



<https://www.laboratuvar.com/el/gida-analizleri/kimyasal-analizler/maksimum-ekstrakte-edilebilen-fraksiyon-su-ekstraksiyonu>



# Τεχνικές εκχύλισης

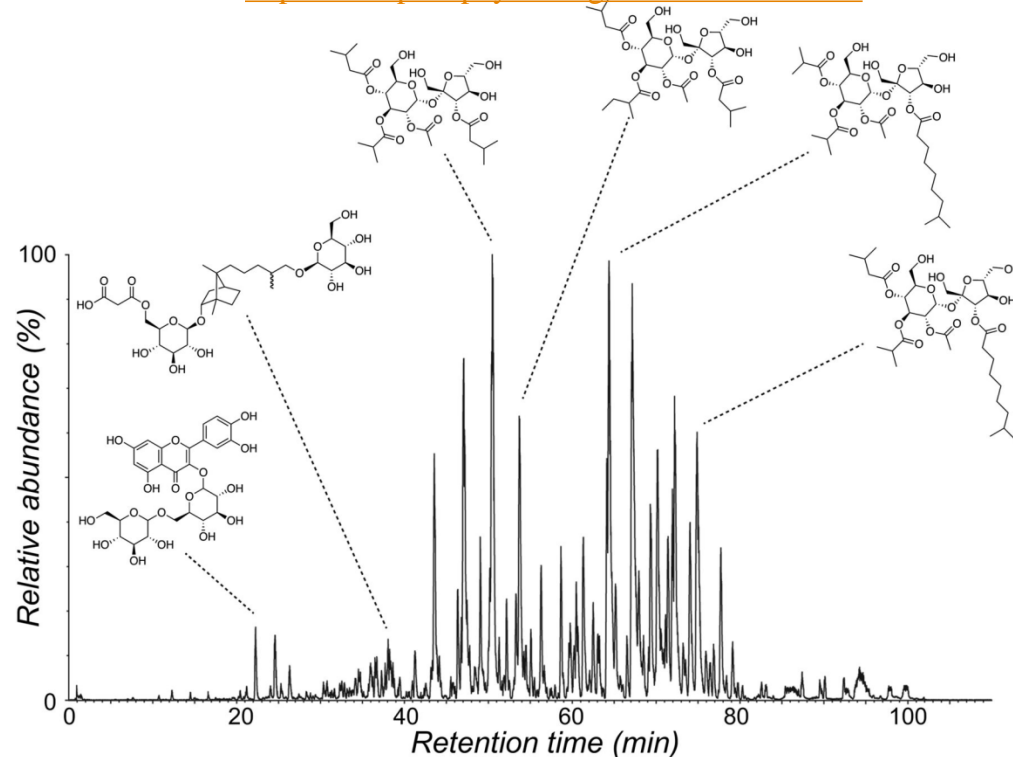
# Δρογοσκευάσματα



<http://www.plantphysiol.org/content/167/4/1221>

Τα δρογοσκευάσματα είναι τα πιο παλιά θεραπευτικά σκευάσματα που χρησιμοποιήθηκαν στην Φαρμακευτική.

Η ουσία της εκχύλισης έγκειται στην παραλαβή των δραστικών συστατικών μιας δρόγης με τη βοήθεια ενός διαλύτη (νερό, αλκοόλη, γλυκερίνη κλπ).



Στις δρόγες εμπεριέχονται περισσότερες από μια δραστικές φαρμακολογικά ουσίες. Συνήθως δεν περιέχουν μόνο την κύρια δραστική ουσία αλλά και άλλες δραστικές δευτερεύουσες που δεν αποκλείεται να έχουν παρόμοια ή συναφή δομή και δράση ή αρκετά διαφορετική.



1. Ορισμός εκχύλισης
2. Παράγοντες που επηρεάζουν
3. Τεχνικές εκχύλισης
4. Συμπύκνωση εκχυλισμάτων

# Εκχύλιση



Η εκχύλιση ορίζεται ως η διεργασία κατά την οποία διαχωρίζεται μια ουσία από μία άλλη με τη βοήθεια ενός διαλύτη. Βασίζεται στη διαφορά διαλυτότητας των ουσιών στο διαλύτη.

