feststoff  $E_{soll}$  soll möglichst knapp am Punkt  $F$  liegen. Die Ortslinien der Anfangs- bzw. Endgemische werden durch die Geraden  $E_aL$  bzw.  $E_{soll}L$  angegeben. Wenn der Punkt  $E_v$  das Lösemittelverhältnis darstellt, so wird die Anfangsmischung im Extraktor durch den Schnittpunkt der Geraden  $EL_v$  und  $E_aL$  (Punkt A) bestimmt. Die sich bei einem gewählten Lösemittelverhältnis einstellende Endkonzentration  $m_{end}$  liegt auf dem Schnittpunkt der Geraden  $FA$  und  $LE$ .

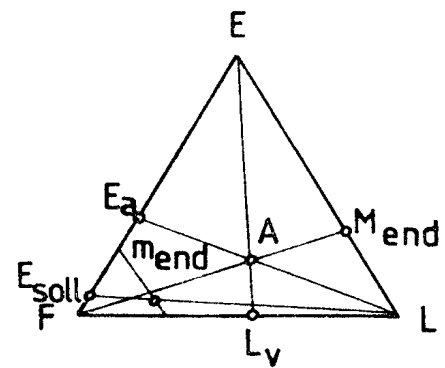


Abb.2

Da, wie bereits erwähnt, im Feststoff immer ein Teil Extrakt als "gebundene Lösung" zurückgehalten wird, ist der Endpunkt der Extraktion  $m_{end}$ , der durch den Schnittpunkt der Ortslinien der gebundenen Lösung  $E_{soll}L$  und des Feststoffgehaltes am Ende der Extraktion, einer Parallelen zur Geraden  $LE$ , gebildet wird. Das gewünschte extraktarme und lösemittelfreie Feststoff-Endprodukt  $E_{soll}L$  ergibt sich erst nach Abpressen und/oder Ausdampfen der gebundenen Lösung.

## Extraktionsverfahren

Die in der Praxis anzutreffenden Feststoffextraktoren lassen sich in

- ➔ diskontinuierlich,
- ➔ halb-(semi-)kontinuierlich,
- ➔ und kontinuierlich

arbeitende Anlagen einteilen.

## Diskontinuierliche Extraktion:

Das Prinzip eines diskontinuierlichen Extraktors ist bereits in Abbildung 3 dargestellt. Der Extraktor wird zuerst mit dem Extraktionsgut von oben befüllt und dann mit Extraktionsmittel beschickt. Das Extraktionsgut, das auf einem filterbespannten, korrosionsbeständigen Siebboden aufliegt und zu etwa zwei Dritteln vom Lösemittel bedeckt ist, wird nun unter Rühren extrahiert. Wenn die gezogenen Proben den gewünschten Extraktgehalt zeigen, wird der Extrakt in die Destillierblase überführt; aus der wird das Extraktionsmittel abdestilliert, im Kühler kondensiert und gelangt aus dem Lösemittelsammler wieder in den Extraktor.

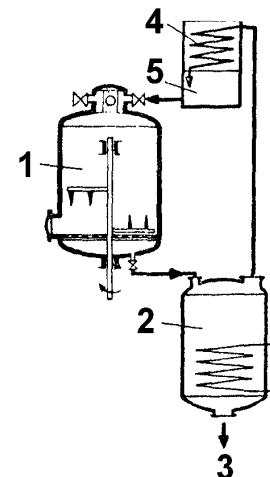


Abb.3

In einer anderen Ausführungsform wird das Extraktionsgut nicht gerührt. Das Extraktionsmittel wird über dem Feststoff verteilt, sickert (perkoliert) durch das Extraktionsgut und wird unten abgezogen. Das Extraktionsmittel wird im Kreislauf geführt und reichert sich im Verlauf des Prozesses mit dem Extraktstoff an. Solche Apparate werden auch "Diffuseure" genannt.

