



Experimental Study Extraction Active Ingredients of Eryngium Billardieri Using Supercritical Carbon Dioxide

M. Bornas¹, N. Esfandiari^{2*}

1- M. Sc. Student of Chemical Engineering, Department of Chemical Engineering,
Marvdasht Branch, Islamic Azad University, Marvdasht, Iran

2- Assistant Professor of Chemical Engineering, Department of Chemical Engineering,
Marvdasht Branch, Islamic Azad University, Marvdasht, Iran

Email: esfandiari_n@miau.ac.ir

Abstract

Recently, supercritical fluids have been introduced as a suitable environment for extraction. Supercritical carbon dioxide is one of the most commonly used supercritical fluids due to its cheapness, toxicity, inseparability, environmental compatibility, and extraction operations at low temperatures. Low critical temperatures of carbon dioxide have led to its widespread use as a suitable solvent for temperature-sensitive substances such as food and pharmaceuticals. In this study, using supercritical carbon dioxide, extraction of active compounds of Eryngium Billardieri was investigated. In this regard, experiments were conducted on operating the pressure (110, 130 and 150 times), temperature (35, 40 and 45 °C), time (30, 50 and 70 minutes), and the particle size (0.075, 0.1, and 0.2 mm) using Taguchi design in Minitab software. The highest efficiency was obtained under operating conditions of 40 °C, the pressure of 150 bar, the particle size of 0.075 mm, and the time of 50 minutes. Also, using GC-MS test data, the most synthesized material is Di Iso Octyl Ester.

Received: 15 July 2021

Accepted: 21 September 2021

Page Number: 52-62

Keywords:

Supercritical Fluid
Extraction,
Carbon Dioxide,
Eryngium Billardieri,
Active Ingredient

Please Cite this Article Using:

Bornas, M., Esfandiari, N., "Experimental Study Extraction Active Ingredients of Eryngium Billardieri Using Supercritical Carbon Dioxide", Iranian Chemical Engineering Journal, Vol. 21, No. 122, pp. 52-62, In Persian, (2022).



مطالعه آزمایشگاهی استخراج مواد مؤثره از گیاه بوقناق با استفاده از سیال فوق بحرانی

مجید برناس^۱، نادیا اسفندیاری^{۲*}

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد مهندسی شیمی، گروه مهندسی شیمی، واحد مرودشت، دانشگاه آزاد اسلامی، مرودشت، ایران
۲- استادیار مهندسی شیمی، گروه مهندسی شیمی، واحد مرودشت، دانشگاه آزاد اسلامی، مرودشت، ایران

پیام نگار: esfandiari_n@miau.ac.ir

چکیده

تاریخ دریافت: ۱۴۰۰/۰۴/۲۴
تاریخ پذیرش: ۱۴۰۰/۰۶/۳۰
شماره صفحات: ۵۲ تا ۶۲

کلیدواژه‌ها:

استخراج فوق بحرانی،
دی‌اکسید کربن،
گیاه بوقناق،
مواد مؤثره

بیش از سه دهه است که سیالات فوق بحرانی به‌عنوان یک محیط مناسب برای استخراج معرفی شده است. دی‌اکسید کربن فوق بحرانی به‌دلیل ارزانی، سمی نبودن، اشتعال ناپذیری، سازگاری با محیط زیست و انجام عملیات استخراج در دماهای پایین، از متداول‌ترین سیالات فوق بحرانی مورد استفاده است. دمای پایین بحرانی دی‌اکسید کربن، باعث استفاده گسترده از آن به‌عنوان حلال مناسب برای مواد حساس به دما مثل مواد غذایی و دارویی شده است. در این پژوهش با استفاده از دی‌اکسید کربن فوق بحرانی استخراج ترکیبات مؤثره گیاه بوقناق بررسی شد. در این راستا آزمایش‌هایی در فشار عملیاتی (۱۱۰، ۱۳۰ و ۱۵۰ بار)، دمای (۳۵، ۴۰ و ۴۵ درجه سلسیوس)، زمان (۳۰، ۵۰ و ۷۰ دقیقه) و اندازه ذرات (۰/۱، ۰/۲ و ۰/۷۵ میلی‌متر) با استفاده از طراحی آزمایش به‌روش تاگوچی در نرم‌افزار مینی‌تب طراحی و انجام شد. بیشترین راندمان در شرایط عملیاتی دما ۴۰ درجه سانتیگراد، فشار ۱۵۰ بار، اندازه ذره ۰/۷۵ میلی‌متر و زمان ۵۰ دقیقه به دست آمد. هم‌چنین با استفاده از داده‌های تست GC-MS بیشترین ماده سنتز شده *Di Iso Octyl Ester* است.

* مرودشت، دانشگاه آزاد اسلامی واحد مرودشت

استناد به مقاله:

برناس، م.، اسفندیاری، ن.، "مطالعه آزمایشگاهی استخراج مواد مؤثره از گیاه بوقناق با استفاده از سیال فوق بحرانی"، نشریه مهندسی شیمی ایران، سال بیست و یکم، شماره ۱۲۲، صص. ۵۲-۶۲. (۱۴۰۱).