Χρησιμοποιείται για διαχωρισμό ουσιών που:

- ❖ Διαφέρουν στη χημική τους σύσταση
- ❖ Έχουν περίπου την ίδια τάση ατμών και δεν μπορούν να διαχωριστούν με απόσταξη ή είναι πολύ ευαίσθητες στη θερμοκρασία

Διακρίνεται σε: Εκχύλιση υγρού-υγρού και Εκχύλιση στερεού-υγρού

# Εκχύλιση



Η διαδικασία με την οποία απομονώνονται-«εκχυλίζονται» από μια δρόγη ορισμένα από τα συστατικά της χαρακτηρίζεται **εκχύλιση**. Αυτή η διαδικασία πραγματοποιείται, ανάλογα με το είδος της δρόγης και των συστατικών που επιθυμούνται να απομονωθούν, με διαφορετικούς τρόπους:

- A. εκχυλίζοντας τη δρόγη με έναν διαλύτη δια του οποίου απομονώνονται τα επιθυμητά συστατικά
- B. υποβάλλοντας τη δρόγη στη διαδικασία της απόσταξης, εάν τα επιθυμητά για την απομόνωση συστατικά είναι πτητικά
- C. υποβάλλοντας τη δρόγη σε εκπίεση ώστε να εξαχθεί το υγρό που περιέχεται στα κύτταρα της.



# Προετοιμασία δρόγης

Για μια συνήθη εκχύλιση η δρόγη που έχει αρχικά ξηραθεί σε συνθήκες περιβάλλοντος ή σε ειδικούς ξηραντήρες περιέχει 7-15% υγρασία. Το αποξηραμένο φυτικό υλικό μπορεί να αποτελείται από διάφορα μέρη του φυτού (άνθη, φύλλα, ρίζες κλπ) ή και από ολόκληρο το φυτό που επεξεργάζεται αφού υποστεί κατάτμηση ή κονιοποίηση αδρή ή λεπτή (αυξανομένης της ελεύθερης επιφάνειας εκχυλίζεται καλύτερα η δρόγη).

# Εκχύλιση επιθυμητών συστατικών



Κατά την εκχύλιση δεν παραλαμβάνονται αποκλειστικά μόνο τα δραστικά επιθυμητά συστατικά, αλλά και διάφορα άλλα που διαλύονται στο εκάστοτε χρησιμοποιούμενο εκχυλιστικό μέσο. Κάθε φορά γίνεται προσπάθεια ώστε κατά την επεξεργασία να αποφεύγεται όσο είναι δυνατό να συμπεριληφθούν στο τελικό εκχύλισμα και τα μη επιθυμητά συστατικά.

Αυτός ο στόχος επιτυγχάνεται με τους ακόλουθους τρόπους.:

- ✓ χρησιμοποιώντας διαλύτες όσο το δυνατόν πιο εκλεκτικούς που εξασφαλίζουν την ανάκτηση των δραστικών συστατικών της δρόγης χωρίς να συμπαρασύρουν και τα αντίστοιχα μη επιθυμητά.
- ✓ υποβάλλοντας τη δρόγη σε μια προ-εκχύλιση με έναν διαλύτη που αποχωρίζει επιλεκτικά τα μη επιθυμητά συστατικά.
- ✓ προκαλώντας πριν από την εκχύλιση χημικές μετατροπές στα μη επιθυμητά συστατικά.

# Εκχύλιση



Η εκχύλιση είναι μια φυσικοχημική διεργασία που στηρίζεται στην αρχή της κατανομής.

Η εκχύλιση μιας δρόγης συνίσταται στο διαχωρισμό και παραλαβή συστατικών που εμπεριέχονται στο φυτικό υλικό, με τη βοήθεια ενός στερεού, υγρού ή και αέριου μέσου (διαλύτης). Συνήθως χρησιμοποιούνται υγροί διαλύτες για τις εκχυλίσεις και όταν συμβαίνει αυτό μιλάμε για εκχύλιση στερεού (δρόγη-διαλύτης).

