



**ХИМИКОТЕХНОЛОГИЧЕН И  
МЕТАЛУРГИЧЕН УНИВЕРСИТЕТ**

ФАКУЛТЕТ ПО ХИМИЧНО И СИСТЕМНО ИНЖЕНЕРСТВО

КАТЕДРА „ИНЖЕНЕРНА ХИМИЯ“

---

## **ДИПЛОМНА РАБОТА**

**ТЕМА:**

**Получаване на карамфилово масло чрез дестилация**

ОБРАЗОВАТЕЛНО-КВАЛИФИКАЦИОННА СТЕПЕН: “ Бакалавър“

**Ръководител катедра:**

/доц. д-р инж. Димитър Пешев /

**Научен ръководител:**

/доц. д-р инж. Ч.Чилев /

**Дипломант:**

/Силвия Миткова Димитрова, Фак. № ХИ0638 /

**София, 2022 г.**

## Благодарности

Тази дипломна работа е изработена с финансовата подкрепа на ФНИ (договор КР-06-Н37/14).

# Съдържание

Съдържание.....	2
<b>I. Въведение .....</b>	<b>5</b>
<b>II. Теоретична част .....</b>	<b>7</b>
1 Основни характеристики на етеричните масла и суровини .....	7
2 Методи за получаване на етерични масла .....	8
2.1 Дестилация с водна пара .....	8
2.2 Хидродестилация .....	9
2.3 Течно-твърда екстракция.....	9
2.4 Мацерация .....	9
2.5 Анфлораж .....	10
2.6 Механично извличане.....	10
3 Дестилация – основни понятия, класификация.....	11
3.1 Видове дестилация в етеричномаслената промишленост. Закономерности.....	12
3.1.1 Проста дестилация (хидродестилация) .....	12
3.1.2 Дестилация с водна пара .....	13
3.1.3 Дестилация при повишено налягане .....	13
3.1.4 Дестилация при понижено налягане (вакуум дестилация) .....	14
3.1.5 Дестилация с прегрята пара.....	15
4 Апаратури за дестилация. Видове. Начини на експлоатация. ....	15
4.1 Дестилационни кубове .....	15
4.2 Видове дестилационни кубове .....	18
4.2.1 Дестилация със сдвоени кубове.....	19
4.2.2 Кондензатор-охладители .....	19
4.3 Пускане и работен режим на дестилационните кубове .....	20
4.3.1 Дестилация с наситена пара. ....	20
4.3.2 Дестилация с наситена пара при повишено налягане и прегрята пара при атмосферно налягане.....	21
4.3.3 Разход на пара в дестилационните кубове .....	21
<b>III. Цели и задачи .....</b>	<b>23</b>
<b>IV. Експериментална част .....</b>	<b>24</b>

1. Характеристика на използваната твърда фаза .....	24
1.1 Устройство .....	24
1.2 Разпространение .....	24
1.4 Отглеждане .....	24
1.5 Химичен състав .....	25
1.6 Приложение и ползи .....	26
2. Експериментални инсталации и ход за провеждане на експериментите .....	28
2.1 Хидродестилация .....	28
2.1.1 Експериментална инсталация .....	28
2.1.2 Отделяне на етеричното масло от хидрозола .....	31
2.2 Дестилацията с водна пара .....	33
2.2.1 Експериментална инсталация .....	33
2.2.2 Получаване на карамфилово масло чрез парна дестилация. ....	34
3.1. Основни резултати и изводи за хидро и парна дестилация. ....	35
3.2. Основни резултати и изводи за хидродестилация при различни техники за отделяне на маслото. ....	38
<b>V. Изводи</b> .....	<b>42</b>
<b>VI. Използвана литература</b> .....	<b>44</b>

## I. Въведение

Флората на България се характеризира с 12 000 вида растения. Тази цифра говори ясно на специалистите от цял свят за богатството на природата ни.

Не малък брой от тях заемат групата на лекарствените и етеричномаслени растения. Според мястото си на получаване и приложение строго разделение между тях няма.

В света са познати над 10 000 лекарствени и 1500 етеричномаслени растения. В България в естествените находища те са съответно 500 и 30. Като селскостопанските растения са култивирани около 10 вида етеричномаслени растения, главно в подбалканските полета (от Пирдоп до Твърдица), в поречията на р. Марица, Струма и Места. В условия на благоприятно отглеждане са произвеждани 100 – 150 тона ментово, 50 – 100 тона лавандулово и 8 – 12 тона розово масло. По площ на мента и маслодайна роза страната е заемала първите места в света.

Съставът и количеството на маслата зависи от условията на средата – почва, климат, напояване, от агротехниката и фазата на развитие на растенията. В България съществуват много райони, които предоставят тези условия. Още повече, че съществуват райони, които без да се напояват изкуствено могат да дадат добри добиви. Освен това в много планински райони по южните склонове може да се произведе рентабилна, селскостопанска етеричномаслена продукция. При добра организация, страната може да се помести конкурентно между Великобритания, Франция и Германия – основни производители съответно на ментово, лавандулово и лайково масло. За целта е необходимо добро познание на производството на етеричномаслените суровини и масла.

Върху качествата на етеричното масло влияние оказва и начинът на получаване. Производствената технология е основен елемент за подобряване на общия добив и качеството на етеричното масло. В зависимост от характера на растителната суровина и свойствата на етеричните масла за тяхното извличане се използват различни методи, позволяващи да се получат високи добиви и добро качество на продуктите. Най-често използван метод за извличане на етерични масла е парна дестилация, други методи са- извличане с органични разтворители (течно-твърда екстракция), с мазнини (мацерация и анфлъораж) и по механичен път.

Тази дипломна работа е посветена на изследване на един от най-често използваните методи за получаване на етерични масла – парна и хидро дестилация за получаване на карамфилово масло. Изследвано е влиянието на основни параметри като количество получен дестилат за единица начална суровина, интензивност на нагриването и т.н. върху количествата на полученото масло. Проучени са различни възможности за отделяне на маслото от хидрозола

(дестилата). Карамфиловото масло бе избрано за проучване след литературна справка. Целта е възможност за провеждане на реални експерименти в лабораторни условия. Според данни в литературата съдържанието на масло в карамфиловите пъпки е около 10%. Това прави възможно получаване на минимални, но достатъчни за изследване количества масло в малките лабораторни инсталации.

## II. Теоретична част

### 1 Основни характеристики на етеричните масла и суровини

Етеричните масла са продукти с растителен произход, които се извличат от специални секреторни структури на растенията и представляват сложни многокомпонентни смеси от различни органични съединения. При стайна температура най-често те са леко подвижни прозрачни течности, безцветни или оцветени в различни цветове.

Етеричните масла съдържат големи количества летливи компоненти, които се възприемат от обонянието и предизвикват приятно усещане. По-голямата част от етеричните масла са по-леки от водата, но се срещат и масла, по-тежки от нея, например масло от евгенолен босилек, карамфилово масло, канелено масло и др.

Някои масла са твърди или при по-ниска температура отделят кристали. На въздуха и светлината се променят, като потъмняват, лесно протича кисела реакция и отделят смолисти продукти.

Обикновено етеричните масла се разтварят много слабо или не се разтварят във вода. Добре разтворими са в неполярни органични разтворители: бензин, петролев етер, етилов (серен) етер, етилов спирт, а също така в растителни и животински мазнини. Тези важни свойства на етеричните масла се използват за извличането им от растителните суровини и последваща преработка.[2]

В химично отношение маслата представляват сложни смеси от различни съединения. В някои масла са установени до 50 компоненти, доказани с над 1000 химични съединения в тях. Основните съставки са терпеноидите. Те могат да бъдат въглеводороди с различна наситеност или многобройни кислородосъдържащи производни, като алкохоли, феноли, алдехиди, кетони, оксиди, киселини, етери и др.[5]

Етеричномаслените суровини представляват растения, в които се съдържат етерични масла. Съдържанието на маслата в тях варира около от 1% до 20%.[19] Последните се натрупват в различни части на растението: листа, плодове, цветове, кори, корени и т.н. Маслото, което се съдържа в различни органи на едно и също растение, обикновено има еднакъв състав, но се срещат и изключения.

В зависимост от локализирането на етеричните масла в органите на растенията, суровините могат да бъдат: семена (semen), плодове ( fructus ), стръкове (herba), цветове (flores), листа (folia), корени (radix), коренища ( rhizome ), и кори (cortex).

- Семената и цветовете са характерни за сенникоцветните растения [ (кориандър, анасон, резене, ким, кимион, ажгон и др.), за синапите, шипките, глога, хвойната и т.н.
- Стръковете (надземната част на растенията) са характерна суровина за пелина, мащерката, босилека, ментата и др.
- Цветовете са характерни за розата, лайката, жасмина, лавандулата и др.

- Листата като етеричномаслена суровина се получават от градинския чай, маточината, ментата и др.
- Корени и коренища се получават от ириса, валерианата, белодоната и др.
- Кори се получават от зърнастеца, от плодовете на лимона и др.

В повечето случаи етеричномаслените суровини се подлагат на преработка в свежо състояние. Някои видове растения при изсушаване не губят етеричното си масло (например мента) и могат да се преработват в сух вид.[6]

Етеричните масла се натрупват в характерни вместилища в различни части на растенията. Според местоположението си, тези вместилища се разделят на външни (екзогенни) и вътрешни (ендогенни) на едноклетъчни и многоклетъчни.

Външните вместилища са образувания на епидермиса. Намират се между кутикулата и обвивката на клетката. При натрупване между тях кутикулата се издува като купол. Вътрешните вместилища са едноклетъчни и многоклетъчни. Едноклетъчните представляват отделни клетки на паренхима, които отделят и съхраняват етеричното масло. Междуклетъчните вместилища в зависимост от произхода и начина на образуването си са: схизогенни - образуват се чрез отдалечаване на секретиралите клетки една от друга, при което се образува междуклетъчно пространство; лизигенни – образуват се чрез стапяне на стените на група клетки; схизолизигенни – представляват преходна форма между схизогенните и лизогенните вместилища; рексигенни – образуват се чрез разкъсване на клетъчните стени. Вътрешните вместилища са отделени едно от друго или са свързани помежду си.[28]

Интерес за страната представляват етеричномаслените растения, които виреят и могат да се култивират не само в традиционните райони, но и в райони, които до този момент по една или друга причина са били извън обсега на етеричната промишленост.

## 2 Методи за получаване на етерични масла

В зависимост от характера на растителната суровина и свойствата на етеричните масла за тяхното извличане се използва един или друг метод, позволяващ да се получат най-високи добиви и най-добро качество на продуктите[7,8,9]. По-важни са следните методи:

- Извличане на етерични масла чрез дестилация с водни пари;
- Извличане на етерични масла с органични разтворители (течно-твърда екстракция);
- Извличане на етерични масла с мазнини ( мацерация и анфлораж);
- Извличане на етерични масла по механичен път.

### 2.1 Дестилация с водна пара

Дестилация с водна пара е най-често и широко прилаган метод. Използва се свойството на горещата водна пара да извлича и отнася със себе си етеричните масла, които обикновено са леснолетливи. Самият процес на отделяне на



етеричното масло от суровините протича при условия на пряк контакт на парата с маслото и дифузия на последното от суровината. Сместа от водната пара и масло се подава за кондензация и охлаждане. Полученият дестилат се събира в сепаратор, където въз основа на разлика в плътностите на маслото и водата се разделя на два слоя: отгоре изплува маслото като по-леко, а отдолу остава водата.

При прилагане на този метод в практиката съществуват няколко разновидности, които се основават на различната летливост, температура на кипене (150°C – 350°C) и склонност към деструкция на етеричните масла[13].

## **2.2 Хидродестилация**

Хидродестилацията е традиционен метод за извличане на етерични масла. Етеричното масло се извлича от растителната суровина във водна среда. По-голямата част от случаите, основните компоненти на маслото са летливи вещества, слабо разтворими във вода. Компоненти се увличат с водната пара при кипенето, като след охлаждане и кондензация се събират в резервоар за първичен дестилат под формата на хидрозол.