۱. مقدمه

استخراج فوق بحرانی، روشی نو و کارآمد در فرایندهای جداسازی است [۱]. سیالات فوق بحرانی با توجه به دما و فشار بالاتر از نقطه بحرانی دارای خصوصیات ویژه‌ای هستند و در این شرایط خواص غیرمعمولی از قبیل تراکم‌پذیری بالا، چگالی شبه‌مایع، نفوذ بالا و گران‌روی کم دارند. سیال فوق بحرانی برای دامنه وسیعی از کاربردهای صنعتی از قبیل تصفیه روغن‌های روان‌ساز، جداسازی کافئین از قهوه، استخراج رازک و ساختن پلیمرها پیشنهاد شده است [۲].

در بین سیالات مختلف فوق بحرانی یکی از مرسوم‌ترین سیالات مورد استفاده برای استخراج فوق بحرانی دی‌اکسید کربن است. دلیل این امر خصوصیات دی‌اکسید کربن است. از جمله این خصوصیات می‌توان به غیر قطبی، غیر سمی، غیر قابل اشتعال، غیر قابل انفجار، ارزانی، سهولت در حذف، دما و فشار بحرانی مناسب (۳۱ درجه سلسیوس و ۷۳ اتمسفر) اشاره کرد. استخراج با استفاده از دی‌اکسید کربن فوق بحرانی به‌جای روش‌های مرسوم نظیر استخراج با حلال و روش مکانیکی در استخراج روغن‌ها- که کاستی‌هایی هم‌چون بالابودن نقطه جوش، نزدیک‌بودن نقطه جوش مواد مورد نظر با نقطه جوش حلال، حساسیت مواد به دمای بالا، تأمین و بازیابی حلال و موارد دیگر دارد- طرفدار یافته است. از برتری‌های دیگر استفاده از سیال فوق بحرانی در استخراج، می‌توان به قدرت نفوذ بالا، جلوگیری از واکنش‌های نامطلوب، جلوگیری از هدررفتن مواد حساس به دما، اشاره کرد [۳].

سهم عمده‌ای از تحقیقات استخراج با سیال فوق بحرانی را گونه‌های گیاهی به‌خود اختصاص می‌دهند [۴]. پورتو^۱ و همکاران در سال ۲۰۱۷ اقدام به استخراج پلی‌فنل‌ها از دانه‌های انگور با استفاده از سیال فوق بحرانی دی‌اکسید کربن کردند. شرایط عملیاتی آن‌ها در فشارهای ۸۰، ۱۰۰ و ۱۲۰ بار، سرعت جریان سیال فوق بحرانی ۴، ۲ و ۶ کیلوگرم بر ساعت، درصد حلال‌ها ۱۰، ۱۵ و ۲۰ درصد وزنی بود. بیشترین بازدهی در شرایط عملیاتی فشار ۸۰ بار، سرعت جریان ۶ کیلوگرم بر ساعت و ۲۰ درصد وزنی برابر با ۷/۱۲۳٪ به دست آمد [۵]. لیو^۲ و همکاران در سال ۲۰۱۸ ترکیبات فنلی سیر را با استفاده از روش استخراج فوق بحرانی استخراج کردند. آن‌ها

توانستند تا در شرایط دمایی ۴۵ درجه سلسیوس و مدت زمان ۹ دقیقه ۱۵ ترکیب فنلی را استخراج کنند [۶].

لای^۳ و همکاران در سال ۲۰۱۶ با استفاده از سیال فوق بحرانی دی‌اکسید کربن عصاره گانودرما^۴ را از این گیاه استخراج کردند [۷]. کروز^۵ و همکاران در سال ۲۰۲۰ عصاره ریشه گیاه یاکن^۶ را با استفاده از سیال فوق بحرانی دی‌اکسید کربن استخراج کردند. بیشترین ترکیب استخراج‌شده اتیل‌استات بود که در شرایط فشار ۹ مگاپاسکال و سرعت جریان ۱/۵ میلی‌متر در دقیقه به‌دست آمد [۸]. کایاتی^۷ و همکاران در سال ۲۰۲۰ چربی هسته انبه را با استفاده از سیال فوق بحرانی دی‌اکسید کربن استخراج کردند. مشخصه‌های عملیاتی در نظر گرفته‌شده عبارت بود از فشار ۳۰ تا ۵۰ مگاپاسکال، دما ۴۰ تا ۶۰ درجه سلسیوس و سرعت جریان سیال فوق بحرانی ۱۰ تا ۳۰ گرم بر دقیقه. در این پژوهش بالاترین بازده ۳/۳۸ درصد وزنی در شرایط دمای ۴۰ درجه سلسیوس، فشار ۵۰ مگاپاسکال و سرعت جریان جرمی ۳۰ گرم بر دقیقه به‌دست آمد [۹].

در جدول (۱) تعدادی از پژوهش‌ها در استخراج مواد باارزش از گیاهان، با استفاده از سیال فوق بحرانی و مشخصه‌های تأثیرگذار بر آن‌ها آورده شده است. در بیشتر موارد از دی‌اکسید کربن به‌عنوان سیال فوق بحرانی استفاده شده است.