Στην προαναφερθείσα περίπτωση οι δυο μηχανισμοί λειτουργούν παράλληλα: η απελευθέρωση εκχυλισμένων συστατικών από τα κατεστραμμένα κύτταρα καθώς και η απελευθέρωση συστατικών από τα άθικτα φυτικά κύτταρα με μηχανισμούς διάχυσης.

Τα ακέραια φυτικά κύτταρα διογκώνονται κατά την επαφή τους με το υγρό μέσο εκχύλισης με συνέπεια να αυξάνεται η διαπερατότητά τους (όσμωση) ή ακόμα και να καταστραφεί το κυτταρικό τοίχωμα.



# Παράγοντες που επηρεάζουν την εκχύλιση



## Διόγκωση της δρόγης

Σε όλες τις διαδικασίες εκχύλισης είτε πρόκειται για διαβροχή είτε για συνεχή εκχύλιση, είναι απαραίτητη η προηγούμενη κατεργασία της δρόγης με διαλύτη εκτός εκχυλιστήρα. Οι κυριότεροι λόγοι για αυτήν την προεργασία είναι οι εξής:

Προκειμένου να διογκωθεί η δρόγη κυρίως σε εκείνες τις περιπτώσεις όπου πρόκειται να χρησιμοποιηθεί υδατικό σύστημα διαλυτών. Αν η διόγκωση συμβεί μέσα στην συσκευή ή σκεύος εκχύλισης θα καταστεί αργότερα αδύνατη ή θα επιβραδυνθεί η ροή του διαλύτη μέσα από το φυτικό υλικό

Προκειμένου η δρόγη να αποκτήσει ομοιομορφία εμβροχής και εκχύλισης και με αυτόν τον τρόπο να αποφευχθεί η δημιουργία καναλιών ροής του διαλύτη οπότε η εκχυλιστική ικανότητα του διαλύτη θα μειωθεί

Προκειμένου να αυξηθεί το πορώδες των κυτταρικών τοιχωμάτων και έτσι αυξάνεται η ελεύθερη επιφάνεια εκχύλισης από το φυτικό υλικό

# Παράγοντες που επηρεάζουν την εκχύλιση



## Διάχυση, pH, μέγεθος τεμαχιδίων και θερμοκρασία

Για την εκχύλιση μιας ουσίας από ένα φυτικό υλικό ο διαλύτης πρέπει να διαχυθεί δια μέσου του κυττάρου και εν συνεχεία η ουσία θα πρέπει να είναι ικανοποιητικά διαλυτή το χρησιμοποιούμενο σύστημα διαλυτών ή στον διαλύτη (μέσο της εκχύλισης). Με αυτόν τον τρόπο αποκαθίσταται μια ισορροπία μεταξύ διαλύματος και διαλύτη. Η ταχύτητα με την οποία επιτυγχάνεται αυτή η ισορροπία εξαρτάται από τη θερμοκρασία, το pH, το μέγεθος των τεμαχιδίων της δρόγης και από την κίνηση του διαλύτη γύρω από το φυτικό υλικό.



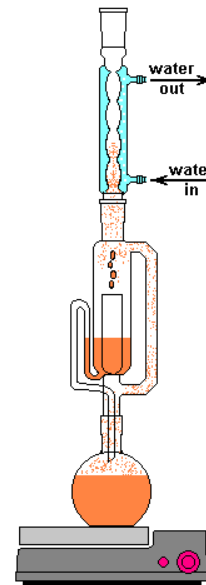
[http://dspace.aua.gr/xmlui/bitstream/handle/10329/6891/Tavla\\_K\\_.pdf?sequence=3](http://dspace.aua.gr/xmlui/bitstream/handle/10329/6891/Tavla_K_.pdf?sequence=3)

# Τεχνικές εκχύλισης

Οι τεχνικές εκχύλισης δρογών μπορούν να ταξινομηθούν σε δυο κύριες κατηγορίες:

1. Τεχνικές κατά τις οποίες είναι ικανοποιητικό το να δημιουργηθούν ισορροπίες συγκεντρώσεων μεταξύ δρόγης και διαλυτού ή γενικότερα διαλύματος (σύστημα διαλυτών).
2. Τεχνικές κατά τις οποίες η δρόγη εκχυλίζεται εξαντλητικά απομακρύνοντας τις διαλυτές ουσίες σε έναν κατάλληλα επιλεγμένο διαλύτη.