От получената водно-маслена емулсия трябва допълнително да бъде извлечено етеричното масло. В повечето случаи основните компоненти на етеричните масла са слабо разтворими във вода. Така, те лесно могат да бъдат отделени от водата, чрез отдекантиране, центрифугиране или други методи.

## **2.3 Течно-твърда екстракция**

Течно-твърда екстракция е начин за извличане на етерични масла чрез разтворители. Това е стар и широко приложим метод. Той се основава на способността на етеричното масло да се разтваря в различни разтворители от органичен произход като екстракционен бензин, претролев етер, алкохоли и др. При екстракция суровината се залива с разтворител неколкократно или последния се пропуска през суровината непрекъснато[2]. Полученият извлек се нарича мисцел. Отделянето на разтворителя от мисцела се извършва чрез изпаряване и последваща вакуум дестилация, в резултат на което мисцела се съгъства. Съгъстения мисцел се нарича конкрет. При обработване на конкрета с алкохол при ниска температура се получава абсолют.

Екстракцията се използва преди всичко за обработка на такива растителни суровини, при които маслото в суровината е чувствително към високата температура на дестилация, или когато заедно с етеричното масло трябва да се извлекат съдържащите се в суровината смоли и восъци, необходими за приготвяне на специфични парфюмерийни изделия.

## **2.4 Мацерация**

При мацерацията суровината се поставя в мазнина, предварително опакована или директно изсипана в съда. Когато разтворителят е с животински произход се поддържа температура 40°C – 60°C, а когато е растителен - стайна температура.

Суровината се бърка непрекъснато в продължение от 20 до 48 часа в зависимост от особеностите ѝ. Един и същ разтворител се използва от 6 до 15 пъти за последователно престояване на прясна суровина. След това наситеният разтвор се филтрува и се използва в парфюмерията[34]. Според по-нататъшното приложение, етеричното масло може да се отдели от мазнината чрез обработка с етилов алкохол, като се получава екстракт, който се използва директно за парфюмерийни цели. Ако алкохолът се изпари (при сравнително ниски температури), се получава абсолютно масло – абсолют.

## **2.5 Анфльораж**

Анфльоражът е метод, който се основава на способността на суровината да отделя (изпарява) продължително време етерично масло в околния въздух и на способността на мазнините и на други органични и неорганични вещества да го поглъщат оттам. От мазнините при анфльоража, както и при мацерацията, най-често се използват говежда лой, свинска мас, бадемово, маслиново масло и др. Освен тях приложение намират бензилбензоат, диетилфталат, активен въглен и др. Посредством анфльораж се преработват малък брой етеричномаслени растения, цветовете на които дълго време след откъсването образуват и изпаряват етерично масло. За тази цел се използват сандъчета, които се нареждат плътно едно до друго.

Когато се използват твърди мазнини, като дъно на сандъчетата се монтира дебело стъкло, което се намазва от двете страни с мазнина, а когато се използват течни, вместо стъкло се монтира желязна решетка, върху която се поставя плат, напоен с тях. Суровината се нарежда в сандъчетата, след което те се поставят едно върху друго. Така материала престоява от едно до три денонощия, след което се заменя с нов. В едно и също сандъче се извършват последователни до 30 такива операции. След насищането с мазнини, твърдите от тях се остъргват от стъклото и разтопяват се на водна баня, а платът напоен с течните мазнини се пресова. Полученият продукт се нарича помада. При нужда от нея може да се получи абсолютно масло, чрез екстракция с 96%-ен етилов алкохол.[15]

Етеричните масла получени чрез анфльораж, са с най-добрите парфюмерийни качества.

## **2.6 Механично извличане**

Чрез механични методи се получават масла, които в растението се концентрират в големи схизогенни вместилища в близост до епидермиса. Такива суровини са цитрусовите култури - лимони, портокали, мандарини и др. В корите на тези плодове се съдържа етерично масло, за извличането на което суровината се преработва по механичен начин - ръчно или механично.

При ръчно обработване плодовете се търкалят с леко натискане между железен диск, на който има множество тъпи игли. Последните разкъсват стените на

етеричномаслените вместилища и етеричното масло изтича заедно с клетъчния сок.

При машинната преработка суровината се пресова с шнекови или барабанни преси. За суровина се използват цели или нарязани плодове, или техните кори. След пресоване, получената смес от етерично масло и сок се филтрува, утаява продължително време при ниска температура, след което се центрофугира. Етеричните масла, получени чрез пресоване имат високи парфюмерийни качества. [11]

### 3 Дестилация – основни понятия, класификация

Дестилацията е един от най-често използваните методи за получаване на етерично масло. Методът е ефикасен и икономически ефективен, не изисква прилагане на големи количества скъпи спомагателни продукти и има възможност за отделяне на етерично масло с високо съдържание на ценни компоненти по време на експлоатация. В повечето случаи целият процес на практически пълно отделяне на маслото от суровините протича сравнително бързо. Заради това този метод е избран и използван в настоящата дипломна работа.

Процесът на преход на веществата от течно в газообразно състояние, съпроводено с поглъщане на топлина, се нарича парообразуване. Ако парообразуването се извършва само от външната свободна повърхност на течността (с различна скорост, още при стайна температура), процесът се нарича изпаряване. Ако образуването на мехурчетата пара се извършва както на свободната повърхност, така и от целия обем на течността, процесът се нарича кипене. Температурата, при която налягането на парите става равно на налягането над свободната повърхност (външно налягане), се нарича точка (температура) на кипене.

Процесът на преход на веществата от парообразно в течно състояние, свързан с отделяне на топлина се нарича втечняване или кондензация. Процесът на частично изпарение или кондензация на изходната система, характеризираща се с различна летливост на веществата в нея, който цели получаването на продукти с по-висока или по-ниска летливост спрямо изходния разтвор, се нарича дестилация.

Изобарните и изометричните криви на равновесието ( $y^* = f(x)p, t$ ), позволяват да се определят равновесните (работните) концентрации на парната фаза, които отговарят на определен състав на течната фаза и обратно. Процесите на кипене и кондензация съставят процеса дестилация. [14]

Дестилацията може да се извършва при различно налягане, поради което различаваме:

- Дестилация при атмосферно налягане – когато общото налягане на парите на сместта  $P$  е равно на атмосферното налягане  $B$ , т.е  $P = B$ ;
- Дестилация при понижено налягане (вакуум – дестилация)  $P \leq B$ ;
- Дестилация при повишено налягане (свръх – налягане)  $P \geq B$ ;

В зависимост от начина на подгряване на изходната смес, различаваме:

- Дестилация с непряко (индиректно) подгряване;
- Дестилация с пряко подгряване (например дестилация с водна пара);

Като топлинен агент при дестилацията се използват наситена или прегрята водна пара, която се получава в съответната паро-котелна инсталация.[26]

Процесите на дестилация са:

- Еднократна, ако образуваната парна фаза остава в контакт със сместа дълго време до настъпването на равновесие;
- Постепенна, ако образуваната парна фаза се извежда от контакта със сместа в момента на образуването ѝ;
- Многократна, ако има краен брой пъти повторение на еднократния процес с едновременно отделяне от системата на образуваната поредна фаза;

Според начина на подаване на изходната суровина различаваме периодична и непрекъснатата дестилация.

### **3.1 Видове дестилация в етеричномаслената промишленост. Закономерности.**

В етеричномасленото производство се срещат следните видове дестилации[13]:

- Дестилация на етеричното масло с водна пара от суровината;
- Извличане на етеричното масло по пътя на дестилацията от дестилационните води – хидродестилация;
- Очистване на етеричното масло чрез дестилация с водна пара; При това този вид дестилация може да се провежда както при атмосферно, така и при понижено налягане (под вакуум);
- Очистване на етеричното масло чрез проста дестилация без участието на водна пара; Този вид дестилация, приложено към етеричните масла се провежда изключително при понижено налягане;
- Обезвоняване („сушене“) на етеричното масло чрез водна дестилация под вакуум;
- Отделяне на компоненти от етеричните масла чрез дробна (фракционна) дестилация;
- Дестилация на разтворителя от мисцела (при получаване на конкрет);

#### ***3.1.1 Прост а дест илация (хидродест илация)***

При хидродестилация суровината и съдържащите се в нея етерични масла се подгряват заедно с определено количество вода. Когато температурата на сместа се повиши до температурата на дестилация, водата започва да кипи, а етеричното масло (смес от веществата) да се изпарява. Парите на водата увличат със себе си изпареното етерично масло. Парната смес се отделя от повърхността на течната фаза, напуска куба и постъпва в кондензатора за втечняване.

### ***3.1.2 Дестилация с водна пара***

При пряко подаване на водна пара в слой от суровина, последната кондензира до момента, в който температурата на суровината достигне температурата на подаваната водна пара. Етеричното масло, съдържащо се в съответните вместилища на суровината (предварително раздробена или нераздробена), се освобождава и влиза в пряк контакт с водната пара. Следва процес на същинска дестилация. Частта от етеричното масло, която остава включено в тъканите на нераздробените части от суровината, е недостъпно за непосредствен контакт с водната пара. Следва процес на осмоза (хидродифузия) на етеричното масло през клетъчните мембрани на суровината по следния механизъм: известна част от етеричното масло се разтваря във водата, намираща се във вместилищата, където е маслото, след което то дифундира през набъбналата под влияние на влагата и топлината клетъчна обвивка и дестилира заедно с парата. Повърхностната концентрация на етерично масло върху клетъчните мембрани намалява. Създава се концентрационен градиент – движеща сила на процеса на вътрешна дифузия, който довежда до извличане на нови порции етерично масло през мембраните. Дифузията продължава дотогава, докато не се дестилира практически цялото етерично масло от суровината[32].

Процесът на хидродифузия е възможен при наличие на вътреклетъчна вода. При сухи нераздробени суровини, количеството вода в клетките не е достатъчно, поради което процесът на дестилация с наситена или прегрята пара не дава положителни резултати. При въздушно-сухи суровини е необходимо тяхното предварително овлажняване. Времетрае на суровината, се има предвид при сумарния цикъл на процеса на периодична дестилация с водна пара. В зависимост от степента на раздробяване на суровината се обуславят следните зависимости[6]:

- При раздробени суровини, скоростта на дестилация (количеството дестилат от единица маса за единица време) се определя от летливостта (респ. температурата на кипене) на компонентите в етеричното масло, а не от тяхната разтворимост. Аналитична зависимост се наблюдава при вторична дестилация на етеричните масла (процеси на кохобация и фракционна дестилация);
- При нераздробени суровини разтворимостта на компонентите на етеричното масло оказва решаващо влияние върху скоростта на дестилация; Първо дестилират труднокипящите, но лесноразтворими компоненти, а след това – леснокипящите, но трудноразтворими.
- Следователно процесите на раздробяване и смесване на суровината оказват съществено влияние върху скоростта на дестилация.

### ***3.1.3 Дестилация при повишено налягане***

Повишено налягане в дестилационния куб се постига чрез регулиране на свободния отвор в крана (дроселен вентил), монтиран на парната тръба на вход в

кондензатора. Ако дестилацията се провежда с директна водна пара, налягането на последната определя максималното налягане, което може да се осъществи в куба. С повишаване на налягането нараства закономерно температурата на парата или кипящата вода.

Дестилацията с водна пара на етерични масла при повишено налягане има това преимущество, че парциалното налягане на много от компонентите на етеричното масло нараства с повишаване на температурата на дестилацията повече, в сравнение с парциалното налягане на водната пара. Това води до увеличаване на концентрацията на етеричното масло в дестилата [26]. Същото преимущество притежава дестилацията с прегрята водна пара, която се провежда без повишаване на налягането.

#### ***3.1.4 Дестилация при понижено налягане (вакуум дестилация)***

Необходимото разреждане в дестилационните апарати се постига чрез вакуум помпи, които се включват в инсталацията след сборника за дестилат. Тъй като при понижаване на налягането се намалява и температурата на кипене на течностите, то този вид дестилация широко се използва при фракциониране на етеричните масла, обезводняването (сушенето) им, а също така при дестилация на разтворителя на мисцела за получаване на конкрет и обсолютно масло.

