

Laboratorium z Podstaw rozdziału bioproduktów

EKSTRAKCJA Z CIAŁA STAŁEGO

CZEŚĆ TEORETYCZNA

Zastosowanie ultradźwięków

Zastosowanie ultradźwięków można podzielić ze względu na ich działanie na środowisko :

- *czynne*
- *bierne*

Działanie czynne związane jest z działaniem fali ultradźwiękowej na ośrodek, przez który fala ta przechodzi i wywołuje w nim pewne zmiany np.: emulgowanie, koagulację, przyspieszenie reakcji chemicznych, oczyszczanie. Procesy zaliczane do działań czynnych ultradźwięków to między innymi: koagulacja i dyspergowanie ultradźwiękowe, kawitacja, rozkruszanie i formowanie ośrodków twardych, spajanie i lutowanie, ekstrakcja, suszenie substancji itp.

Zastosowanie bierne ultradźwięków jest to oddziaływanie ośrodka na przechodzącą falę. Do badań ośrodka można zaliczyć: badania strukturalne, defektoskopię, diagnostykę medyczną, hydrolokację.

Ultradźwięki posiadają wiele zalet, z których najważniejsze dla procesu przenoszenia masy to:

- a) znaczne skrócenie czasu trwania procesu,
- b) wytwarzanie jednorodnych emulsji, zmniejszenie ziarna w drobnoziarnistych zawiesinach, czyli zwiększenie powierzchni kontaktu międzyfazowego,
- c) ekstrakcja substancji ze związków tworzących kompleksy na skutek ich rozbicia,
- d) w warunkach wystąpienia kawitacji ultradźwiękowej następuje gwałtowny wzrost współczynnika przenikania masy i sprawności ekstrakcji,
- e) możliwość pracy z cieczami zanieczyszczonymi,
- f) konstrukcja aparatów pracujących z wykorzystaniem ultradźwięków jest stosunkowo prosta, co ułatwia modernizację i obniża koszty inwestycyjne,
- g) istnieje możliwość budowy dużych jednostek, przez montaż pakietów generatorów i przetworników ultradźwiękowych.

Do wad ultradźwięków należy zaliczyć:

- a) kawitację ultradźwiękową, która powoduje emulgowanie cieczy, co stwarza dodatkowe trudności przy rozdzielaniu faz. W takich przypadkach istnieje możliwość zastosowania energii ultradźwiękowej o dużej częstotliwości, przy której emulsje nie powstają,
- b) specyficzne trudności wynikające z odbicia i pochłaniania fali ultradźwiękowej,

c) brak dostatecznie ekonomicznych generatorów ultradźwiękowych dużej mocy.

Zachowanie się fal w ośrodku płynnym

Wyrażenie na ruch monochromatycznej sinusoidalnej fali płaskiej w płynnym ośrodku, w pobliżu źródła emisji fal, ma następującą postać :

$$\frac{\partial^2 \Phi}{\partial \tau^2} = c^2 \frac{\partial^2 \Phi}{\partial x^2},$$

gdzie:

Φ – potencjał akustyczny,

c – prędkość rozchodzenia się fal dźwiękowych

Dla gazów prędkość c wynosi :

$$c = \sqrt{\frac{H \cdot P}{\rho}} = \sqrt{\frac{HRT}{M}}$$

Dla cieczy prędkość c wynosi :

$$c = \sqrt{\frac{H}{\rho \cdot \beta_{iz}}} = \sqrt{\frac{1}{\rho \cdot \beta_{ad}}}$$

gdzie:

β_{iz} - współczynnik ściśliwości izotermicznej,

β_{ad} - współczynnik ściśliwości adiabatycznej,

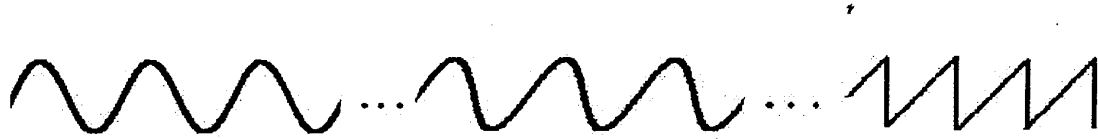
β - współczynnik ściśliwości równy względnej zmianie objętości dV przy zmianie ciśnienia o dP :

$$\beta = -\frac{1}{V} \frac{dV}{dP},$$

$$H = \frac{c_p}{c_v}.$$

Falę ultradźwiękową charakteryzują takie wielkości jak: amplituda wychylenia oraz częstotliwość. Wartość stosunku amplitudy wychylenia do długości fali informuje, czy fala przenosi dużą energię, czy też małą. Dlatego też, fale można podzielić na fale o amplitudzie skończonej, charakteryzujące się dużą energią oraz na fale o amplitudzie nieskończonej małej, które rozchodząc się w ośrodku płynnym nie powodują w nim zmian. Fala o amplitudzie skończonej, pobudzona przez płaszczyznę drgającą sinusoidalnie, zmienia swój profil. Jak

widać na rys.1., fala od kształtu sinusoidalnego przechodzi w falę o kształcie „zygzakowatym”. Można także zauważyć, że oprócz profilu zmienia się także amplituda fali, która stopniowo maleje.



Rys.1. Deformacja fali sinusoidalnej w piłokształtną przy rozchodzeniu się w ośrodku nieliniowym. [1]

Ogólnie, prędkość rozchodzenia się fali dźwiękowej można wyrazić wzorem :

$$c = \lambda f,$$

gdzie:

λ – długość fali dźwiękowej,

f – częstotliwość.

Wyrażenie na natężenie dźwięku dla sinusoidalnej fali płaskiej ma postać :

$$I = \frac{p^2}{2 \cdot \rho \cdot c} = \frac{1}{2} \cdot v^2 \quad \rho \cdot c = \frac{p \cdot v}{2}$$

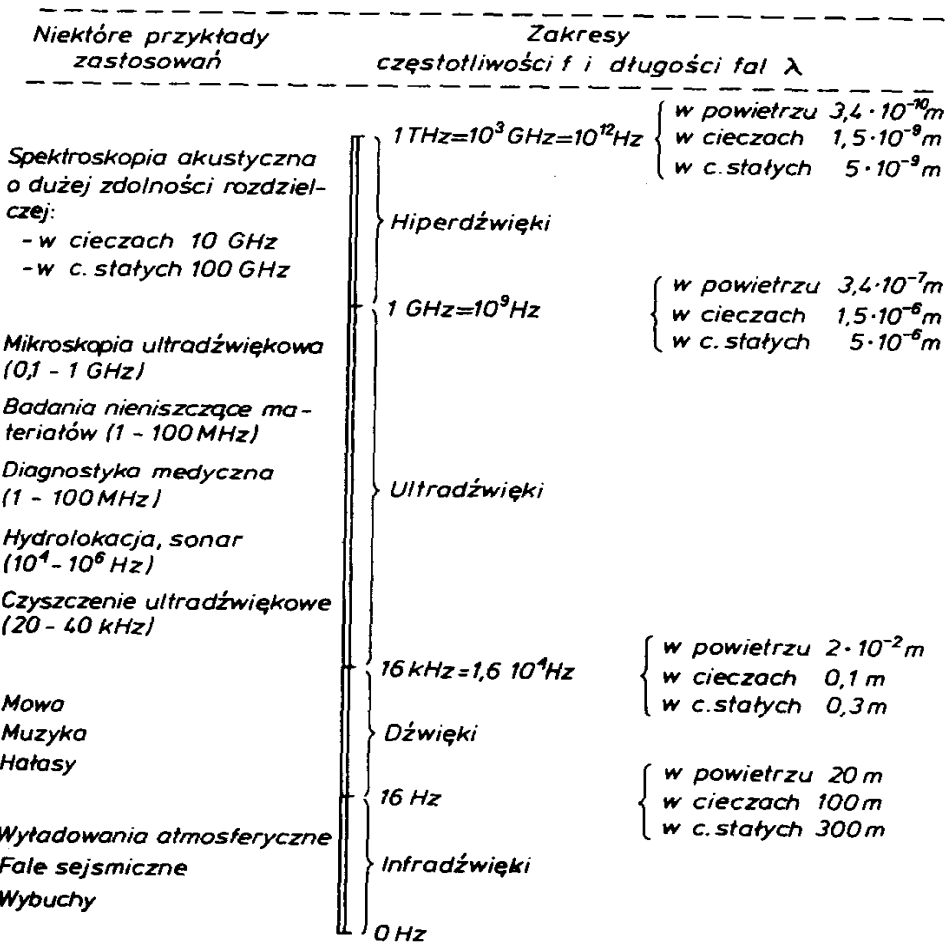
Zmiana ciśnienia fali ultradźwiękowej w dowolnym punkcie ośrodka w zależności od czasu wynosi :