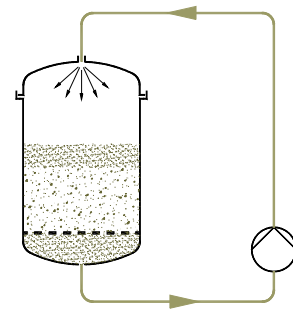
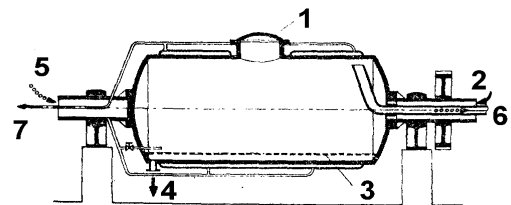


Abb.4

Neben den "stehenden" Extraktoren werden diskontinuierliche Anlagen auch als rotierende Extraktoren - horizontal gelagerte Trommeln (Abbildung 4) ausgeführt. Diese Typen bleiben aber auf Sonderfälle wie schleimige, pulvrige oder andere leicht verklebende Extraktionsgüter (z.B. Preßrückstände, Fischmehl, Bleicherden) beschränkt, da sie bezüglich Raumbedarf, Betriebskosten, Lösemittelverluste und Durchsatzleistung ungünstiger sind als stehende Extraktoren.



### Halbkontinuierliche Extraktion

wird in sogenannten Mehrkörper-Extraktoren durchgeführt, die eine Reihe mehrerer hintereinandergeschalteter Extraktoren darstellen (Abb.5a). Zu Beginn werden alle Extraktoren gleichmäßig befüllt. Das Extraktionsmittel durchströmt - von Pumpen gefördert - die Extraktoren. Der aus dem letzten Extraktor austretende Extrakt gelangt in die Destillationsanlage. Das gereinigte Lösemittel wird erneut in den ersten Extraktor gepumpt, wodurch in diesem das Extraktionsgut viel eher erschöpft als in den folgenden. Der erste Extraktor wird daher abgeschaltet, entleert und frisch befüllt. Das Extraktionsmittel wird inzwischen am ersten Extraktor vorbei direkt in den zweiten Extraktor geführt (Abb.5b). Anschließend wird der zweite Extraktor stillgelegt usw.

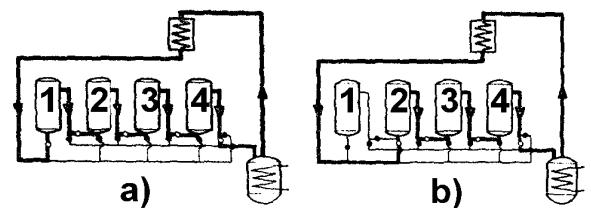


Abb.6

Der anfallende Extrakt ist natürlich höher konzentriert als in Einzelextraktoren, wodurch der spezifische Dampf- und Kühlmittelverbrauch verringert wird.

Aus ihrem Hauptanwendungsgebiet der Ölsaaten- und Zuckerrübenextraktion werden die Mehrkörperanlagen zunehmend durch Zellenextraktoren verdrängt.

## Kontinuierliche Extraktion:

Es gibt eine größere Anzahl von verschiedenen Konstruktionen, die das Extraktionsgut in Zellen, Körben, Containern oder mittels Förderschnecken im Gegenstrom zum Lösemittel transportieren. Bei Förderschnecken besteht die Schwierigkeit, daß Feststoffteilchen mit dem Lösemittel ausgetragen und in einem gesonderten Verfahrensschritt (z.B. Sedimentieren, Filtrieren) wieder abgetrennt werden müssen.

Der Schneckenextraktor nach Hildebrandt (Abbildung 6) hat die Form zweier kommunizierender Röhren. Die durchlöchernten Schnecken lassen das Extraktionsmittel passieren, wodurch das Gegenstromprinzip realisiert wird. (Abbildung 7).

Die geeignete Anordnung der Röhren soll ein Verstopfen des Extraktors durch die Drogen verhindern.