Степента на разреждане  $\alpha = p_{(вак)}/B$ , което е необходимо да се поддържа във вакуумдестилационния апарат, зависи от вида на самия процес и от устойчивостта на дестилираната течност на високи температури. Например при дестилация на петролев етер е достатъчно разреждане  $p_{(вак)} = 80 \div 100 \text{ mm Hg}$ ; на етилов етер -  $100 \div 150 \text{ mm Hg}$ . При фракционна дестилация на етерични масла, съдържащи някои висши алкохоли и етери (особено линалилацетат), е необходим значително по-голям вакуум, за да се избегне деструкцията им (около  $10 \text{ mm Hg}$  остатъчно налягане в куба, което съответства на  $5 - 7 \text{ mm Hg}$  остатъчно налягане в приемниците за дестилат).

Използването на водна пара при вакуум-дестилация силно намалява температурата на процеса, което премахва необходимостта от допълнително разреждане (напр. при линалол: при  $p_{(вак)} = 50 \text{ mm Hg}$ ,  $t_{кип}^A = 120^\circ\text{C}$ ,  $t_{кип}^B = 38^\circ\text{C}$ ,  $t_D = 38^\circ\text{C}$  при използване на водна пара; такава температура на дестилация на линалола без участие на водна пара се постига при  $p_{(вак)} = 0.5 \text{ mm Hg}$ ).

Недостатъците на процеса вакуумдестилация с водна пара са следните:

- Концентрацията на етеричното масло в дестилата е по-малка от тази при атмосферно налягане, тъй като парният натиск на всички висококипящи компоненти при приложено налягане (поради по-ниската температура) намалява в по-голяма степен, в сравнение с този на водната пара;
- Поради намалена средна температурна разлика, в кондензатора се увеличават загубите от невтечени пари на етерично масло. Това налага допълнително монтиране на адсорбционен възел за улавянето им.

### **3.1.5 Дестилация с прегрята пара**

За разлика от наситената пара, температурата на прегрялата (ненаситена) пара не зависи от външното налягане.

Колкото температурата на прегрялата пара е по-висока, т.е. колкото разликата между температурите на кипене на етеричните масла и водна пара е по-голяма, толкова по-малък е нейният разход.

При процес на дестилация с прегрята водна пара, положителен ефект може да се очаква само при известна степен на влажност на суровината или при добро раздробяване. Прегрялата водна пара предизвиква изпаряване на вътреклетъчната вода и при недостатъчна влажност на несмляната суровина, хидродифузията не успява да се извърши до окончателното изпаряване на съдържащата се в клетките вода. Това предизвиква непълно извличане на етеричното масло от суровината и повишаване разхода на пара[27].

Получаване на етерични масла чрез процесите на дестилация с водна пара имат следните преимущества:

- Прост технологичен процес и оборудване;
- Възможност за отделяне по време на експлоатация на фракции с повишено съдържание на ценни компоненти от етеричното масло;
- Методът не изисква прилагане на големи количества скъпо струващи спомагателни продукти (както при мацерация, анфлораж и екстракция);
- В повечето случаи целият процес на практическо пълно отделяне на етеричното масло от суровините протича в сравнително къс период от 1.5 до 3 часа.

Като недостатък на метода могат да се отнесат:

- Неприложим за суровини с малка концентрация на етерични масла в тях;
- Намалване на летливите компоненти в продукта етерично масло (етери, които усилват аромата на маслата);
- Невъзможност за извличане на труднолетливи компоненти от суровините, чието присъствие в етеричното масло усилва фиксиращите му свойства;
- Неприложимост за суровини, които съдържат етерични масла, разграждащи се при температура под 100°C;
- Необходимост от повторна дестилация на първичните дестилационни води, носещи със себе си разтворено или емулгирано етерично масло;
- Необходимост от голям обемен разход охлаждаща вода (от 0.5 ÷ 50 m<sup>3</sup>/kg етерично масло).

Независимо от изброените недостатъци, дестилацията с водна пара остава най-разпространения метод в етеричномаслената промишленост.

## **4 Апаратури за дестилация. Видове. Начини на експлоатация.**

### **4.1 Дестилационни кубове**

Обемът на дестилационните кубове, използвани в етеричномаслената промишленост са в границите от 1 до 90 m<sup>3</sup>.

Проектирането и експлоатацията на кубове с голям обем имат това преимущество, че при тях се влага относително по-малко количество маса метал на единица обем от куба и производителността по отношение от обработваните суровини се увеличава. От друга страна, големите обеми намаляват възможността за добро разпределение на суровината и барботаж при нагряване с директната пара, а това води до непълно извличане на етеричното масло.

Дестилационните кубове в производствената практика са с обем от 1.5 до 8.0  $m^3$ , а при подвижни инсталации - до 0.6  $m^3$ .

В промишлеността като материал за изработване се използва неръждаваема стомана, емайлирана стомана, алуминий и червена мед. Различните части на куба се отнасят различно към корозията по време на експлоатация. По-силно се повреждат повърхностите, върху които протича процес на кондензация на парите. Това са: капакът, шлемът и лулата на апарата.

Метала на куба оказва и оцветяващо действие върху получените етерични масла. Солите на желязото предават на маслата от жълто до сивокафяво оцветяване, а солите на медта – от зеленикаво до синьо.

Формата на куба зависи от вида на преработваната суровина, кубовете заемат различна форма и по отношение - диаметър към височина на куба. Характерни са два вида форма: конична (стесняваща се към върха) - за плодове и нарязани растения във въздушно-сухо състояние; цилиндрична - за листна и цветна суровина в свежо състояние. Дъната на кубовете се изработват като полусферична повърхност, а малка част от тях се формират като конус.

Отношението диаметър към височина ( $D/H$ ) оказва влияние върху добива на етерично масло и технологичния разход на пара. При по-ниски стойности на ( $D/H$ ) (по-голяма височина на куба), листната и цветната маса се разпределят неравномерно в обема на апарата, а също така и пътя на парната смес се удължава.

От практиката е установено отношение на диаметрите на горната към долната част от 1/1.2 до 1/1.4 при конична форма на куба. При цилиндрична форма на куба, отношението ( $D/H$ ) зависи от вида на суровината: за зърнеста суровина то е 1.5 до 2.0; за листна и цветна 1/1.2 до 1/1.7 [25].

Лулата на апарата осъществява преход на парите от куба към кондензатор - охладителя. Към нея се предявяват следните изисквания:

- Да бъде с минимална дължина;
- Наклонът към кондензатора да е в граници  $1.0 \div 4.0^\circ$ , който не позволява на кондензираното етерично масло да се върне в куба за повторно изпарение;
- Напречното сечение да бъде с площ, осигуряваща ниска скорост на парите в него ( $w_{п} = 5.0 \div 10.0 \text{ m/s}$ ). Обикновено лулите се изработват като пресечен конус;



- Да се избягват всякакви резки изменения на диаметъра, водещи до възникване на съпротивления по пътя на парата към кондензатора.

Барботаждното устройство (при нагриване с пряка пара) се монтира в основата на куба. Обикновено то се състои от тръба с многобройни отвори, разположени в два реда, обърнати към дъното на съда. Най-често срещаната форма на барбутажно устройство е във вид на кръг, но се използват още спирални, кръстообразни и др. Отворите са шахматно разпределени. Целта на шахматното разпределение на отворите е да се създаде равномерно разпределение на мехурчетата пара в целия обем на куба.

Сумарната площ на отворите е равна на удвоената площ на живото сечение на тръбата на барботаждното устройство. Вътрешният диаметър на тръбата се определя по формулата:

$$d_{\text{тр}} = \sqrt{\frac{4 \cdot M_{\text{п}}}{\pi \rho_{\text{п}} w_{\text{тр}} \tau}} \quad (1)$$

а диаметърът на отворите – по формулата:

$$d_0 = \sqrt{\frac{4 \cdot M_{\text{п}}}{\pi \rho_{\text{п}} w_0 \tau}} \quad (2)$$

където:  $M_{\text{п}}$  е необходимото количество пара, изразходвано за времето  $\tau$ ;  $\rho_{\text{п}}$  – плътност на парата при съответната температура;  $w_{\text{тр}}$ ,  $w_0$  - съответно линейна скорост на парите в тръбата.

От формула (1) се вижда, че за даден дестилационен куб, преработващ различни видове суровини (където имаме различни стойности за  $M_{\text{п}}$ ,  $\rho_{\text{п}}$  и  $\tau$  са наблюдавани различни броя отвори  $n$ ).

Диаметърът на барботаждното устройство зависи от вътрешния диаметър на куба.

$$D_{\text{п}} = k_{\text{б}} \times D \quad (3)$$

Стойността на константата  $k_{\text{б}}$  се мени в зависимост от вида на суровината:  $k_{\text{б}} \geq 1/3$  за листна и цветна суровина;  $k_{\text{б}} \leq 2/3$  за плодове;  $1/3 \leq k_{\text{б}} \leq 2/3$  за иглолистна суровина и нарязани растения. Вижда се, че в зависимост от вида на суровината е необходимо за един и същ дестилационен куб монтирането на различни барботаждни устройства.

## 4.2 Видове дестилационни кубове

Според начина си на изпразване на суровината, различаваме следните видове дестилационни кубове:

- С повдигащи се решетки;
- С повдигащ се кош;
- С обръщаш се корпус;
- С механично отварящо се дъно;
- С широко отварящ се шибър;

Според начина на зареждане на суровината в куба разграничаваме следните видове кубове:

- С люкове;
- С отварящ се капак на шлема;
- С повдигащ се капак;
- С отварящ се капак;

Най-простият начин за изпразване на куба от суровината е чрез повдигаща се решетка. Върху нея се монтират четири уши, които се захващат с куки за електротелферно устройство след отваряне на капака на куба. Преработваната суровина след отцеждане в куба се прехвърля в междинен бункер, а от там – чрез транспортна лента в отделението за отпадък. Отпадъците се извозват до сметище или се изгарят в пароокислителна инсталация. Бързо изсушаване на отработената суровина може да се постигне, ако след отцеждане, последната се подаде за филтруване в периодично действаща центрофуга.

Изпразването на куба от суровината с повдигащ се кош е значително по-удобно. Кошовете се изработват от перфорирана неръждаваема стомана, укрепени по дъното с метални ленти. Недостатък на този начин на изпразване на кубовете, е че:

- Се влошава външния топлообмен;
- Между корпуса на куба и коша се създава свободно пространство, което по време на експлоатация се запълва с парни мехурчета, които не увличат със себе си изпареното етерично масло (загуба на работен обем).

Предотвратяване на недостатък 2 се извършва чрез уплътняване на коша под действие на собственото му тегло.

За тревна и цветна суровина се прилагат кубове с обръщаш се корпус, който е монтиран на две полуоси, лагерувани и укрепени на неподвижна стойка. Подаването на суровината в куба се извършва през една от полуосите, посредством телферно устройство. Изпразването на куба от суровината се извършва след повдигане на капака и завъртане на корпуса на ъгъл над 90° спрямо оста му.

С цел съкращаване на времето за изпразване на кошовете от преработената суровина се използват кубове с механично отварящо се дъно. Времето за изпразване и подготовка на апарата за ново зареждане при обем 4 m<sup>3</sup> е около 4 – 5 минути. Прилагат се за листна и някои видове цветна суровина.

Кубовете, освен барботьор за прегрята пара са снабдени с парна риза обхващаща дъното. Водата необходима за процеса се подава в куба през кръгово разположена тръба с отвори ориентирани към стените (част от тях) и обема на съда (останалата част на съда). Оттам също се подава вода за промиване на съда след завършване на процеса. Зареждането на суровината се извършва през капака на куба.