$$p = p_0 \sin(2 \pi f t)$$

gdzie:

p - ciśnienie fali dźwiękowej w dowolnej chwili,

p_0 - amplituda drgań w danym punkcie.



Rys.2. Widmo fal sprężystych – zakresy częstotliwości i długości fal odpowiadające różnym zjawiskom i zastosowaniom [1].

Mechanizm emulgowania pod wpływem ultradźwięków

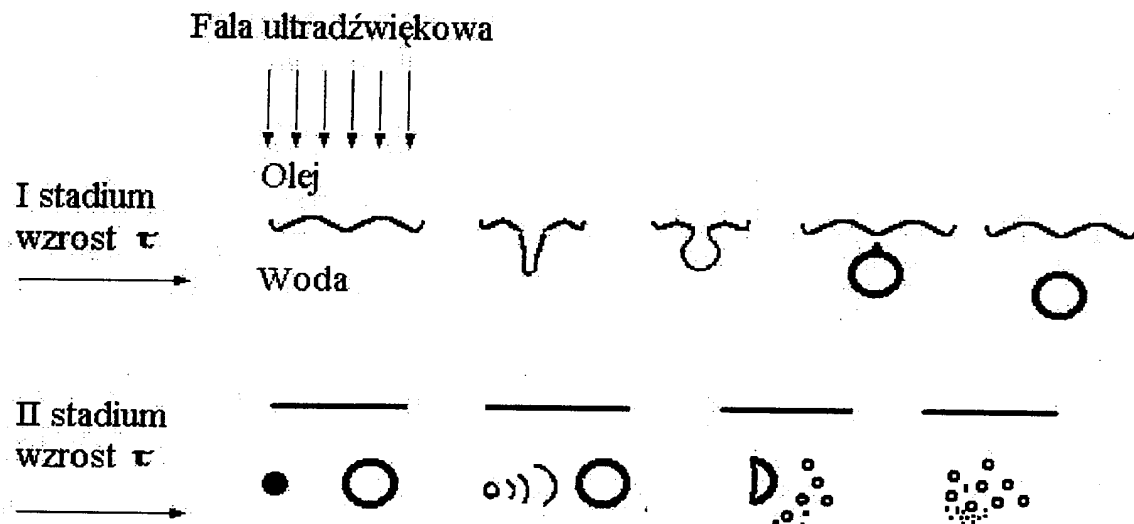
Za procesy emulgowania w układach ciecz – ciecz, w polu ultradźwiękowym, obok kawitacji, odpowiedzialne są kapilarne fale międzyfazowe. Są to fale rozchodzące się na powierzchni międzyfazowej, nie przenikające do ośrodka. Przy zwiększeniu ultradźwięków, a więc i amplitudy fali kapilarnej, uzyskuje się taka jej wartość, przy której z grzbietów fali odrywają się krople cieczy, które są następnie wyrzucane do fazy rozpraszającej. Powstałe w ten sposób emulsje są stabilne. Emulsje wytworzone akustycznie mogą znaleźć zastosowanie tam, gdzie wymagana jest jednorodność i małe rozmiary kropeł.

Do zjawisk międzyfazowych zalicza się :

- uporządkowaną burzliwość międzyfazową, zwaną inaczej efektem Marangoniego lub konwekcją komórkową.
- nieuporządkowaną burzliwość międzyfazową tzw. erupcję.