گیاه بوقناق (شکل (۱)) در نقاط مختلف دنیا رشد می‌کند. از جمله مناطقی که رویش این گیاه گزارش شده است، می‌توان آمریکای جنوبی و خاورمیانه را نام برد. رویش این گیاه در کشورهای خاورمیانه هم‌چون ایران، ترکیه و لبنان شده است. این گیاه دارای رویش بیابانی و وحشی است. در ایران در دامنه کوه‌های البرز و زاگرس می‌روید. دم‌کرده آن برای بیماری‌های معده و کبد مفید است. مسهل است و ریشه آن خون‌ریزی را بند می‌آورد و زخم را التیام می‌بخشد. جوشانده آن در درمان احتباس ادرار، درمان سنگ کلیه، قطع قاعدگی و قولنج‌های کبدی مؤثر است [۲۲]. با توجه به نتایج مطالعات ذکر شده و فواید گیاه بوقناق، در این پژوهش به مطالعه آزمایشگاهی استخراج مواد مؤثره از گیاه بوقناق با استفاده از سیال فوق بحرانی پرداخته و چهار مشخصه دما، فشار، اندازه ذره و زمان در سه سطح بررسی شد.

3. Li
4. Ganoderma
5. Cruz
6. Yaon
7. Kayathi

1. Porto
2. Liu

جدول ۱. مروری بر مواد استخراج شده با سیال فوق بحرانی

Table 1. Review on extraction via supercritical fluid

Matherial	Supercritical fluid	Pressure (bar)	Temperature (°C)	Time (min)	Particle size (mm)	Ref
grape seed	Carbon dioxide+ethanol	80-120	40		0.5-2	[5]
Ganoderma lucidum		216-384	31.9-52.1	18-222		[7]
yacon	Carbon dioxide+ethyl acetate	90-130	40			[8]
Mango Kernel	Carbon dioxide	300-500	40-60			[9]
Carob Plant	Carbon dioxide	150, 180, 210	35, 45, 55	30	0.1, 0.2, 0.4	[10]
Francoeuria Undulata	Carbon dioxide	150, 175, 200	35, 45, 55	30	0.074, 0.149, 0.21	[11]
scrophularia striata boiss	Carbon dioxide	150, 180, 210	35, 45, 55	40	0.1, 0.2, 0.4	[12]
Eryngium billardieri	Carbon dioxide	100-300	35-55		0.45-1.05	[13]
Portulaca oleracea	Carbon dioxide	80-240	40-60		0.45-1.05	[14]
Cnidoscolus quercifolius	Carbon dioxide n-Hexane	200-300 Boiling point	40-60	120 360		[15]
apple pomace	Carbon dioxide	200, 300	45, 55	120		[16]
cucurbitacin	Carbon dioxide	150-250	40-60	30-120		[17]
Wheat Bran	Carbon dioxide	250	40			[18]
Arctic charr side	Carbon dioxide	200-450	40, 80			[19]
Cannabis	Carbon dioxide	250	37	180, 240		[20]
Baru seed	Carbon dioxide	150-350	35, 45			[21]

اطراف روستای بردج شهر شیراز در استان فارس تهیه شده است. مختصات جغرافیایی تهیه گیاه، طول جغرافیایی ۵۲/۷۲۱۹۲ و عرض جغرافیایی ۵۷۳۰۵۷۳/۶۲۰۲۹ است. اتانول مورد استفاده در این پژوهش اتانول ۹۶٪ شرکت زکریای جهرم و ساخت ایران است. دی کلرومتان مورد استفاده با درجه خلوص ۹۹٪ و ساخت شرکت مجلی کشور ایران است. سامانه استخراج به کمک حلال فوق بحرانی متشکل از تجهیزاتی مانند پمپ، کمپرسور، کندانسور، سیلندر دی اکسید کربن، آون، سل استخراج، تعدادی شیر، گیج فشار و اتصالات دیگر است (شکل (۲)).



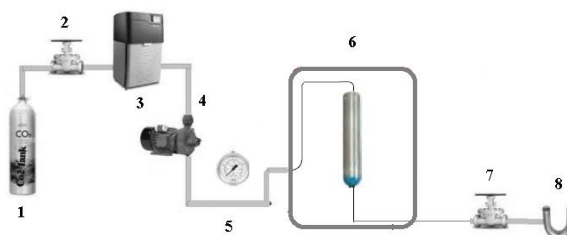
شکل ۱. گیاه بوقناق.

Figure 1. Eryngium billardieri plant.

۲. مواد و روش ها

۱-۲ مواد اولیه و دستگاه ها

گل ها و ساقه گیاه بوقناق مورد نیاز برای آزمایش از کوهستان های



شکل ۲. تجهیزات دستگاه استخراج با سیال فوق بحرانی: (۱) مخزن دی‌اکسید کربن، (۲) شیر یک طرفه، (۳) کندانسور، (۴) پمپ، (۵) فشارسنج، (۶) آون و سل استخراج، (۷) شیر تخلیه، (۸) لوله U شکل.

Figure 2. The supercritical fluid extraction device: (1) carbon dioxide cylinder, (2) valve, (3) condenser, (4) pump, (5) pressure gage, (6) oven and extraction cell, (7) drain valve, (8) u tube.

در این پژوهش برای آنالیز عصاره‌های گرفته‌شده از گیاه بوقناق از دستگاه Agilent 6890 N در آزمایشگاه تحقیقاتی شیمی تجزیه دانشگاه آزاد اسلامی واحد مرودشت استفاده شده است. این دستگاه ساخت کشور آمریکا و دامنه خروجی آن $1/6$ Amu است و محدوده تشخیص آن 400 نانوگرم (اسکن کامل) و 10 نانوگرم (دمش گاز) است. نیتروژن به‌عنوان گاز حامل با سرعت $1/4$ میلی‌لیتر بر دقیقه استفاده شده است. نمونه اسانس گیاه به مقدار 1 میکرولیتر با مد Split Les به نسبت 25 به 1 به دستگاه تزریق شده است. دمای آون در ابتدا 50 درجه سلسیوس بوده که با سرعت 120 درجه سلسیوس در دقیقه به 290 درجه سلسیوس افزایش پیدا کرده و به مدت 10 دقیقه در این دما باقی مانده است.