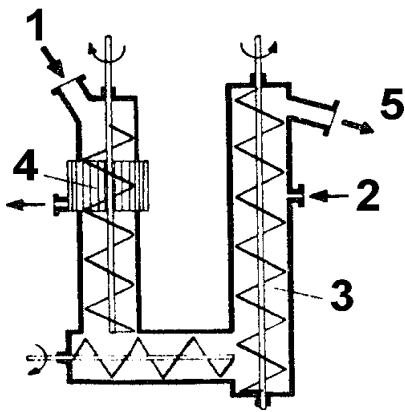


Abb.7

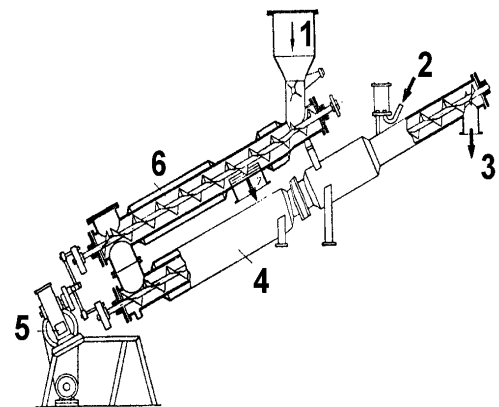


Abb.8

Zellenextraktoren (oder Karussell-E., Abbildung 8) bestehen aus einem abgeschlossenen zylindrischen Gehäuse, das durch einen Schlitzboden horizontal unterteilt ist. Über dem Schlitzboden dreht sich ein Zellenrad mit vertikaler Achse, dessen Zellen durch einen Feststoffförderer gefüllt werden. Der Feststoff wird zum Ausfall, der durch einen Kreissektor in Zellengröße gebildet wird, transportiert. Das frische Lösemittel wird auf den fast völlig extrahierten Feststoff aufgegeben, sickert durch die Feststoffschicht, reichert sich mit Extrakt an und sammelt sich in Kammern unter dem Siebboden. Das Lösemittel wird durch Pumpen nach oben, zur Zelle mit der nächsthöheren Extraktstoffkonzentration gefördert usw. Der frisch eingebrachte Feststoff wird schließlich mit dem konzentrierten Extrakt berieselt.

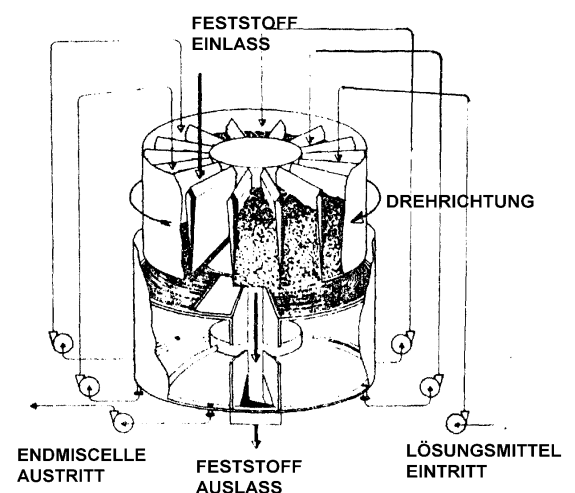


Abb.9

Für pulverförmige und nicht perkolationsfähige Feststoffe wurde der Immersionszellen-Extraktor entwickelt (Abb.9). Bei diesem werden die Kammern nicht von oben berieselt, sondern das Extraktionsmittel wird von unten in eine kreisförmige Rinne gepumpt. Diese Rinne wird durch die Blätter eines Sternrades in Zellen unterteilt. Durch das Befüllen von unten wird der Feststoff im Extraktionsmittel suspendiert. Die Strömungsgeschwindigkeit nimmt auf Grund des sich nach oben erweiternden Querschnittes ab und unterscheidet die Sinkgeschwindigkeit der Feststoffpartikel. Das Extraktionsmittel gelangt über ein Überlaufblech in einen Außenring, von dem es in die Zelle mit nächsthöherem Extraktgehalt gepumpt wird.

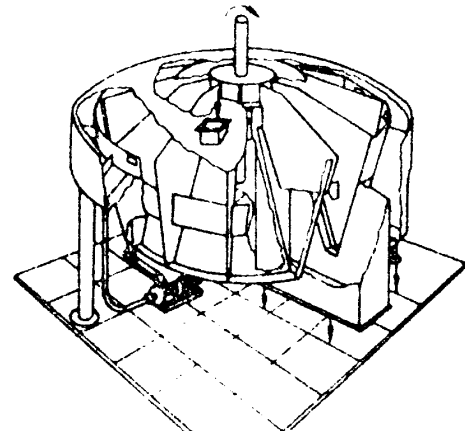


Abb.10

## Anwendungsmöglichkeiten der DIG-MAZ

Die **DIG-MAZ** arbeitet diskontinuierlich.