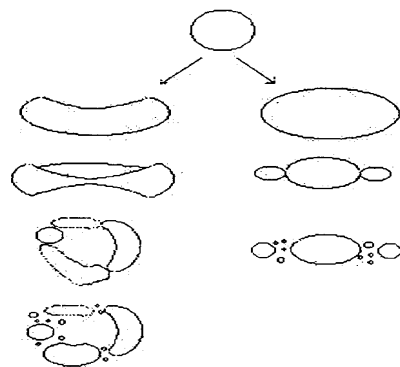
Emulgowanie falami ultradźwiękowymi składa się z dwóch stadiów [2] :

- w pierwszym, podczas rozerwania płaskiej powierzchni międzyfazowej, zachodzi tworzenie się dużych kropeł
- w drugim, następuje rozbitcie dużych kropeł na małe, aż do osiągnięcia stałego wymiaru, pod wpływem fal akustycznych



Rys.3. Mechanizm emulgowania ultradźwiękami [2].

Na krople w polu ultradźwiękowym działają dwie siły: ciśnienie dynamiczne i siła napięcia międzyfazowego. Stosunek tych sił ujmuje liczba Webera We . Gdy ciśnienie dynamiczne większe jest od napięcia międzyfazowego, kropla deformuje się i rozpada.



Rys. 4. Schemat rozpadu kropeł [2]

Kryterium deformacji, prowadzącego do wtórnego rozpadu kropeł, określa krytyczna wartość liczby Webera. Rozpad kropeł zachodzi wówczas, gdy wartość liczby Webera We jest

większa lub równa krytycznej wartości liczby Webera We_k , która wyznaczana jest doświadczalnie. Wartość krytyczna liczby Webera zależy od lepkości cieczy i średnicy kropeł.