۲-۲ روش انجام آزمایش

گیاه بوقناق در دمای اتاق خشک، آسیاب و با الک سایزبندی شد. برای هر آزمایش مقدار 20 گرم گیاه درون توری نگهدارنده ریخته شد. سل استخراج به ارتفاع 23 سانتی‌متر، قطر داخلی $2/8$ سانتی‌متر و قطر بیرونی $3/5$ سانتی‌متر است. توری درون سل استخراج قرار گرفت. دمای آون تنظیم شد و سل درون آون قرار گرفت. گاز دی‌اکسید کربن از کپسول، خارج و از یخچال سردکننده استفاده شد تا دی‌اکسید کربن به مایع تبدیل شود. در این حالت دی‌اکسید کربن قابلیت فشرده‌شدن به وسیله پمپ را دارد. دی‌اکسید کربن که به فشار فوق بحرانی رسید، به مدت تعیین‌شده به وسیله طراحی آزمایش با دبی 3 میلی‌لیتر بر دقیقه در تماس با

گیاه قرار گرفت. پس از این مدت زمان استاتیک، زمان دینامیکی به مدت 60 دقیقه در نظر گرفته شد. در مدت زمان دینامیک، شیر خروجی دستگاه باز شد. اسانس استخراج‌شده موجود در محفظه استخراج همراه با دی‌اکسید کربن از سل خارج و جمع‌آوری شد. برای به‌دست‌آوردن درصد بازده هر کدام از آزمایش‌های انجام‌شده با سیال فوق بحرانی، میزان مواد استخراج‌شده بر میزان گیاه خشک، تقسیم و در صد ضرب شد.

۲-۳ طراحی آزمایش

طراحی آزمایش با نرم‌افزار مینی‌تب با روش تاگوچی در سه سطح برای چهار فاکتور دما (35 تا 45 درجه سلسیوس)، فشار (110 تا 150 بار)، اندازه ذرات (0.075 تا 0.2 میلی‌متر) و زمان دینامیک (30 تا 70 دقیقه) بررسی شد. در جدول (۲) مقادیر این مشخصه‌ها آمده است.

جدول ۲. مشخصه‌های آزمایش.

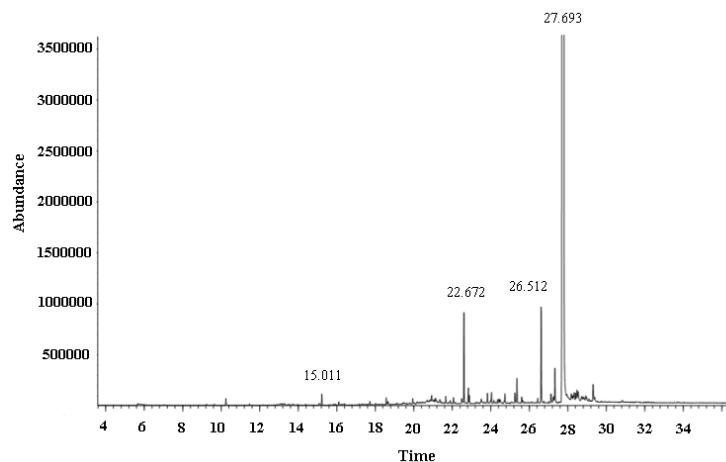
Table 2. Experiment Parameters.

Temperature (°C)	Pressure (bar)	Particle size (mm)	Time (min)
35	110	0.075	30
40	130	0.1	50
45	150	0.2	70

۳. بحث و نتیجه‌گیری

۳-۱ آنالیز مواد موجود در اسانس

برای بررسی ترکیبات مؤثره استخراج‌شده از گیاه بوقناق و همچنین بررسی کیفی و کمی عصاره، شناسایی نام و نوع این ترکیبات از آنالیز طیف‌سنج جرمی استفاده شد. با بررسی پیک‌های طیف‌سنج جرمی تعداد 20 ترکیب مؤثره از عصاره گیاه بوقناق استخراج و شناسایی شد. این ترکیبات عموماً متابولیت‌های ثانویه‌اند که در صنعت داروسازی از اهمیت بسیار زیادی برخوردار هستند. شایان ذکر است که بیشترین ماده استخراج‌شده از عصاره گیاه بوقناق Di iso octyl ester با نام آبوپاک 1,2-Benzendicarboxylic acid است. در شکل (۳) نتیجه آنالیز طیف‌سنج جرمی نمونه ماده مؤثره استخراج‌شده از عصاره گیاه بوقناق در شرایط بهینه با روش استخراج با سیال فوق بحرانی نشان داده شده است.



شکل ۳. طیف‌های خروجی از دستگاه GC-MS در شرایط بهینه.

Figure 3. spectroscopy of GC-MS device in optimum conditions.

در جدول (۳) نام و درصد ترکیبات مؤثره شناسایی شده از عصاره گیاه بوقناق آورده شده است.

جدول ۳. مهم‌ترین ترکیبات شناسایی شده.