<https://www.indiamart.com/proddetail/phytochemical-extraction-services-3982212662.html>



# Εμβροχή



## Εμβροχή

Πρόκειται για την πιο απλή αλλά συγχρόνως και πιο παλιά μέθοδο εκχύλισης. πραγματοποιείται θέτοντας σε ένα δοχείο την κατάλληλα κατατετημημένη δρόγη σε επαφή με το εκχυλιστικό μέσο (τον διαλύτη). Το δοχείο πωματίζεται καλά και ο χρόνος εκχύλισης ρυθμίζεται ανάλογα με το είδος της δρόγης και ανάλογα με το είδος του εκχυλίσματος που πρόκειται να παραληφθεί. Κατά την διάρκεια αυτού του χρόνου (2-14 ημέρες) είναι αναγκαίο σε τακτά χρονικά διαστήματα να ανακινείται η μάζα, ώστε νέα ποσότητα διαλύτη να έρχεται σε επαφή με το φυτικό υλικό και δια της διαχύσεως να διαλύεται και να παραλαμβάνει νέες ποσότητες δραστικών συστατικών. Στο τέλος το εκχύλισμα διηθείται.

Η αποτελεσματικότητα της διαδικασίας εξαρτάται από:

- τον βαθμό κατάτμησης της δρόγης
- το είδος του διαλύτη που χρησιμοποιείται
- τις συνθήκες στις οποίες διενεργείται η εκχύλιση (σχήμα και μέγεθος δοχείου, θερμοκρασία εκχυλιστικού μέσου κλπ)
- είδος και διάρκεια ανάδευσης μάζας
- διάρκεια της εκχύλισης
- βαθμός εκπίεσης της δρόγης μετά το πέρας της εκχύλισης.

Εάν η θερμοκρασία της εμβροχής είναι μεγαλύτερη αυτής των κανονικών συνθηκών (συνήθως 30-50 °C) η διαδικασία καλείται θερμοεμβροχή.

# Έγχυση και αφέψηση



Πρόκειται για δυο διεργασίες αρκετά όμοιες, κατά τις οποίες πραγματοποιείται εμβροχή με νερό σε θερμοκρασία βρασμού.

Κατά την έγχυση το φυτικό υλικό κατεργάζεται με ψυχρό ή συνήθως με βραστό νερό αφήνοντας το σε επαφή με αυτό για περιορισμένο χρόνο (10-30min) στην διάρκεια του οποίου η θερμοκρασία μειώνεται σταδιακά. Το διάλυμα του υδατικού εκχυλίσματος απομακρύνεται δια διηθήσεως και η δρόγη εκπιέζεται ή εκπλένεται με νέα ποσότητα νερού. Τα σκευάσματα είναι ασταθή, εύκολα μολύνονται και πρέπει να χρησιμοποιούνται σύντομα.

Η αφέψηση, αντίθετα, εφαρμόζεται στην κατεργασία της δρόγης με νερό κατά την οποία βράζεται και διατηρείται σε υψηλή θερμοκρασία αλλά για περιορισμένο χρόνο μεταξύ 15-45min. Ο όγκος του νερού διατηρείται σταθερός δια προσθήκη διαδοχικών ίσων ποσοτήτων. Το διάλυμα του υδατικού εκχυλίσματος, εν θερμώ, απομακρύνεται δια διηθήσεως και η δρόγη εκπιέζεται ή εκπλένεται με νέα ποσότητα νερού.