Зареждането и изпразването на кубовете с насипна суровина (плодове, семена и смлени растения) се извършва посредством люкове. Процесът на дестилация се води по следния начин: прегрялата пара се подава през два срещуположно разположени щуцера в горната част на парната риза, обхващайки я се спуска надолу и излиза също от двете противоположни страни. След това парата постъпва в куба чрез барботьор. Инсталацията е снабдена с допълнителен вентил за пара, който служи за директно допълнително подаване на пара в куба [14].

Подаването на суровината в кубовете след съответно дозиране се извършва ръчно, чрез транспортна лента или с пневматичен транспорт (ако се подава през люкове). Последният е приложим при условие, че суровината е насипна и дестилацията не се извършва при ниски температури на околната среда, тъй като засмукания при пневматичен транспорт околнен въздух охлажда работния обем на инсталацията, което води до допълнителни разходи на пара. Автоматичното движение на суровината от съответните бункери до куба и обратно чрез транспортни ленти облекчават трудоемкото ръчно подаване.

#### ***4.2.1 Дестилация със сдвоени кубове***

По време на дестилация, парната смес напуска куба с намаляваща концентрация на етеричното масло в нея. По този начин се изразходва по-голямо количество водна пара към края на процеса. Елиминиране на вредното влияние на този ефект се извършва като се използва принципа, прилаган при последователна екстракция в каскада от апарати. Парната смес от куб с частично извлечено (след известно време) етерично масло от суровината се подава не директно в кондензатор-охладител, а във втори куб със свежа суровина и след това постъпва за втечняване. Така тази пара се обогатява на етерично масло и не се налага използване на допълнителни количества пара. Този процес се нарича "дестилация със сдвоени кубове".

При процеса на дестилация със сдвоени кубове се използват топлинно изолирани кубове и тръбопроводи, което цели намаляване на процеса на кондензация на парната смес. Този метод не може да се използва при дестилация на всички видове етерични масла, тъй като по-продължителният контакт на етеричните масла с водна пара намалява съдържанието на органични етери в тях.

#### ***4.2.2 Кондензатор-охладител***

Парната смес вода-етерично масло постъпва през лулата в кондензатор-охладителя. Тук тя се кондензира и охлажда до зададена крайна температура, като образува т.нар. дестилат. Като охлаждащ агент обикновено се използва вода,

която отнема вътрешната топлина на изпарение от парната смес - последната се втечнява, а след това чрез топлообмен (без смяна на агрегатното състояние) се охлажда до необходимата крайна температура. Теплообменът се извършва винаги в противоток, като в някои видове апарати, парата се подава в междутръбното пространство на кондензатора. Охлаждащата вода се подава в основата на апаратите, които се разполагат винаги вертикално като масовият разход се регулира по време на процеса.

Идеален режим на кондензация и охлаждане в апарата се постига, ако напускащият дестилат е с температура близка до входната температура на охлаждащата вода, а тя от своя страна на изход е с температура, близка до тази на парната смес на вход.

### **4.3 Пускане и работен режим на дестилационните кубове**

#### ***4.3.1 Дестилация с наситена пара.***

След зареждане на апарата със суровина, пускането на инсталацията се извършва по следния начин: отваря се бавно захранващия вентил за индиректна пара (в парната риза). Първоначално до загряване на апарата до работна температура се образува кондензат в парната риза. След като изтичането на образуван кондензат се прекрати, вентила се затваря и в апарата се пуска директна пара с малък разход. При по-голям разход е възможно отнасяне на прах от раздробената суровина в дестилата (респ. маслото), който го оцветява и води до намаляване на неговото търговско качество. Едва след нагриване на тялото на куба или след образуване на парен облак в охладителя, опасността от отнасяне на прах от суровината отпада и разхода на директна пара се увеличава.

При някои видове суровини се извършва пропарване т.е. въвеждане на пара в куба по време на зареждане със суровина. Тази мярка дава възможност за увеличаване на натоварването на апарата при използване на цветове от растения и тревиста суровина с около 15-20%, поради ефекта от слягането ѝ. Пропускането на пара се извършва докато изтичащия в дъното на куба кондензат не покрие барботажното устройство, след което той се отстранява от съда. Следва допълнително зареждане на суровина и ако е необходимо – ново пропарване. Извеждането на кондензат е необходимо, тъй като той носи със себе си отпадни продукти и прах от суровината, които оставени в апарата по време на дестилацията, намаляват качеството на етеричното масло.

След като се установи равномерна скорост на дестилация в куба, което се осъществява чрез регулиране на захранващия вентил за директна пара, се установява и нормален режим на работа в кондензатор-охладителя. За него се следи чрез температурите на изход на дестилата и охлаждащата вода.

Скоростта на дестилация е величина оптимизирана от практиката. Приема се, че оптималната скорост на дестилация за различни видове суровини е около 5,0l дестилат/(h. на 100l обем от съда), т.е. количеството дестилат, което се събира в сборниците да бъде 5% от обема на съда за 1 час. На практика скоростта на

дестилация се определя чрез времето, за което в сборника се събира определено количество дестилат.

#### **4.3.2 Дестилация с наситена пара при повишено налягане и прегрята пара при атмосферно налягане.**

С повишаване на външното налягане се увеличава относителната концентрация на етеричните пари в сместа. Осъществява се процес на дестилация с наситени пари при повишено външно налягане. Вакуумдестилацията (при понижено налягане) на суровини предизвиква обратни резултати.

Наситената пара се подава в барботаажното устройство под някакво начално налягане, което след преминаване (дроселиране) през отворите в разпределителното устройство пада до нормалното (т.е. около  $1 \text{ atm}$ ), при което пада и температурата на самата пара (дросел – ефект, отделя се топлина). В действителност температурата на парата след дроселиране е по-ниска от теоретично изчислената, защото на практика се работи не с абсолютно суха пара, а с влажна, и част от топлината се изразходва за парообразуване на присъстващите в нея капчици вода.

Същият резултат се постига, ако дестилацията на суровините се води с прегрята пара при обикновено налягане. Прегрята пара се получава в парокотелното отделение след допълнително прегриване на парите от котела в пароподгреватели. Както е известно, в този случай температурата на парите не зависи от налягането. Колкото прегряването на пара е по-високо, толкова разликата между температурата ѝ и температурата на кипене на етеричното масло се увеличава, което води до понижен разход на пара. Приложимостта на този метод на дестилация се ограничава от неустойчивостта на етеричните масла при високи температури.

Намаляването на съдържанието на влага (т.е. относителната влажност) в работната пара се постига чрез монтиране на водоотделител. Действието му се основава на многократно изменение на направлението на движение на парата, което спомага за агрегиране на носещите се финни капчици вода, които се стичат в кондензно гърне.

Парните котли работят икономично при по-високо налягане. В етеричномаслената промишленост е достатъчно производството на пара в котела да бъде с налягане около  $5 \text{ atm}$ . [13]

#### **4.3.3 Разход на пара в дестилационните кубове**

Разходът на пара в дестилационните кубове се определя от летливостта на съдържащите се в суровините етерични масла и от степента на раздробяване на суровините (главно при плодове, корени и стъбла). Последната способства за увеличаване на скоростта на вътрешната дифузия, но също и за разтваряне на съществуващи смоли, восъци и мастни киселини в етеричното масло. От друга страна разтварянето на споменатите вещества намалява летливостта на маслото и така се увеличава времето за дестилация [32].

Върху необходимото количество пара за дестилацията на етерични масла от растителни суровини, влияние оказва и влажността на самата суровина. В практиката се забелязва, че разходът на пара намалява при по-висока степен на сухота на суровината.

### III. Цели и задачи

Настоящата дипломна работа има за цел:

1. На базата на литературен обзор да се определи подходящ метод и да се избере подходяща растителна суровина за провеждане на лабораторен експеримент за получаване на етерично масло.
2. Провеждане на лабораторни експерименти за получаване на карамфилово масло чрез хидродестилация и последващо гравитационно отделяне на маслото.
3. На база предварително получени резултати да се направи анализ и съпоставка на получаване на карамфилово масло чрез хидро и парна дестилация.
4. Да се направи сравнителен анализ и изводи относно възможностите за отделяне на маслото в чист вид чрез гравитационно утаяване и чрез течна екстракция.

За постигане на целите на дипломната работа бяха поставени за решаване следните задачи:

- Литературен обзор свързан с основните методи за получаване на етерични масла;
- Литературна справка с цел проучване и намиране на подходящи суровина за провеждане на лабораторен експеримент ;
- Литературен обзор по отношение на характеризирането на използваната суровина във връзка с получаване, разпространение, употреба, химичен състав и др.;
- Разработване,окомплектоване и пускане в действие на лабораторна инсталация за хидродестилация;
- Провеждане на експерименти по дестилация за получаване на етерично масло от цветни пъпки на дървесен карамфил и отделяне на маслото в чист вид чрез гравитационно утаяване;
- На база резултатите от предварително проведени експерименти за получаване на етерично масло от цветни пъпки на дървесен карамфил чрез хидродестилация и дестилация с пряка пара да се направи съпоставка на двата технологични подхода;
- Уточняване на оптималните параметри при получаване на етерично масло от карамфилови пъпки чрез хидродестилация.

## IV. Експериментална част

### 1. Характеристика на използваната твърда фаза

#### 1.1 Устройство

*Syzygium aromaticum* (*S. aromaticum*) (синоним: *Eugenia caryophyllata*), известен като карамфил, е среден размер дърво (8 – 12m) от семейство *Mirtaceae* [1]. Карамфиловото дърво често се отглежда в крайбрежните райони на максимална надморска височина от 200 м. Дървото може да живее до 100 години, а има отделни случаи за дървета над 350 години в Тернате. Диаметърът на ствола може да достигне 50 см при възрастни растения. Листата са срещуположни, единични, силно ароматни, заострени, овални, овално-ланцетни или ланцетни в зависимост от сорта. Новообразуваните листа, които са розови стават тъмно лъскавозелени, когато узреят. Цветята са подредени в съцветия, растат в крайните разклонения и варират в брой от 15 до 50 в зависимост от сорта.

#### 1.2 Разпространение

Карамфилът произхожда от Индонезия и се отглежда в почти всички нейни провинции. От Индонезия, карамфилът е пренесен в Мавриций през осемнадесети век от френския администратор Пиер Поивре, след това в Занзибар от арабски търговец. Занзибар и Пемба стават производители на карамфил (1981). По-късно карамфилът се разпространява в Мадагаскар, Шри Ланка, Индия, Малайзия и наскоро в части от Средиземно море. Според СЗО Индонезия е лидер в света по отглеждане и преработка на карамфил. Основната употреба на карамфил в Индонезия е за производство на цигари *Kretek*. Днес общата площ за производство на карамфил в Индонезия все още се увеличава въпреки продължаващата кампания срещу пушенето на цигари. Общата площ на карамфила в Индонезия през 2008 г. е 456 471 хектара, произвеждайки общо 70 535 t сух карамфил. Общата площ достига 470 045 хектара през 2010 г. и карамфиловото производство е 110 807 t. Други световни производители на карамфил са Мадагаскар и Занзибар (Танзания), с общото производство от приблизително 20 000–27 000 t/годишно. Коморските острови, Шри Ланка, Малайзия, Китай, Гренада, Кения и Того доставят около 5000–7000 t/годишно. Тропически страни, които също са центрове за производство на карамфил са Бразилия и Карибите и остров Ямайка. Съобщава се, че световното търсене на карамфил се е увеличило до 5500 t, тенденция, която се очаква да продължи с нарастването на световното население [12].

#### 1.4 Отглеждане

Пъпките от карамфил се берат по времето, когато са достигнали своя пълен размер, преди венчето да се отвори, а хипантиумът е станал червеникав. При брането пъпки се отделят от стъблата ръчно или с вършачка. Вършачна машина с 1 HP (746 kW) електрическа мощност може да отдели 76 кг пресни пъпки



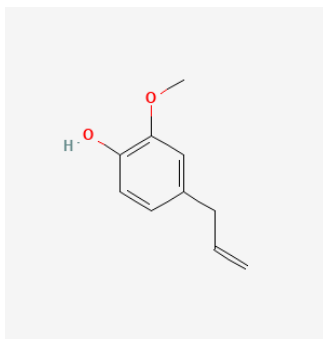
карамфил на час. След отделянето пъпките се изсушават на слънце или в изкуствена сушилна. Цветът и съдържанието на масло в слънчевите и изкуствено изсушени пъпки от карамфил не се различават значително.