Table 3. The most important compounds identified.

No.	(%)	Compound
1	97.884	Di iso octyl ester
2	0.93	Triphenil phosphate
3	0.248	Terephthalic acid
4	0.188	Iso decyl diphenyl ester
5	0.154	Hexadecanoic acid
6	0.125	Oxazin amin
7	0.116	Phthalic acid
8	0.355	other

چنان‌که مشاهده می‌شود بیشترین ماده استخراج شده از عصاره گیاه بوقناق Di iso octyl ester با نام آیوپاک 1,2-Benzendicarboxylic acid است. شایان ذکر است که از ترکیبات شناسایی شده دیگر می‌توان به Heptacosane، 2-ethyl، 1-hexanol و 2-pentanone,5,5-diethoxy و غیره اشاره کرد. در جدول (۴) درصد استخراج هر آزمایش حساب و آورده شده است.

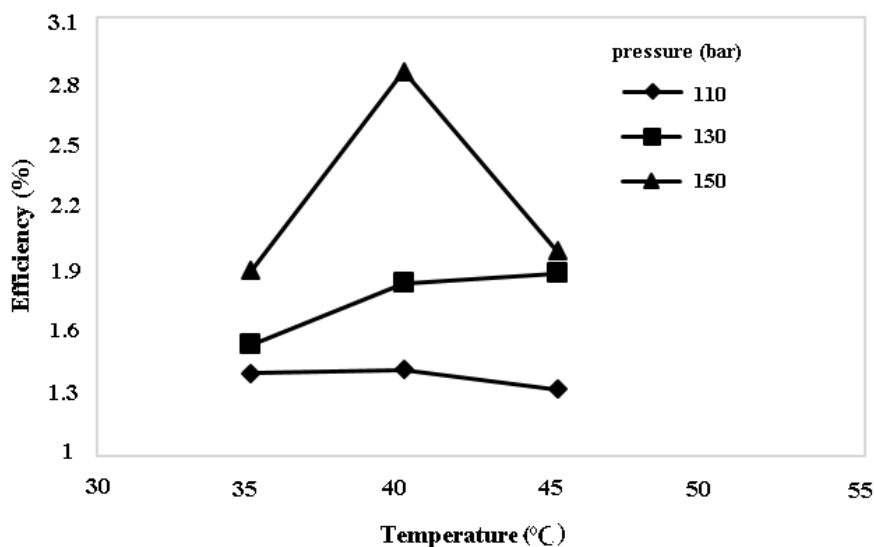
جدول ۴. نتایج آزمایش‌ها.

Table 4. Experiments result.

Run	Time (min)	Particle size (mm)	Pressure (bar)	Temperature (°C)	Efficiency (wt%)
1	30	0.075	110	35	1.39797
2	50	0.1	130	35	1.53406
3	70	0.2	150	35	1.88689
4	70	0.1	110	40	1.41430
5	30	0.2	130	40	1.82743
6	50	0.075	150	40	2.83849
7	50	0.2	110	45	1.32132
8	70	0.075	130	45	1.87353
9	30	0.1	150	45	1.98128

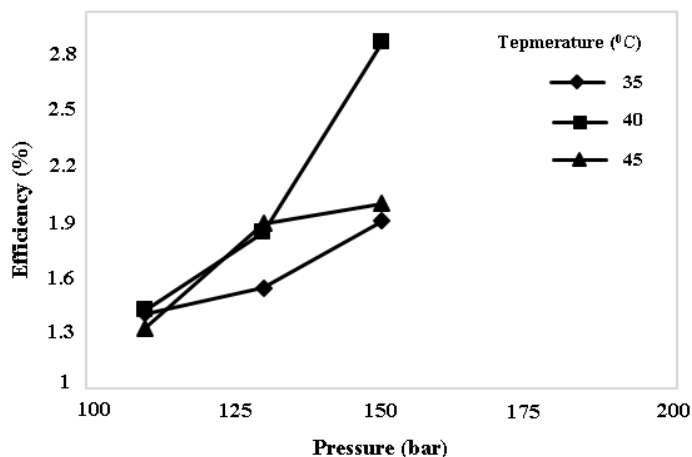
۲-۲ بررسی اثر دما بر میزان استخراج عصاره گیاه بوقناق
با افزایش دما، قدرت حلالیت و جرم حجمی دی اکسید کربن کاهش می یابد. از طرفی افزایش دما باعث بهبود خواص انتقالی مثل فشار بخار و فراریت ماده مؤثره در دی اکسید کربن می شود. در هر دمایی این دو پدیده در رقابت با یکدیگر قرار می گیرند و هر کدام غالب شود، کنترل کننده فرایند می شود. در دمای ۴۰ درجه سلسیوس اثر فشار بخار، اجزای غالب می شود. در دمای ۴۵ درجه سلسیوس اثر دما بر جرم حجمی غالب می شود [۱۰]. مولینا^۱ در پژوهش خود برای استخراج THC از شاهدانه، آزمایش های خود را در دماهای ۴۰ تا ۸۰ درجه سلسیوس انجام داد و به این نتیجه رسید که دمای ۶۰ درجه سلسیوس بالاترین میزان راندمان استخراج را دارد [۲۳]. در استخراج از گیاه کک گریز نیز همین روند مشاهده شد [۱۱]. در این پژوهش برای بررسی اثر دما بر میزان استخراج عصاره گیاه بوقناق دماهای ۳۵، ۴۰ و ۴۵ درجه سلسیوس در نظر گرفته و نتایج در شکل (۴) نشان داده شده است. از مقایسه آزمایش های انجام شده در شرایط دمای ۳۵، ۴۰ و ۴۵ درجه سلسیوس مشاهده شد که افزایش دما تا محدوده خاصی، باعث بهبود بازده می شود.