Ihre automatisierte Entleerungs- Kipp- und Siebboden-Hydraulik stellt einen wesentlichen Vorteil gegenüber vergleichbaren Apparaturen dar.

So wird die Zeit zwischen dem Austragen und Einbringen der Drogen auf ein Minimum reduziert.

Die Möglichkeit, Extraktionen bei hohen Drücken und Temperaturen, sowie zeitliche Veränderungen dieser Prozessparameter durchführen zu können, macht die Anlage universell.

Das Extraktionsmittel durchströmt das Extraktionsgut von unten. Dadurch wird das Absetzen kleiner Teilchen verhindert und die Perkolationsfähigkeit ohne mechanische Durchmischung erhalten.

Die Siebboden-Hydraulik erlaubt ein Abpressen des Extraktionsgutes, wodurch auch die gebundene Lösung weitgehend gewonnen werden kann, ohne dass zusätzliche Filterpressen notwendig sind.

Das Hauptanwendungsgebiet für die DIG-MAZ liegt bei mittleren Chargengrößen, wo höchste Ausbeute bei gleichbleibender Qualität verlangt wird.

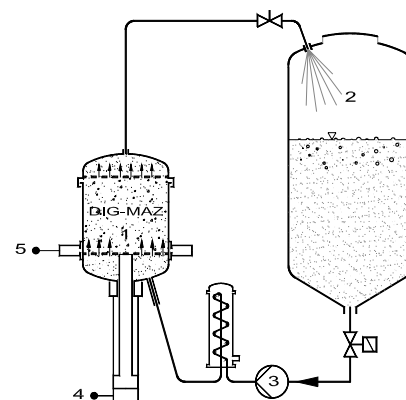
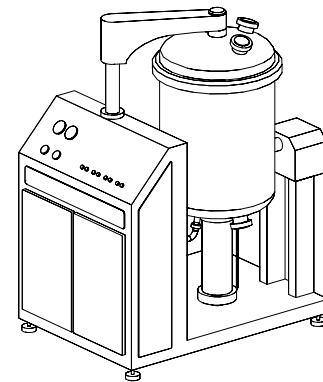


Abb.11

Der Vorteil diskontinuierlicher Anlagen liegt in ihrer Flexibilität, bestimmte Betriebszustände herstellen oder über die Extraktionszeit variieren (Temperatur-, Druckprofile) zu können. Aber auch dort, wo wenig Extraktionsgut zur Verfügung steht, um kontinuierliche Anlagen wirtschaftlich zu betreiben, werden batch - Extraktoren eingesetzt.

Kontinuierliche Anlagen haben den Nachteil, bestimmte Mindestdurchsätze verarbeiten zu müssen. Sie müssen außerdem für einen bestimmten Prozess optimal ausgelegt sein und lassen deshalb nur geringen Spielraum für andere Anwendungen. Die **DIG-MAZ** bietet größtmögliche Flexibilität für die Erreichung der verschiedensten Betriebszustände und die Durchführung unterschiedlicher Verfahrensarten bis hin zur "fraktionierten Extraktion".

## Literaturverzeichnis

- KEHSE, W.: Fest-Flüssig-Extraktion mit dem Karussell-Extrakteur  
Chemiker Zeitung **94**, 56 - 62 (1976)
- MANN, Th.: Das Auswaschen von Feststoffen  
Chem. Ing. Techn., **40**, 18 (1968)
- SANDER, W. u. D. DEUBLIN: Verfahren zur Hopfenextraktion  
Brauindustrie **16**, 1 - 4 (1982)
- VAUCK, W.R.A. u. H.A. MÜLLER: Grundoperationen chemischer Verfahrenstechnik,  
Kap. 10.5.1. Feststoffextraktion S. 659 - 671  
Verlag Chemie, Weinheim (1982)
- WEBER, K.: Stofftrennung: Die kontinuierliche Gewinnung von Gewürzextrakten  
Lebensmittel Technik **9**, 610 - 616 (1971)
- WEBER, K.: Entwicklungsstand und Tendenzen in der Fest-Flüssig-Extraktion  
Maschinentechnik **80**, Heft 88 (1974)