По-високото съдържание на евгенол ще доведе до по-остър аромат, а от друга страна, по-високото съдържание на евгенол ацетат създава по-мек аромат.

Съхранението е един от важните фактори за поддържане на доброто качество на карамфила. Изсушен карамфил обикновено се пакетира в чували и се съхранява в чисто и сухо помещение с добра вентилация. Съдържанието на етерично масло и евгенолов ацетат в целия карамфил намалява леко след съхранение в продължение на шест месеца, докато съдържанието на евгенол се увеличава. Загубата на летливо масло по време на съхранението от целия карамфил е сравнително бавно в сравнение със смления карамфил. Смленият карамфил е по-чувствителен към високата температура на околната среда и може да се промени стабилността и флората му. Съдържанието на влага и температурата на съхранение на смлян карамфил трябва да бъдат в рамките на 8 – 10 % и 10 – 15 °C, съответно при относителна влажност 55 – 65 % [4]. Лошите условия на съхранение могат да причинят загуба на летливо масло, развитие на плесени водещи до лош вкус и мирис.

### 1.5 Химичен състав

Карамфилът представлява един от основните растителни източници на фенолни съединения като флавоноиди, хидроксибензоени киселини, хидроксицинамови киселини и хидроксифенил пропени. [24]



Фиг.1 Химично съединение на Евгенол ( $C_{10}H_{12}O_2$ ).

Евгенолът ( $C_{10}H_{12}O_2$ ; фенилпропаноид) се изолира от пъпките на *Syzygium aromaticum* L. Той е основната химическа съставка на етеричното масло от карамфил, като съставлява 90 % от общото количество масло. Евгенолът е слабо разтворим във вода и добре разтворим в органични разтворители. Той е безцветна или светложълтеникава течност с мазна консистенция и пикнтен аромат, който се извлича от изсушени цветни пъпки чрез дестилация. То има силна фенолна миризма и остър тръпчив вкус. Тези основни компоненти определят биологичните свойства на етеричното масло.

Етеричното масло може да варира по качество, количество и състав в зависимост от климата, състава на почвата, растителния орган, възрастта и етапа на вегетативния цикъл. Следователно, за да се получат етерични масла със съществуващ състав, те трябва да се екстрахират при едни и същи условия от едни и същи органи на растението. Най-разпространените техники за извличане на етерични масла от растителни материали са хидродестилация и парна дестилация.

Евгенолът се намира в концентрации, вариращи от 9 381,70 до 14 650,00 *mg* на 100 *g* пресен растителен материал. По отношение на фенолните киселини, галова киселина е съединение, относително висока концентрация (783,50 *mg/100g* прясно тегло). Въпреки това, други производни на галова киселина като хидролизируемите танини присъстват в по-високи концентрации (2 375,8 *mg/100 g*) [23]. Други фенолни киселини, открити в карамфила са кафеената, феруловата, елаговата и салициловата киселина. Флавоноиди като кемпферол, кверцетин и неговите производни (гликозилирани) се намират също в карамфил в по-ниски концентрации. Могат да се намерят концентрации до 18% етерично масло в цветните пъпки на карамфила. Грубо казано, 90% от карамфиловото етерично масло е евгенол и 5% до 15% е евгенол ацетат и  $\beta$ -кариофилен. Открито е друго важно съединение в етерично масло от карамфил в концентрации до 2,1% е а-хумулен. Други летливи съединения присъстват в по-ниски концентрациите в етеричното масло от карамфил са  $\beta$ -пинен, лимонен, фарнезол, бензалдеhid, 2 –хептанон и етил хексаноат. [28]

### 1.6 Приложение и ползи

Известно е, че карамфилът притежава антибактериални свойства и се използва в различни зъбни кремове, паста за зъби, устни промивки и спрейове за гърло свързано с прочистването на бактерии. Маслото се използва също за облекчаване на болката от възпалени венци и подобряване на цялостно дентално здраве. В стоматологията евгенолът в комбинация с цинков оксид намира приложение за временно запълване на кухини. Карамфилът е анодин (агент, който успокоява болката) при спешни стоматологични случаи. Карамфилът се използва като противовъзпалително средство, поради своето високо съдържание на флавоноиди [16]. Ароматерапевтите използват чисто масло от карамфил за лечение на симптомите на ревматизъм и артрит. Карамфилът се използва като газогонно средство, за увеличаване на солната киселина в стомаха и за подобряване на перисталтиката на червата. Паста от карамфил на прах във вода насърчава по-бързото заздравяване на порязвания и ухапвания. Карамфилът може ефективно да лекува много храносмилателни проблеми. Притежава лечебни свойства за лечение на метеоризъм, лошо храносмилане и гадене. Той е полезен при облекчаване на симптомите на диария, стомашна раздразнителност и повръщане [22]. Карамфилът и карамфиловото масло подсилват имунната система чрез пречистване на кръвта и спомагат за борба с различни заболявания.

Маслото от карамфил е ефективно при лечение на микози по краката и гъбички по ноктите. Също така е добро отхрачващо средство, което насърчава отделянето на секрети в дихателните пътища. Ароматното карамфилово масло при вдишване може да помогне за успокояване на определени респираторни състояния като настинка, кашлица, астма, бронхит и синусит. Помага за прочистване на носния тракт[31].

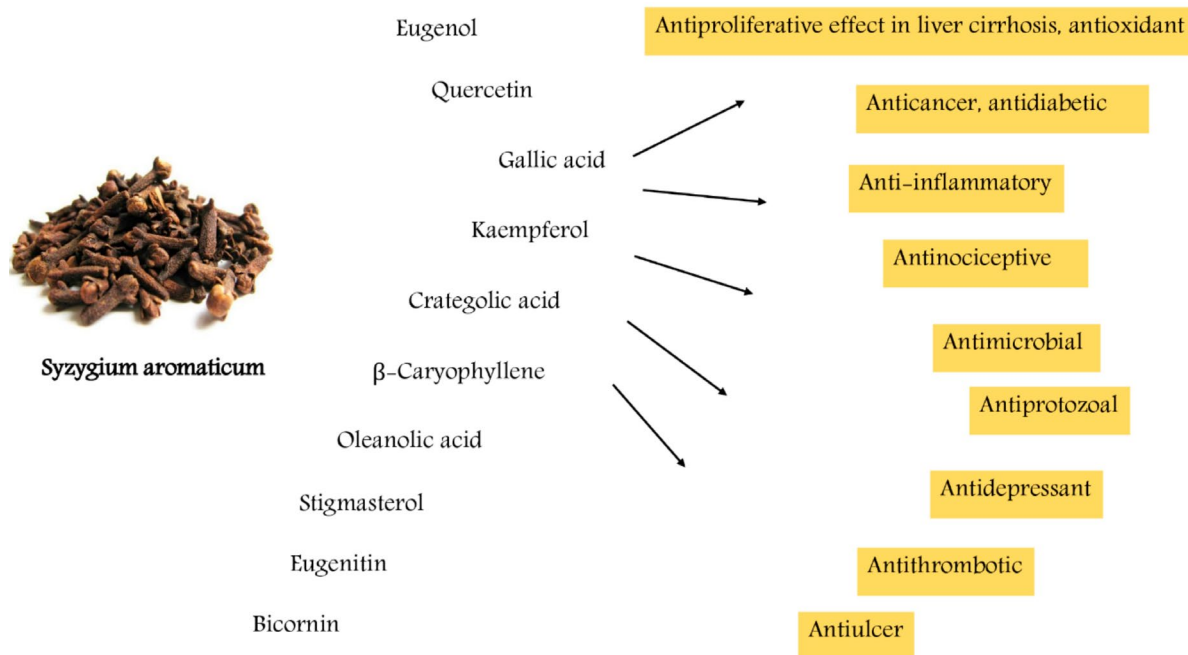
Сушеният карамфил е основната съставка в индийския масалски чай, често се използва за овкусяване на месни продукти, сладкиши, дъвки, люти подправки, напитки, вина и др. [3].

Евгенолът притежава различни антиоксидантни, аналгетични, антимуtagenни, антитромбоцитни, антиалергични, противоотточни и противовъзпалителни свойства. Антибактериалният му потенциал се дължи на свободната ОН група в неговата структурата. Срещу грам-отрицателни бактерии, се смята, че евгенолът действа чрез увреждане на цитоплазмената мембрана; тъй като е хидрофобен може лесно да проникне през липополизахаридната клетъчна мембрана и да навлезе в цитоплазмата. Веднъж попаднала в клетката, предизвика промени в клетъчната структура, което води до изтичане на вътреклетъчни компоненти.

Антиоксидантният потенциал на евгенола се дължи на неговата структура, която му позволява да фиксира фенокси радикали, като така получава водородни атоми донори. Също така евгенолът има антиоксидантни и противовъзпалителни свойства при ниски дози, прооксидативен ефект може да възникне при по-високи концентрации, което води до образуването на свободни радикали[33].

Евгенолът демонстрира терапевтичен потенциал в лекарства, включително такива, предназначени за борба с рака. Той има и синергичен ефект с различни антибиотици, например ванкомицин, пеницилин и еритромицин. Високите концентрации на евгенол могат да бъдат прооксидантни и вредни, но дози под 2,5 mg/kg телесно тегло се считат за безопасни. Освен това евгенолът може да предизвика алергии (например алергичен контактен дерматит) при някои случаи, особено при стоматолози [10].

Той е често се среща в сапуни или парфюми като аромат; използва се в медицината и фармакологията, най-често като локален антисептик и аналгетик, както и като противовъзпалително средство при инхалационна и аерозолна терапия.



**Фиг. 2** Свойства на карамфиловите пъпки

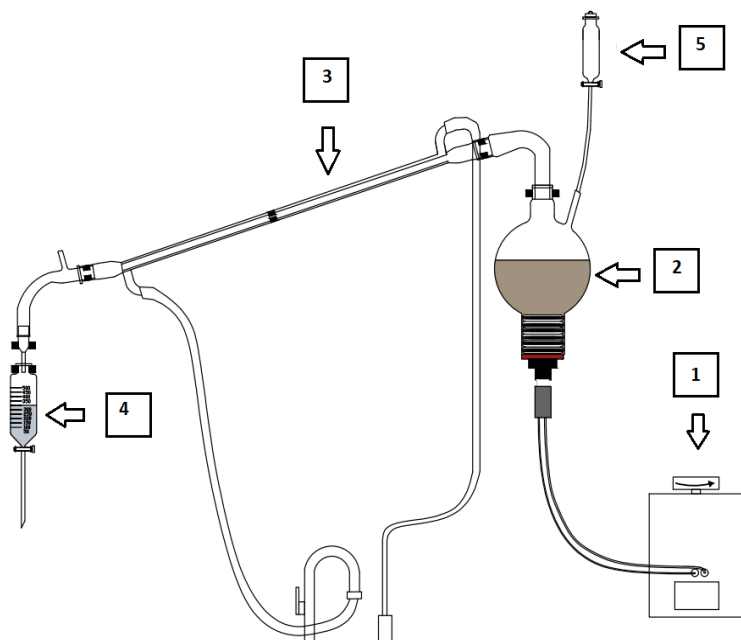
## 2. Експериментални инсталации и ход за провеждане на експериментите

За получаване на етерично масло в лабораторни условия са разработени два типа инсталации, а именно за дестилация с водна пара и хидродестилация. Тези два типа дестилация са най-често прилаганите в практиката начини за извличане на етеричните масла.

### 2.1 Хидродестилация

#### 2.1.1 Експеримент ална инст аляция

Разработената лабораторна инсталаця е използвана за получаване на етерично масло от пъпки на карамфилово дърво произход Мадагаскар, закупени от Пимента България ЕООД. За провеждане на процеса се използва опитната постановка показана на **Фиг.1**.