۳-۳ بررسی اثر فشار بر میزان استخراج عصاره گیاه بوقناق
برای بررسی اثر فشار بر میزان استخراج عصاره گیاه بوقناق فشارهای ۱۱۰، ۱۳۰ و ۱۵۰ بار در نظر گرفته شد. افزایش فشار، باعث افزایش راندمان استخراج می شود؛ زیرا جرم حجمی حلال افزایش می یابد و به نوبه خود باعث افزایش حلالیت دی اکسید کربن می شود. در تحقیقی که سالگین و همکارانش بر روی استخراج روغن گل آفتاب گردان با استفاده از دی اکسید کربن فوق بحرانی انجام دادند به این نتیجه رسیدند که با افزایش فشار از ۲۰ به ۶۰ مگاپاسکال میزان استخراج نیز افزایش یافته است. دلیل این افزایش را افزایش جرم حجمی ذکر کرده اند [۲۴]. با افزایش فشار، حلالیت افزایش می یابد و در نتیجه بازده را نیز افزایش می دهد. از سوی دیگر، چگالی مولکول های دی اکسید کربن فوق بحرانی در نزدیکی سطح ذره جامد افزایش می یابد و باعث افزایش نفوذ در ذره جامد و افزایش بازده استخراج می شود [۱۲]. در سایر پژوهش های استخراج با سیال فوق بحرانی روند مشابه دیده می شود [۱۵-۱۳] چنان که در شکل (۵) نیز پیداست، بالاترین راندمان در این پژوهش در فشار ۱۵۰ بار و دمای ۴۰ درجه سلسیوس حاصل شده است.



شکل ۴. بررسی اثر دما روی درصد استخراج با استفاده از سیال فوق بحرانی از گیاه بوقناق.

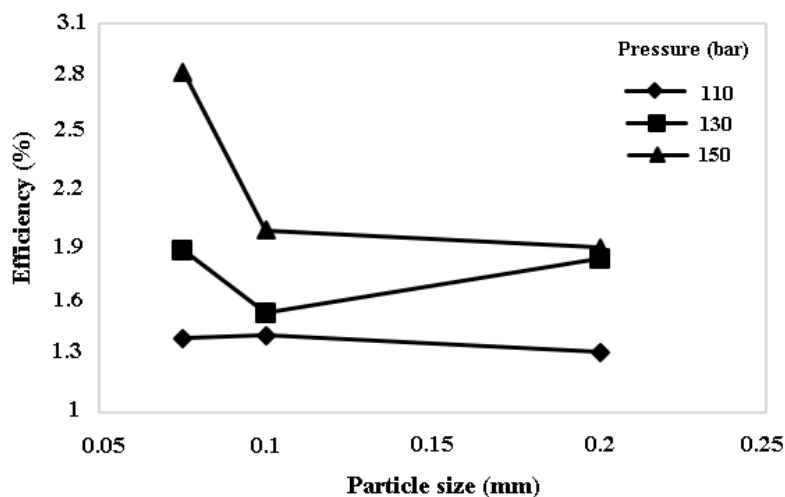
Figure 4. Effect of temperature on extraction efficiency using supercritical fluid from *eryngium billardieri*.



شکل ۵. بررسی اثر فشار روی درصد استخراج با استفاده از سیال فوق بحرانی از گیاه بوقناق.
 Figure 5. Effect of pressure on extraction efficiency using supercritical fluid from *eryngium billardieri*.

دانه‌ها بیشتر می‌شود و راندمان استخراج افزایش می‌یابد [۲۶]. افزایش بازده استخراج با کاهش اندازه ذرات در سایر مطالعات استخراج از گیاه کک گریز و خرنوب نیز دیده شد [۲۷-۲۹، ۱۱، ۱۰]. در این پژوهش پودرهایی به اندازه‌های ۰/۱، ۰/۲ و ۰/۷۵ میلی‌متر تهیه و بررسی شد. چنان‌که انتظار می‌رفت، مشاهده شد که با کاهش اندازه ذرات، راندمان استخراج افزایش پیدا کرد. در شکل (۶) می‌توان این نتایج را مشاهده کرد.

۳-۴ بررسی اثر اندازه ذرات بر میزان استخراج عصاره گیاه بوقناق
 کاهش اندازه ذرات به دلیل افزایش سطح تماس حلال با پودر گیاه تأثیر بسیار زیادی بر راندمان استخراج دارد [۲۵]. دوبا^۱ در پژوهش خود اثر اندازه ذرات را بر روی استخراج روغن از دانه‌های انگور در فرایند استخراج با سیال فوق بحرانی بررسی کرد. نتایج او نشان داد که با کاهش اندازه ذرات، نرخ استخراج و انحلال‌پذیری حلال در



شکل ۶. بررسی اثر اندازه ذره بر روی درصد استخراج با استفاده از سیال فوق بحرانی از گیاه بوقناق.
 Figure 6. Effect of particle size on extraction efficiency using supercritical fluid from *eryngium billardieri*.