# Έγχυση και αφέψηση

Η έγχυση και η αφέψηση χρησιμοποιούνται ανάλογα με τη δομή της δρόγης και της σταθερότητάς των δραστικών συστατικών της σε υψηλές θερμοκρασίες (π.χ όταν πρόκειται για φυτικό υλικό με κυτταρικό ιστό όχι ιδιαίτερα σκληρό, όπως φύλλα και άνθη, η εκχύλιση αποδεικνύεται εύκολη και εφαρμόζεται έγχυση. Εάν το φυτικό υλικό είναι σκληρό όπως φλοιός, ξύλο κλπ η εκχύλιση απαιτεί δραστικότερες συνθήκες και χρησιμοποιείται η αφέψηση. Λαμβάνεται υπόψη επίσης κατά πόσο τα δραστικά συστατικά της δρόγης αλλοιώνονται με την αύξηση της θερμοκρασίας, οπότε προτιμάται η έγχυση αντί της αφέψησης.



<https://gr.pinterest.com/pin/471681760955240833/>

# Εκχύλιση δια εκπίεσεως



Αυτή η μέθοδος εκχύλισης εφαρμόζεται σε δρόγη η οποία υποβάλλεται σε εκπίεση ώστε να διαρρηχθούν τα κύτταρα και να εξαναγκαστεί να εξέλθει το περιεχόμενο.

Η διεργασία αυτή χρησιμοποιείται για την παραλαβή των χυμών. Σε αυτά τα προϊόντα παρατηρούνται εύκολα ενζυματικές αλλοιώσεις λόγω της παρουσίας ενζύμων όπως επίσης και μικροβιολογική μόλυνση.

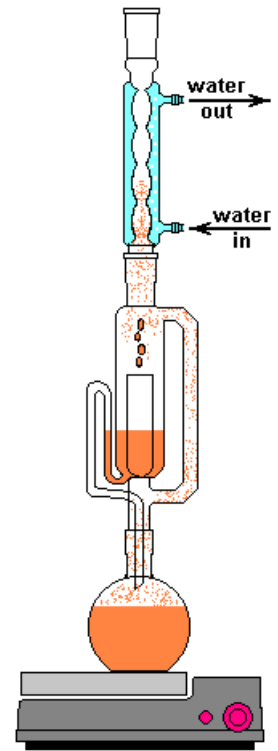
# Εξίκμαση



Κατά αυτή την διεργασία το εκχυλιστικό μέσο διέρχεται από ένα ομοιόμορφο στρώμα φυτικού υλικού κατάλληλα κατατμημένου. Η διαδικασία αυτή πραγματοποιείται σε κατάλληλες συσκευές που ονομάζονται εξικμαστήρες. Πρόκειται για κυλινδρικούς ή κωνικούς υποδοχείς, εφοδιασμένους στη βάση τους με μια στρόφιγγα. ακριβώς πριν από την στρόφιγγα τοποθετείται ένα είδος διαφράγματος (χάρτινος ηθμός, βαμβάκι κλπ) για να συγκρατεί το υπερκείμενο στρώμα του φυτικού υλικού, αλλά και να διηθεί το παραλαμβανόμενο προϊόν εκχύλισης.

Η αποτελεσματικότητα και η απόδοση αυτής της διεργασίας εξαρτάται από:

1. τον βαθμό λεπτότητας της δρόγης
2. το είδος του διαλύτη που χρησιμοποιείται
3. το βαθμό διύγρανσης του φυτικού υλικού από το εκχυλιστικό μέσο
4. την ταχύτητα εκροής του διαλύτη από το φυτικό υλικό





# Εξίκμαση



Η συνήθης διαδικασία περιλαμβάνει:

1. Κατάτμηση της δρόγης σε τέτοιο βαθμό λεπτότητας που να εξασφαλίζεται η αποτελεσματικότητα της εκχύλισης. Πρόσθετα όμως θα επιτρέπει το σχηματισμό ενός κατάλληλα πορώδους στρώματος που να αφήνει να διέρχεται ομοιόμορφα δια αυτού ο διαλύτης
2. Εμβροχή του κατατετμημένου φυτικού υλικού από το εκχυλιστικό μέσο ώστε να διυγρανθεί ομοιόμορφα
3. Εισαγωγή του φυτικού υλικού στον εξικμαστήρα σε ομοιόμορφο στρώμα
4. Πλήρωση του εξικμαστήρα με διαλύτη ο οποίος εισάγεται από πάνω διατηρώντας ανοιχτή τη στρόφιγγα στη βάση, ώστε όλο το φυτικό υλικό να διαβραχεί ομοιόμορφα. Μόλις οι πρώτες σταγόνες του διαλύτη εξέλθουν κλείνεται η στρόφιγγα και προστίθεται διαλύτης ώστε όλο το φυτικό υλικό να παραμείνει καλυμμένο από τον τελευταίο
5. Εξίκμαση της δρόγης από τον διαλύτη: ρυθμίζεται κατάλληλα η έξοδος του διαλύτη (από την στρόφιγγα), προσέχοντας να διατηρείται μια μικρή ποσότητα διαλύτη. Το υπερκείμενο υγρό διατηρείται με προσθήκη συνεχών μικρών ποσοτήτων διαλύτη πάνω από το στρώμα του φυτικού υλικού



# Είδη εκχυλισμάτων

Ανάλογα με τη συνοχή της μάζας τους και το βαθμό συμπύκνωσης τα εκχυλίσματα διακρίνονται σε:

- ❖ Ροώδη εκχυλίσματα σε υγρό φορέα που συνήθως είναι υδαταλοολικός. Η αναλογία της δρόγης στο εκχύλισμα είναι 100% (από 100gr δρόγης λαμβάνονται 100gr ροώδους εκχυλίσματος)
- ❖ Μαλακά εκχυλίσματα παχύρρευστης συνοχής. Κατά την ξήρανσή στους 100°C χάνουν 17-22% του βάρους τους.
- ❖ Ξηρά εκχυλίσματα στερεής συνοχής, σε μορφής κόνης ή κοκκίων. Στους 100°C χάνουν 5% του βάρους τους



# Συμπύκνωση εκχυλισμάτων

Μετά την εκχύλιση μιας δρόγης, τα προκύπτοντα διαλύματα που εμπεριέχουν τις εκχυλισθείσες ουσίες πρέπει να υποστούν συμπύκνωση ή να επανεκχυλιστούν με εκχύλιση υγρού-υγρού.

Η συμπύκνωση είναι ένα στάδιο όπου σε μερικές περιπτώσεις ορισμένα χημικά ασταθή προϊόντα μπορεί να αλλοιωθούν κυρίως εξαιτίας της απαιτούμενης θερμοκρασίας. Για τον λόγο αυτό οι διάφοροι τύποι συμπυκνωτών έχουν προβλεφθεί να χρησιμοποιούνται χαμηλές θερμοκρασίες από 25-30°C.



<https://www.amazon.com/11100V212-Vertical-Assembly-Safety-Coating/dp/B01NANL8KQ>

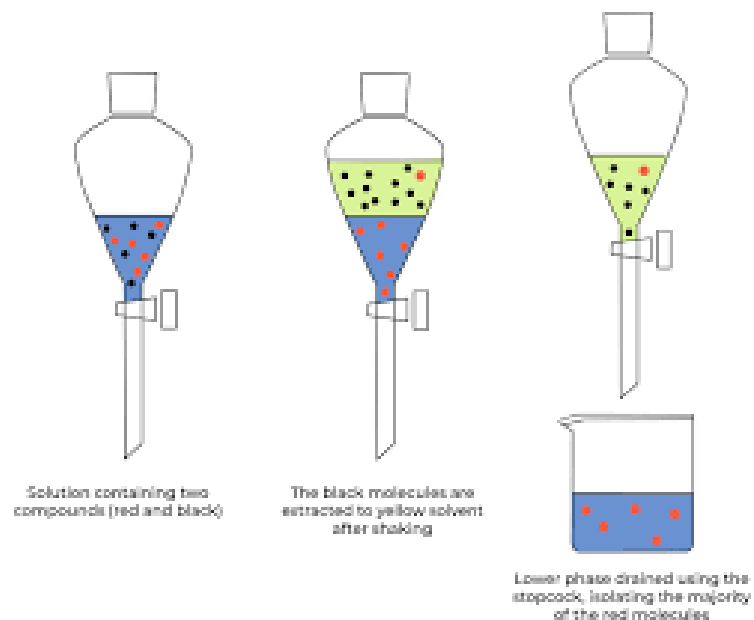
<https://www.youtube.com/watch?v=hf6nPZjOTXo>