Ekstrakcja ultradźwiękowa

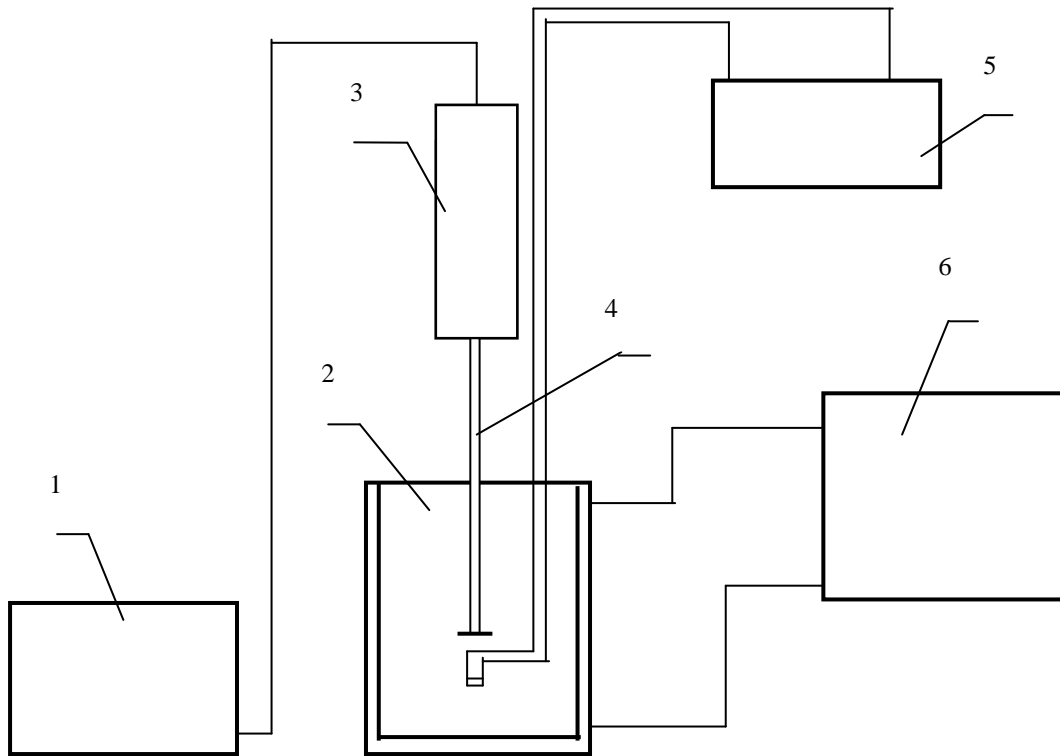
Ekstrakcja ultradźwiękowa wykorzystuje zjawisko wzbudzania drgań mechanicznych przez fale dźwiękowe o częstotliwości większej niż 20 kHz. Drgania te powodują jednoczesny wzrost temperatury mieszaniny ekstrakcyjnej i jej mieszanie wpływając na znaczny wzrost szybkości ekstrakcji a także ekonomie procesu. Ponadto przyspieszają i czynią bardziej kompletną penetrację rozpuszczalnika wewnątrz porów zawartych w strukturze tkanki roślinnej. W zależności od częstotliwości oraz sposobu dystrybucji fal ultradźwiękowych w trakcie pozyskiwania substancji aktywnych z materiałów roślinnych mogą one powodować destrukcję ściany komórkowej i uwolnienie ekstrahowanych składników a co za tym idzie przyspieszenie procesu dyfuzyjnego ruchu masy. Wzrost przenikalności i selektywności błony komórkowej substancji roślinnej tłumaczy się zachodzącym w procesie zjawiskiem kawitacji. Polega ono na powstaniu zmiennego pola ciśnienia w cieczy znajdującej się w strukturze komórkowej materiału biologicznego w wyniku działania pola ultradźwiękowego. W pierwszym etapie cyklu na skutek chwilowego obniżenia ciśnienia poniżej wartości krytycznej, w określonej objętości wewnątrz cieczy tworzą się puste przestrzenie (pęcherzyki). Następnie, w obszarze ciśnienia wyższego, kiedy osiągają wielkość, w której nie mogą już absorbować energii, zapadają się gwałtownie, implodują. Implozji towarzyszy osiągnięta lokalnie bardzo wysoka temperatura (ok. 5000K) i ciśnienie (około 2000 atm.) powodując tym samym zniszczenia w strukturze komórki roślinnej, pojawienie się przerw i mikroszczelin a w rezultacie polepszenie efektywności transferu masy do rozpuszczalnika.

Literatura

1. A. Śliwiński, Ultradźwięki i ich zastosowania, WNT, Warszawa, 2001.
2. B. Tal-Figiel, Monografia 87, Politechnika Krakowska, Kraków, 1989.

CZEŚĆ DOŚWIADCZALNA

Schemat stanowiska badawczego



1. generator ultradźwiękowy,
2. ekstraktor,
3. przetwornik piezoelektryczny,
4. sonda,
5. mikroamperomierz,
6. termostat.

ĆWICZENIE

Próbkę o masie 5 g zalewamy 150 ml wody destylowanej i poddajemy działaniu pola ultradźwiękowego, przy różnych wartościach natężenia i czasu działania.

Podstawową część aparatury stanowi szklany ekstraktor periodyczny o średnicy $D = 0,1$ m i wysokości $H = 0,2$ m. Energia ultradźwiękowa wytwarzana jest przez przetwornik piezoelektryczny, wprowadzany do ekstraktora w postaci sondy. Energię elektryczną potrzebną do uruchomienia piezoelektrycznego źródła dźwięku wytwarza generator wysokiej częstotliwości.

Średnica sondy ultradźwiękowej $d_s = 0,02$ [m],

częstotliwości ultradźwięków $f = 22$ [kHz],

natężenie ultradźwięków $I \cdot 10^{-3} = 24,34,44,64$ [W/m²].

SPOSÓB WYKONANIA ĆWICZENIA

1. Przygotować próbkę.
2. Wprowadzić sondę do naczynia.
3. Nadźwiękować przez określony czas i przy zadanym natężeniu ultradźwięków.
4. Stężenie obliczyć wykorzystując technikę spektrofotometrycznego oznaczania.