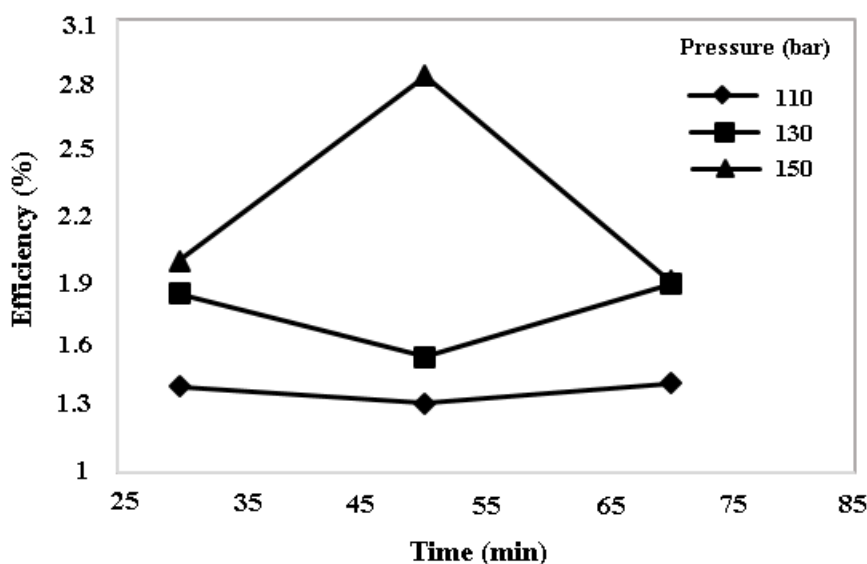
1. Duba

۵-۲ بررسی اثر زمان بر روی درصد استخراج

در شرایط بهینه، افزایش زمان در ابتدا باعث افزایش راندمان استخراج می‌شود؛ اما افزایش زمان از یک زمان خاص به بالا عملاً تأثیری بر راندمان استخراج ندارد. شا^۱ برای یافتن مدت زمان مناسب برای استخراج روغن ادویه پاپریکا آزمایش‌هایی را در زمان‌های ۶۰ تا ۱۸۰ دقیقه انجام داد. به این نتیجه رسید که بالاترین راندمان در مدت زمان ۹۰ دقیقه حاصل می‌شود [۳۰]. در این پژوهش برای بررسی اثر مدت زمان انجام فرایند استخراج بر میزان راندمان استخراج عصاره گیاه بوقناق با استفاده از سیال فوق بحرانی آزمایش‌ها در سه سطح زمانی ۳۰، ۵۰ و ۷۰ دقیقه انجام شد. مشاهده شد که ۵۰ دقیقه زمان مناسبی برای استخراج عصاره گیاه بوقناق با روش سیال فوق بحرانی است. در شکل (۷) می‌توان این نتایج را بر روی نمودار مشاهده کرد.

۴. نتیجه‌گیری

در این پژوهش تأثیر مشخصه‌های مختلف دما، فشار، زمان و اندازه ذرات هرکدام در سه سطح، بر روی استخراج عصاره گیاه بوقناق با استفاده از روش استخراج با سیال فوق بحرانی بررسی شد. افزایش دما تا دمای ۴۰ درجه سلسیوس می‌تواند به استخراج هرچه بیشتر عصاره گیاه بوقناق به روش استخراج با سیال فوق بحرانی کمک کند. کاهش اندازه ذرات در افزایش راندمان استخراج از اهمیت بسیار زیادی برخوردار است. دلیل این امر افزایش سطح تماس بین پودر گیاه و سیال فوق بحرانی است. بین سه اندازه ذره (۰/۰۷۵، ۰/۱ و ۰/۲ میلی متر) بررسی شده، بیشترین راندمان استخراج مربوط به اندازه ذرات ۰/۰۷۵ میلی متر بود. همچنین افزایش فشار به ۱۵۰ بار در دمای مشخص باعث افزایش راندمان استخراج شد. افزایش زمان از ۳۰ به ۵۰ دقیقه باعث افزایش راندمان استخراج می‌شود؛ اما افزایش زمان از ۵۰ به ۷۰ دقیقه عملاً تأثیری بر راندمان استخراج ندارد و از دقیقه ۵۰ به بعد شیب نمودار درصد استخراج، نزولی می‌شود.



شکل ۷. بررسی اثر زمان بر روی درصد استخراج با استفاده از سیال فوق بحرانی از گیاه بوقناق.

Figure 7. Effect of time on extraction efficiency using supercritical fluid from *eryngium billardieri*.