<https://www.youtube.com/watch?v=zObkDGldsus>

# Κατανομές



Εκχύλιση είναι η μεταφορά μιας διαλυμένης ουσίας από τη μια φάση στην άλλη. Οι πιο συνηθισμένοι λόγοι για την πραγματοποίηση μιας εκχύλισης στην αναλυτική χημεία είναι η απομόνωση ή η συγκέντρωση του επιθυμητού αναλύτη ή ο διαχωρισμός του από ουσίες που παρεμποδίζουν την ανάλυση. Η πιο συνηθισμένη περίπτωση είναι η εκχύλιση υδατικού διαλύματος με οργανικό διαλύτη. Ο διαιθυλαιθέρας και το εξάνιο αποτελούν διαλύτες οι οποίοι είναι μη αναμείξιμοι και έχουν μικρότερη πυκνότητα από το νερό. Δημιουργείται μια χωριστή φάση που επιπλέει πάνω από την υδατική. Το χλωροφόρμιο, το διχλωρομεθάνιο και ο τετραχλωράνθρακας είναι διαλύτες πυκνότεροι από το νερό.



<https://mk0labsocietya446109.kinstacdn.com/wp-content/uploads/vectors/Hydrocarbon-Extraction-Article/liquid-liquid-extraction-separatory-funnel.svg>

# Κατανομές



## Εκχύλιση υγρού-υγρού

Εάν ένα συστατικό είναι διαλυτό σε δύο μη αναμιγνυόμενους διαλύτες (διφασικό σύστημα) 1 και 2 (ή σε ένα στερεό 1 και σε ένα υγρό-2), προστεθεί σε δοχείο που περιέχει τους διαλύτες αυτούς, κατανέμεται μεταξύ των δύο φάσεων με συγκεκριμένη (σταθερή, για ορισμένη θερμοκρασία) αναλογία η οποία είναι ανεξάρτητη από τη συνολική ποσότητα της ουσίας. Στην κατάσταση ισορροπίας ισχύει: όπου  $C_1$  &  $C_2$  οι συγκεντρώσεις του συστατικού στο προς εκχύλιση στερεό ή στο υγρό (1) και στο εκχυλιστικό μέσο (2), και  $K$  ο συντελεστής κατανομής (partition coefficient).

$$K = \frac{C_2}{C_1}$$

Οι συγκεντρώσεις της ουσίας  $A$  στις δύο φάσεις είναι δυνατόν να ποικίλουν εντός ευρέων ορίων, ο λόγος τους όμως παραμένει σταθερός. Αν  $V_1$  είναι ο όγκος διαλύματος που περιέχει αρχικά  $W_0$  g μιας ουσίας, και αυτή εκχυλιστεί  $n$  φορές με ίσο όγκο εκχυλιστικού υγρού κάθε φορά  $V_2$ , η ποσότητα  $W_n$  της ουσίας που θα παραμείνει στην αρχική στοιβάδα (όγκο) του διαλύτη θα είναι: Το  $W_n$  είναι τόσο μικρότερο και επομένως η εκχύλιση είναι τόσο πιο αποτελεσματική, όσο μικρότερος είναι ο όγκος του εκχυλιστικού μέσου  $V_2$  και όσο μεγαλύτερος είναι ο αριθμός  $n$  των διαδοχικών εκχυλίσεων.

**Περισσότερες πληροφορίες στο εργαστήριο**