**Фиг. 3** Схема на опитна инсталация за получаване на етерично масло чрез хидродестилация.

Инсталацията се състои от реостат 1, чрез който се регулира захранващото напрежение на нагревателя , респективно силата на нагряване. Дестилационна колба 2 в която се поставя суровината заедно с определено количество дестилирана вода. Обратен прав хладник 3 за кондензация на сместа от водни пари и етерично масло. Събирателна делителна фуния 4. На **фиг. 4** е показана снимка на експерименталната инсталация.

Основните параметри, които влияят върху общия добив и качествата на полученото масло са:

- Количеството отделен дестилат за единица количество начална суровина [ $mL/g$ ];
- Скоростта на изпарение на водата, респективно дебита на получавания дестилат [ $mL/min$ ].

Във връзка с оптимизирането на споменатите по-горе параметри експериментите се проведеха по следният начин:

- Проведени са експерименти, при които са отделяни съответно по 200, 250, 300, 400, 500, 600, 700, 800, 900, 1000, 1200, 1500 ml дестилат.
- По отношение на втория параметър чрез регулиране загряването на колбата се регулира скоростта на дестилация. Скоростта на дестилация се регулира чрез промяна в захранващото напрежение към нагревателя на колбата, регулирано чрез реостат. Експериментите са извършени при две степени на захранващото напрежение, съответно 160 и 180 V.



**Фиг. 4** Снимка на опитна инсталация за получаване на етерично масло чрез хидродестилация. Първоначално 50g от карамфиловите пъпки се притеглят на електронна везна(KERN PCB).



**Фиг. 5** Електронна везна(KERN PCB).

При т.нар. хидродестилация (**Фиг.3**) етеричното масло се извлича от растителната суровина във водна среда. Карамфиловите пъпки заедно с 1l дестилирана вода се поставят в стъклена колба с електрически нагревател (**фиг 6**).



**Фиг. 6** Стъклена колба с електрически нагревател.

По време на процеса колбата се долива с дестилирана вода от резервоара 5 (Фиг.3), за да се поддържа постоянно количество на водата.

В повечето случаи основните компоненти на маслото са летливи вещества, слабо разтворими във вода. Тези компоненти се увличат с водната пара при кипенето и постъпват в кондензаторната тръба 3 (Фиг.3). От външната страна на кондензатора в противоток тече студена вода. В допир със студените стени на кондензатора, парите се втечняват. Получения кондензат се събира под формата на хидрозол в делителна фуния. За проверка възпроизводимостта на резултатите някои от експериментите са проведени няколко пъти.

#### *2.1.2 От дялане на етеричното масло от хидрозола*

Резултатът от хидродестилацията на карамфиловия цвят е водно-маслена емулсия наречена хидрозол. Тя представлява емулсия от първи тип – неполярна течност (масло) диспергирана в полярна среда (вода). За да се отдели етеричното масло, трябва тази емулсия да се разруши. Това може да се извърши по различни начини

##### *2.1.2.1 Гравитационно утаяване*

Един от тях, най-често използван в практиката е чрез гравитационно утаяване в делителна фуния (Фиг. 7).



**Фиг. 7** Делителна фуния за разделяне на хидрозол.

Поради малкото количество на полученото масло, последното не може добре да се отдели от водата само чрез делителната фуния. Маслото се отделя с известно количество вода. Получената смес се поставя в специална епруветка с конично дъно. На следващия ден след престояване маслото се изтегля прецизно чрез медицинска спринцовка с игла от дъното на епруветката и се притегля на електронната везна.

#### ***2.1.2.2 Течно-т ечна екст рация***

Основната съставка на карамфиловото масло е евгенол. Той е разтворим в известна степен във вода и следователно една част от етеричното масло ще остава във водата - образува се хидрозол. За да се минимизира загубата на масло, последното може да се извлече по-пълно от водата чрез течно-течна екстракция. Екстрагентите, които се използват трябва да са неразтворими във вода, но да разтварят маслото. След направена литературна справка [13] като екстрагент е избран дихлорметан. Дихлорметанът е практически неразтворим във вода и не образува стабилна емулсия с водата. Това означава, че при прибавяне на дихлорметан във вода се образуват два ясно обособени слоя. Горен слой вода и тежък (долен) слой – дихлорметан. Дихлорметанът има ниска температура на кипене, т.е. той е летлив и лесно се регенерира чрез изпарение под вакуум.

Полученият от експеримента дестилат се прехвърля в делителна фуния и на 125 mL дестилат се добавят 15 mL дихлорметан (по литературни данни [20]). Сместа се разклаща добре, за да протече екстракцията на разтваряне на маслото. След това се оставя за няколко минути и се отделя долният течен слой, който представлява смес от дихлорметан и масло. Процедурата се повтаря три пъти, т.е. извършва се тристепенна екстракция кръстосан ток. На всяка степен се добавя едно и също количество свеж екстрагент.

Първоначално водно-маслената емулсия има бял мътен цвят поради диспергираните капчици масло във водата. Извличането на маслото от водата означава избистряне на последната. Използваното количество на екстрагента дихлорметан и броя степените на течната екстракция (в случая три) не са точно фиксирани. Екстракцията се провежда до избистряне на полученият горен (воден) слой. Това означава, че маслото от водно-маслената емулсия е извлечено и водата се избистря.

#### ***2.1.2.3 Сушене с безводен нат риев сулфат .***

След извличане на маслото получената смес от масло и дихлорметан съдържа известно количество вода. Поради това тази смес има мътно бял цвят. Налице е емулсия от втори тип – полярна течност (вода) диспергирана в неполярна среда (дихлорметан + масло). За да се разруши тази емулсия течната смес се суши чрез използване на сол - безводен  $Na_2SO_4$  (анхидрид). Солта е във вид на много малки частици, почти като прах и е силно хидроскопична. Добавянето на безводен  $Na_2SO_4$  към сместа дихлорметан, масло и вода отнема (свързва) водата и се отделя във вид на утайка. Утайката представлява набъбнал натриев сулфат. При



отделянето на водата се разрушава емулсията и течността се избистря. Количеството на добавяната сол зависи от количеството на водата в течната смес. Натриевия сулфат се добавя в излишък докато течността се избистри. Обезводнената смес от дихлорметан и масло се отделя от  $Na_2SO_4$  чрез гравитационно филтруване.

#### ***2.1.2.4 Получаване на чисто о масло и регенерация на дихлорметана.***

Изсушената смес от масло и дихлорметан се подлага за изпаряване във вакуум изпарител, при което дихлорметана като по-летлив се отделя като пари и течната фаза остава чисто масло. Температурата на кипене на дихлорметана при налягане  $1 atm$  е  $39.6^{\circ}C$ . При прилагане на вакуум дори и при стайна температура дихлорметанът се отделя много бързо в парите, като не успява да кондензира в хладника на вакуум-изпарителя и се губи. Поради това вакуум изпарителя се използва без да се създава вакуум (при налягане  $1 atm$ ), като течността се загрява до  $50^{\circ}C$ . Така получените пари на дихлорметана кондензират и по този начин екстрагента се регенерира, като остатък в течната фаза е чисто масло. Изпаряването продължава до тогава докато престане да се отделя кондензат (дихлорметан) в хладника на вакуум-изпарителя.

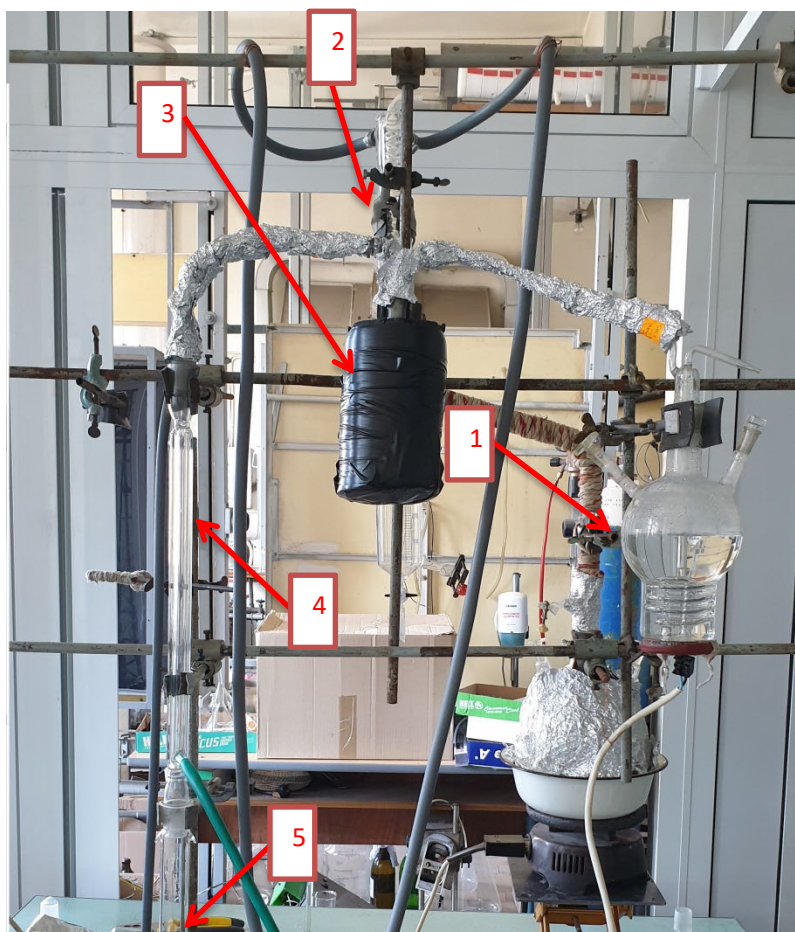
Полученото по този начин масло съдържа все пак малки количества дихлорметан. Затова то се прелива в стъклено петри и се оставя отворено за едно денонощие при стайна температура, за да се отделят от него и малките остатъци от дихлорметан.

Тъй като дихлорметанът е летлив при разклащане част от него се отделя като пари и се повишава налягането в делителната фуния. Затова след всяко разклащане да се извършва отваряне на делителната фуния отгоре.

## **2.2 Дестилацията с водна пара**

### ***2.2.1. Експериментална инсталация***

При дестилацията с водна пара етеричното масло се извлича от предварително генерирана водна пара, която преминава през слой от суровината. На **Фиг. 8** е показана разработената експериментална инсталация.



**Фиг. 8** Опитна инсталация за получаване на етерично масло чрез дестилация с водна пара.

Водната пара се генерира в парогенератора 1, където с помощта на контрол върху нагревателя се определя нейното количество. След това по изолирания паропровод 2 парата попада в дъното на резервоара за начална суровина 3. Там тя преминава през слой от растителната суровина. Топлината и парата проникват в растителната суровина, разрушават частично структурата на клетките на растителния материал и по този начин се освобождава етеричното масло. Молекулите на етеричното масло заедно с парата преминават през охлаждащ съд 4, където те се превръщат в течна форма и се събират в резервоар за продукти 5.

### ***2.2.2. Получаване на карамфилово масло чрез парна дестилация.***

При провеждане на процеса за получаване на карамфилово етерично масло чрез парна дестилация е използвана опитната постановка показана на **Фиг.8**. За целта 100 g твърда фаза се поставя в резервоара за начална суровина 3, показан на **Фиг.8**. Основните параметри, които влияят върху общия добив и качествата на полученото масло са същите както при хидродестилацията. Така два основни параметъра се следят по време на този процес:

- количеството отделен дестилат за единица количество начална суровина [mL/g];

- скоростта на изпарение на водата, респективно дебита на парата и съответно на получавания дестилат [ $mL/min$ ].

Проведени са експерименти, при които са отделяни съответно по 200, 300 и 400 mL дестилат. Загръването на колбата се регулира чрез промяна в захранващото напрежение към нагревателя на колбата, регулирано чрез реостат. Експериментите са извършени при две степени на захранващото напрежение, съответно 160 и 180 V.

Първоначално се поставят 100 g твърда фаза в резервоара 3 и се отделя съответно 200, 300 и 400 mL дестилат – три екперимента.

Същите експерименти са повторени при захранващото напрежение 180 V.

Така, общият брой на експериментите е 6. За проверка възпроизводимостта на резултатите някои от експериментите са проведени два пъти.

### 3. Основни резултати и изводи

Основните резултати и съответната дискусия са представени в две части. Първо са представени резултатите от експериментите за получаване на карамфилово етерично масло чрез парна и хидродестилация, когато маслото е извличано от водно-маслената емулсия чрез течно-течна екстракция. Това позволява сравняване на двата начина за получаване на масло и обективни изводи относно тяхната целесъобразност.

След това са представени и сравнени резултатите за получаване на карамфилово масло чрез хидродестилация, но когато маслото се отделя чрез гравитационно утаяване и чрез течно-течна екстракция.

#### 3.1. Основни резултати и изводи за хидро и парна дестилация.

Основните резултати от проведените експерименти за получаване на карамфилово етерично масло чрез хидро и парна дестилация са представени в таблица 2.

**Таблица 2.** Основни резултати.

БВид дестилация	Начано количество карамфил	Количество получен дестилат	Отношение Карамфил/Дестилат [ $g/ml$ ]	% mass	$\rho [g/cm^3]$
Хидро	50g	250	0,2	7,302	1,0541
Хидро	50g	300	0,167	11,714	1,0525
Хидро	50g	400	0,125	10,62	1,0631
Парна	100g	400	0,4	2,331	1,0568
Парна	100g	600	0,6	4,986	1,0575

Тези резултати са свързани основно с оптимизиране на методиката и условията за получаване на етеричното масло, а не с самият състав и характеристики на маслото. Във връзка с това е извършено измерване на плътността на полученият продукт представена в последната колона на таблицата. От представените резултати се вижда, че плътността на полученото при отделните експерименти масло е практически еднаква  $\rho \approx 1.057(g/cm^3)$ , което добре се съчетава с данни от литературата [2].

По отношение на скоростта на извършване на процеса бе установено, че при константни други параметри и използване на двете скорости на дестилация, респективно интензивност на загряването (две степени на захранващото напрежение, съответно 160 и 180 V) се получават приблизително едни и същи количества масло и в двата случая на хидро и парна дестилация. Установено бе, че при по-ниската скорост, респективно при по-слабо загряване (подаване на ток с напрежение 160 V) се извършва по стабилно и хомогенно водене на процеса, както и по лесен контрол на останалите параметри. Освен това при водене на парната дестилация на висока скорост 180 V още в началото се извличат замърсяващи маслото вещества, което води до оцветяване на маслото и невъзможност то да бъде получено в чист вид. Така от гледна точка на парната дестилация само бавната скорост е възможна. Поради това ние препоръчваме като оптимална при по-ниска скорост на водене на процеса при захранване с 160 V.

Основният параметър определящ оптимизацията процеса е свързан с количество начална суровина съответстваща на количеството получен дестилат [g/mL]. В таблица 2 този параметър е обозначен като отношение Карамфил/дестилат. Това отношение варира  $0.125 \div 0.2 g/ml$  за хидродестилацията и  $0.4 \div 0.6 g/ml$  за парната дестилация. Това което основно зависи от това отношение е тоталният добив на етерично масло от единица начално количество твърда фаза. Този добив е пресметнат като масови проценти масло получено от единица начална суровина. Получените резултати (таблица 2) показват, че оптималното отношение Карамфил/Дестилат е  $0.167 g/ml$  за хидродестилацията и  $0.6 g/ml$  за парната дестилация. При тези отношения полученото масло чрез хидродестилация представлява 11,714 мас% от началното количество вещество. Това добре се съчетава с литературните данни [1], които посочват добив около 10 мас%. При парната дестилация получените добиви са значително по-ниски – 4,986 мас%. Това е свързано с факта, че при проникване на парата и топлината в растителната суровина с парата се извличат и редица други вещества освен основните съставки на маслото. Това са различни дъбилни вещества, висши алкохоли и др. които оцветяват полученият дестилат в кафяв цвят показан на **Фиг. 9**.



**Фиг. 9** Получен дестилат при парна дестилация на карамфилови пъпки.

При опит да се отдели маслото от тази водно-маслена емулсия по описания в т.2.1.4 начин се получава разрушена емулсия от три слоя показана на Фиг.10.



**Фиг. 10** Разрушена трислойна емулсия.

Сместа от дихлорметан и карамфилово масло е съсредоточена в най-долният слой на емулсията. Тази смес беше отделена от емулсията и след това чрез изпарение на дихлорметана се получи чистото карамфилово масло. Средният слой съдържа значително количество карамфилово масло, дихлорметан и част от страничните извлечени с парата вещества. Направените опити да се отдели чисто карамфиловото масло от този слой бяха неуспешни. Най-горният слой е съставен

най-вече от вода и допълнително извлечените с парата вещества. Той почти не съдържа карамфилово масло. По този начин чисто масло не може да се получи само от най-долният слой на разрушената емулсия. Една голяма част от маслото остава в средния слой и не може да се извлече в чист вид. Ето защо добивът на масло чрез парна дестилация отнесен за единица количество начална суровина е 4,986 мас%, което е почти наполовина на този получен чрез хидродестилация 11,714 мас%. Така експериментите безспорно показаха, че по-практично е карамфиловото масло да се добива чрез хидродестилация.

Окончателно може да се каже, че проведените експерименти за лабораторно получаване на карамфилово етерично масло чрез хидро и парна дестилация показват, че по целесъобразно е използването на хидродестилация, като по този начин се достига добив на масло от 11,714 *mass%*. Оптимизирането на останалите параметри за процеса на хидродестилация показват: оптималното отношение Карамфил/Дестилат е 0.167 *g/ml*; използване на по-ниска скорост на дестилация (загряване при напрежение 160V).

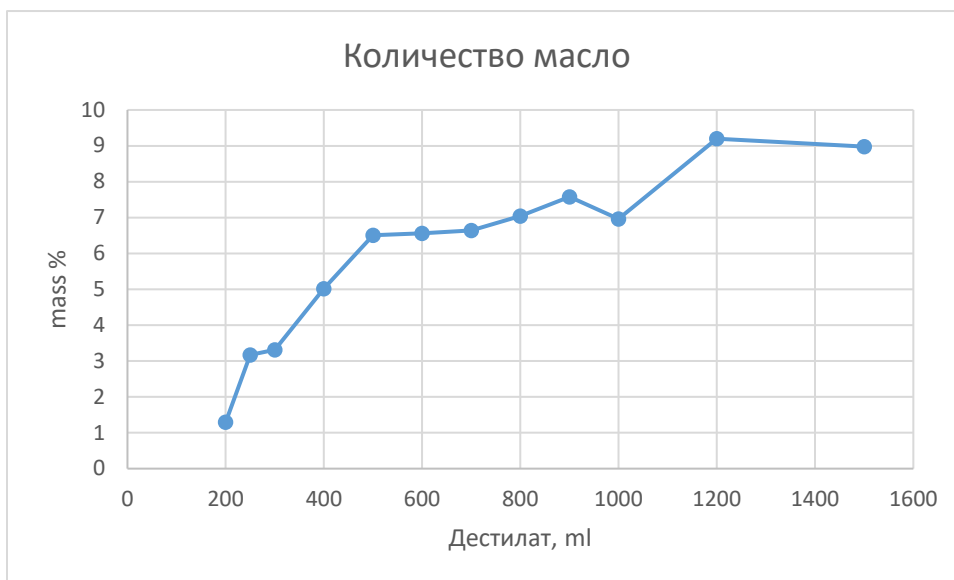
### **3.2. Основни резултати и изводи за хидродестилация при различни техники за отделяне на маслото.**

В точка 3.1 са представени резултатите за хидро и парна дестилация чрез отделяне на маслото посредством течно-течна екстракция с дихлорметан. Тук ще бъдат представени резултатите за получаване на масло чрез хидродестилация и последващо гравитационно утаяване и отделяне на маслото. Тези резултати са сравнени с резултатите от хидродестилация, при която маслото се отделя чрез течно-течна екстракция.

На **фиг.11** са представени резултатите при отделяне на маслото чрез гравитационно утаяване. От фигурата се вижда, че колкото повече дестилат се отделя, толкова повече масло се извлича от единица суровина. Тази тенденция е особено силна до към 500 *ml* дестилат, след което се запазва но с по-малка интензивност.

Тъй като етеричното масло, което може да се извлече от дадена суровина е някакво крайно количество, то би следвало след неговото тотално извличане в дестилата да е невъзможно извличане на повече масло. Това означава, че при водене на процеса след отделяне на определено количество дестилат, в който е съсредоточено максималното количество масло от единица суровина, колкото и допълнително дестилат да отделяме повече масло няма да се извлече, тоест при кондензация парите ще съдържат само вода. Тъй като маслото е разтворимо във вода, то увеличаването на нейното количество ще доведе до намаляване на крайното количество масло, което може да се отдели в чист вид чрез гравитационно утаяване. Казано с други думи при прилагане на техниката „гравитационно утаяване“ за извличане на карамфилово масло би следвало с увеличаване количеството на дестилата да нараства и количеството на маслото до определена максимална стойност, след което количеството на маслото

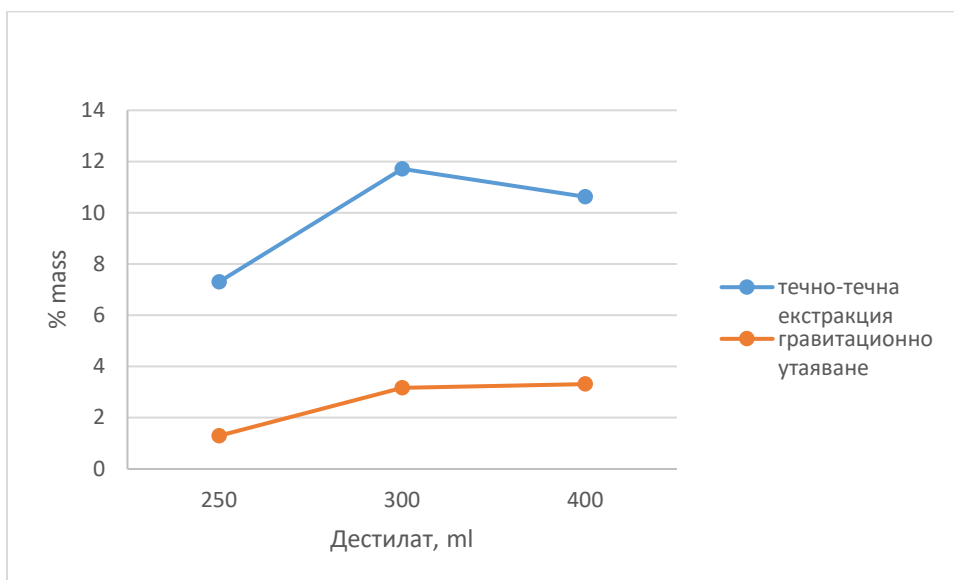
трябва да започне да намалява. Това се потвърждава и от получените в тази дипломна работа експериментални резултати.



Фиг. 11 Количество масло получено чрез гравитационно утаяване.

От **фиг. 11** се вижда, че количеството на маслото нараства до 9.182 *mass%* при 1200ml дестилат, след което при 1500ml намалява. От тази гледна точка оптималното количество дестилат за 50g суровина е 1200 ml.

На **фиг. 12** е показано сравнение между резултатите получени при отделяне на карамфиловото масло чрез течно-течна екстракция и гравитационно утаяване.

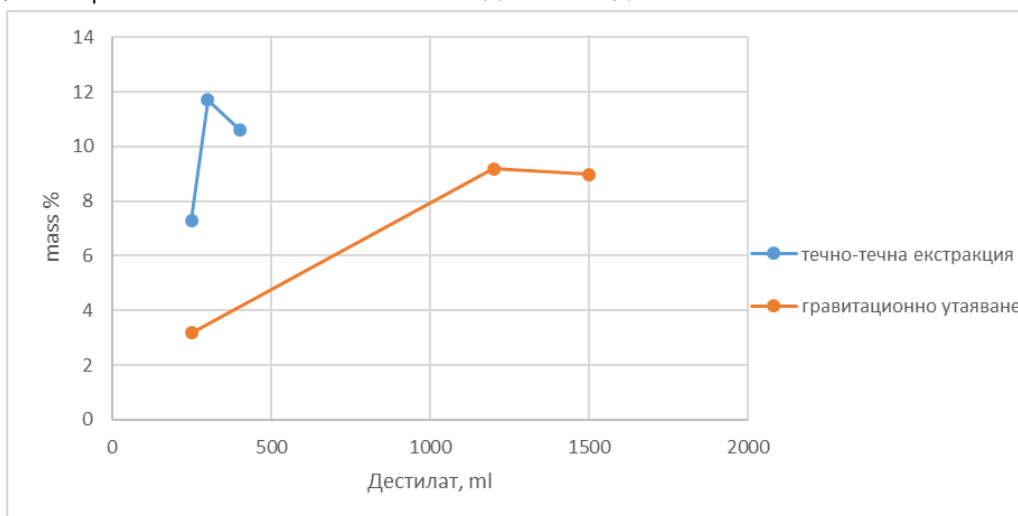


Фиг. 12 Сравнение на резултати от хидродестилация при течно-течна екстракция и гравитационно утаяване.

Експериментите са проведени при еднакви условия, т.е. еднакво количество начална суровина, еднакъв интензитет на нагряване. От фигурата се вижда, че за едни и същи количества дестилат маслото извлечено чрез екстракция с дихлорметан е два до три пъти повече от това отделено чрез гравитационно утаяване. Този резултат е логичен и очакван във връзка със значителната разтворимост на евгенола (основната съставка на карамфиловото масло) във вода. Така при гравитационното утаяване една значителна част от маслото остава разтворено във водата и не може да бъде извлечено.

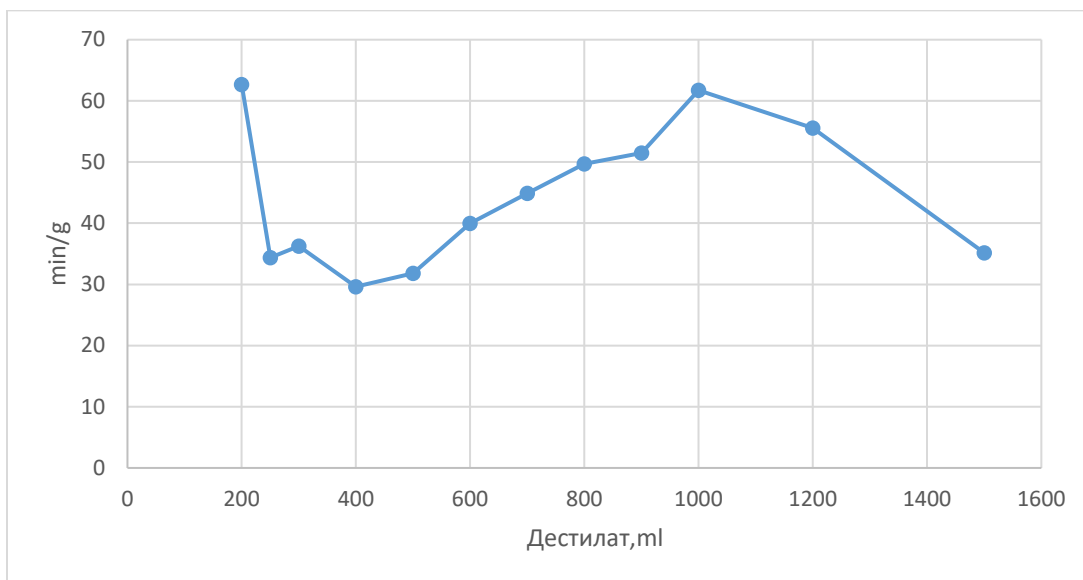
Оттук може да се заключи, че от гледна точка на общия добив на маслото от единица начална суровина извлечането му чрез дихлорметан е по-изгодно. Провеждането на течно-течната екстракция в промишлени условия е свързано с допълнителна апаратура и разходи по поддръжката и екстракцията. Това от своя страна оскъпява крайният продукт – чисто масло. При процеса на екстракция маслото се третира с допълнителни химикали - дихлорметан и безводен натриев сулфат. Това води до замърсяване на крайния продукт с тези вещества. Въпреки, че дихлор метана се отделя и регенерира чрез дестилация, а натриевият сулфат се отстранява чрез филтруване, все пак малки количества от тези вещества остават в маслото. Карамфиловото масло получено по този начин според международните стандарти е негодно за хранителни цели, което понижава неговата цена. Така полученото масло се използва за направата на фармацевтични продукти (кремове, мазила) и нехранителни цели. Полученото масло без добавяне на химикали, само чрез гравитационно утаяване е годно за директна консумация и влиза в състава на редица хранителни вещества и лекарства. Поради това в практиката в промишлени условия се предпочита карамфиловото масло да се получава чрез гравитационно утаяване.

На **фиг. 13** са показани получените резултати при извличане на маслото по двата начина, но с различно количество на отделения дестилат.



**Фиг.13** сравнителни резултати при различни количества дестилат





**Фиг.14** Енергийна зависимост

На **фиг.14** минутите съответстват на количеството изразходена енергия, при която инсталацията е работила при определена мощност. Колкото повече е времето, толкова повече енергия е изразходена за грам масло.

## V. Изводи

1. Направена е литературна справка относно начините и апаратурите използване за получаване на етерични масла от растителни суровини. На тази база е избран методът на дестилация за получаване на масло в лабораторни условия.
2. Извършен е подробен литературен обзор на дестилационните методи, апаратури и добри практики за получаване на етерични масла от растителни суровини.
3. На базата на литературни данни като суровина за получаване на етерично масло чрез дестилация в лабораторни условия са подбрани пъпки от карамфилово дърво.
4. По литературни данни е направена характеристика на използваната суровина във връзка с получаване, разпространение, химичен състав, приложение и ползи.
5. Окомплектована е лабораторна инсталация за хидродестилация. Инсталацията е използвана успешно за провеждане на експерименти по дестилация за получаване на етерично масло от цветни пъпки на дървесен карамфил и отделяне на маслото в чист вид чрез гравитационно утаяване.
6. В резултат на предварително проведени експерименти за получаване на етерично масло от цветни пъпки на дървесен карамфил чрез хидродестилация и дестилация с пряка пара е направена съпоставка и на двата технологични подхода. Резултатите показват, че дестилацията с пряка пара е нецелесъобразна.
7. В резултат на това са проведени експерименти за получаване на етерично масло от карамфилови пъпки чрез хидродестилация, като са сравнени двата метода за отделяне на маслото от получената водно-маслената емулсия чрез гравитационно утаяване и течно-течна екстракция.
8. Резултатите показват, че от гледна точка на употребата на карамфиловото масло, както и по отношение на неговата крайна цена е по-целесъобразно последното да се получава в чист вид чрез гравитационно утаяване.
9. В резултат на това са проведени допълнителни експерименти за уточняване на оптималните параметри при получаване на етерично масло от

карамфилови пъпки чрез хидродестилация. Определени са оптимални стойности за количеството отделен дестилат за единица количество начална суровина 1200 [ml/g]; оптимално загряване при водене на процеса чрез подаване на захранващо напрежение от 160V.

## VI. Използвана литература

1. Hanif, M. A., Nisar, S., Khan, G. S., Mushtaq, Z., & Zubair, M. (2019). Essential oils. *Essential Oil Research*, 3–17.
2. Асенов, И. и др. Фармакогнозия. С., Медицина и физкултура, 1989.
3. Cortés-Rojas, D. F., de Souza, C. R., & Oliveira, W. P. (2014). Clove (*syzygium aromaticum*): A precious spice. *Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine*, 4(2), 90–96.
4. Chatterjee, D., & Bhattacharjee, P. (2014). Use of eugenol-lean clove extract as a flavoring agent and natural antioxidant in mayonnaise: Product characterization and Storage Study. *Journal of Food Science and Technology*, 52(8), 4945–4954.
5. Илиева, С. и др. Известия на центр. научноизследов. инст. по Растениевъдство, БАН, 1960, кн.9, с 197-222.
6. Демьянов, Нилов, Вильямс. Эфирные масла, их состав и анализ, 1938
7. Георгиев, Е.В. Технология на естествените и синтетични ароматични продукти. Пловдив, ВИХВП, 1980
8. Георгиев, Е.В., Д.Н.Димитров, М.И. Ангелкова. Справочник за специалиста от ароматичната и козметичната промишленост. С., Техника, 1989.
9. Георгиев, Е.В, Н.С. Генов. Научни трудове на ВИХВП-Пловдив, 1973, Тхх, СВ3, С. 209-207.
10. Fujisawa, S., & Murakami, Y. (2016). Eugenol and its role in chronic diseases. *Advances in Experimental Medicine and Biology*, 45–66.
11. Генова, Е.А. Балинова. Известия на ботан.институт БАН, 1970, кн XX, с. 151-164.
12. Khalil, A. A., Rahman, U. ur, Khan, M. R., Sahar, A., Mehmood, T., & Khan, M. (2017). Essential oil eugenol: Sources, extraction techniques and nutraceutical perspectives. *RSC Advances*, 7(52), 32669–32681.
13. Фельш, М. Производство и преработка ефирных масел, 1933
14. Еленков, Д. Процеси и апарати в химическата промишленост, С. Техника, 1970.
15. Жилинский, С. Производство ефирных масел.
16. Hamed, S. F., Sadek, Z., & Edris, A. (2012). Antioxidant and antimicrobial activities of clove bud essential oil and eugenol nanoparticles in alcohol-free microemulsion. *Journal of Oleo Science*, 61(11), 641–648.
17. Илиева, С. Лекарствени култури. С., Замиздат, 1967.
18. Nurdjannah, N., & Bermawie, N. (2012). Cloves. *Handbook of Herbs and Spices*, 197–215.
19. Маджарова, Д. и др. Растения- подправки. С., Земиздат
20. Кустова. С.Д. Справочник по ефирным маслам. М., Пищевая промышленность, 1978.
21. Tongnuanchan, P., & Benjakul, S. (2014). Essential oils: Extraction, bioactivities, and their uses for Food Preservation. *Journal of Food Science*, 79(7).
22. Parle, Milind & Khanna, Deepa. (2010). Clove: A champion spice. *International Journal of Research in Ayurveda and Pharmacy*. 2.
23. Огнянов, И. Известия на института по химия, БАН, 1975, т. 8, кн.1, с. 101-114.
24. Огнянов, И., Д. Иванов. Годишник на Соф. университет, физико-математически факултет, химия, 1956/1957, кн.3, с. 113-134.

25. Павлов, К. Нашите лечебни, етерични и подправни растения. С., Земиздат, 1950.
26. Павлов, К., П. Романков, А. Носков. Примери и задачи по процеси и апарати в химичната технология. С, Техника, 1983.
27. Пиатти. Рекуперация летучих растворителей, 1934.
28. Рутовский, Б.Н. Эфирные масла, 1931.
29. Santos, A. L., Chierice, G. O., Alexander, K. S., Riga, A., & Matthews, E. (2009). Characterization of the raw essential oil eugenol extracted from *syzygium aromaticum* L. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 96(3), 821–825
30. Толева, П., Д. Димитров. Ръководство по парфюмерия. Пловдив, ВИХВП, 1976.
31. Hussain, Shahid & Rehman, Rafia & Mushtaq, Ayesha & El Zerey-Belaskri, Asma. (2017). Clove: A review of a precious species with multiple uses. 11. 129-133.
32. Топалов, В. Етеричномаслени и лекарствени култури. Пловдив, Хр. Р. Данов, 1962
33. Ulanowska, M., & Olas, B. (2021). Biological properties and prospects for the application of Eugenol—a review. *International Journal of Molecular Sciences*, 22(7), 3671.
34. Фридман, Р.!. Парфюмерия. М, Пищепромиздат, 1955.