- [1] Dias, A. L. B., de Aguiar, A. C., Rostagno, M. A., "Extraction of natural products using supercritical fluids and pressurized liquids assisted by ultrasound: Current status and trends", *Ultrason. Sonochem.* Vol. 74, pp. 105584, (2021).
- [2] Ahangari, H., King, J. W., Ehsani, A., Yousefi, M., "Supercritical fluid extraction of seed oils – A short review of current trends", *Trends Food Sci. Technol.* Vol. 111, pp. 249-260, (2021).
- [3] Esfandiari, N., "Production of micro and nano particles of pharmaceutical by supercritical carbon dioxide", *The Journal of Supercritical Fluids*, Vol. 100, pp. 129-141 (2015).
- [4] Sampatrao, D. M., Kabir, D., "Supercritical Fluids in Separation and Purification: A review", *Mater. Eng. Technol.* Vol. 2, pp. 463-484, (2019).
- [5] Porto, C. D., Natolino, A., "Supercritical fluid extraction of polyphenols from grape seed (*Vitis vinifera*): Study on process variables and kinetics", *J. Supercrit. Fluids* Vol. 130, pp. 239-245, (2017).
- [6] Liu, J., Ji, F., Guo, W., Yang, M., Zhang, F., Liu, Y., "Determination of garlic phenolic compounds using supercritical fluid extraction coupled to supercritical fluid chromatography/tandem mass spectrometry", *J. Pharm. Bio. Anal.* Vol. 159, pp. 513-523, (2018).
- [7] Li, J., Zhang, X., Liu., "Supercritical carbon dioxide extraction of *Ganoderma lucidum* spore lipids", *LWT*, Vol. 70, pp. 16-23, (2016).
- [8] Cruz, P. N., Reis, P. M. C. L., Ferreira, S. R. S., Masson, M. L., Corazza, M. L., "Encapsulation of yacon (*Smallanthus sonchifolius*) leaf extract by supercritical fluid extraction of emulsions", *J. Supercrit. Fluids* Vol. 160, pp. 104815, (2020).
- [9] Kayathi, A., Chakrabarti, P. P., Bonfim-Rocha, L., Cardozo-Filho, L., Jegatheesan, V., "Selective extraction of polar lipids of mango kernel using Supercritical Carbon dioxide (SC-CO₂) extraction: Process optimization of extract yield/phosphorous content and economic evaluation", *Chemosphere*, Vol. 260, pp. 127639, (2020).
- [10] Esfandiari, H., Honarvar, B., Esfandiari, N., "Experimental Study of Extraction of Valuable Materials of Carob Plant with Use of Supercritical Fluid Combined with Ultrasonic Waves", *J. Iran. Chem. Eng.* Vol. 109, pp. 37-49, In Persian (2020)
- [11] Kasraei, M., Esfandiari, N., Honarvar, B., "Experimental Study Extraction Oil from *Francoeuria Undulata* Using Supercritical Carbon Dioxide", *J. Iran. Chem. Eng.* Vol. 110, pp. 33-41, In Persian (2020).
- [12] Vaeli, N., Honarvar, B., Esfandiari, N., Arab Aboosadi, Z., "A laboratory study on extracting active ingredients from *scrophularia striata* boiss using ultrasound-assisted supercritical fluid extraction technique", *South African J. Chem. Eng.* Vol. 35, pp. 111-117, (2021).
- [13] Sodeifian, G. H., Sajadian, S. A., Ardestani, N. S., "Experimental optimization and mathematical modeling of the supercritical fluid extraction of essential oil from *Eryngium billardieri*: Application of simulated annealing (SA) algorithm", *J. Supercrit. Fluids* Vol. 127, pp. 146-157, (2017).
- [14] Sodeifian, G. H., Ardestani, N. S., Sajadian, S. A., Moghadiamian, K., "Properties of *Portulaca oleracea* seed oil via supercritical fluid extraction: Experimental and optimization", *J. Supercrit. Fluids* Vol. 135, pp. 34-44, (2018).
- [15] Santos, K. A., da Silva, E. A., da Silva, C., "Supercritical CO₂ extraction of favela (*Cnidioscolus quercifolius*) seed oil: Yield, composition, antioxidant activity, and mathematical modeling", *J. Supercrit. Fluids* Vol. 165, p. 104981, (2020).
- [16] Ferrentino, G., Morozov, K., Mosibo, O. K., Ramezani, M., Scampicchio, M. "Biorecovery of antioxidants from apple pomace by supercritical fluid extraction", *Journal of Cleaner Production* Vol. 186 p. 253-261, (2018).
- [17] Liu, X. -Y., Ou, H., Gregersen, H., "Ultrasound-assisted supercritical CO₂ extraction of cucurbitacin E from *Iberis amara* seeds", *Ind. Crops Prod.* Vol. 145, p. 112093 (2020).
- [18] Rebolled, S., González-San José, M. L., Sanz, M. T., Beltrán S., Solaesa, A. G., "Bioactive Compounds of a Wheat Bran Oily Extract Obtained with Supercritical Carbon Dioxide", *Foods* Vol. 9, p. 625, (2020).
- [19] Semenoglou, I., Eliasson, L., Uddstål, R., Tsironi, T., Taoukis, P., Xanthakis, E., "Supercritical CO₂ extraction of oil from Arctic charr side streams from filleting processing", *Innovative Food Science & Emerging Technologies* Vol. 71, pp. 102712, (2021).
- [20] Qamar, S., Manrique, Y. J., Parekh, H. S., Falconer, J. R., "Development and Optimization of Supercritical Fluid Extraction Setup Leading to Quantification of 11 Cannabinoids Derived from Medicinal Cannabis", *Biology* Vol. 10, p. 481, (2021).
- [21] Chani-Paucar, L. O., Osorio-Tobon, J. F., Johner, J. C. F., Meireles, M. A. A., "A comparative and economic study of the extraction of oil from *Baru* (*Dipteryx alata*) seeds by supercritical CO₂ with and without mechanical pressing", *Heliyon* Vol. 7, p. e05971, (2021).
- [22] Zargari, A., "Medical Plants", Vol. 2, Tehran University, In Persian (1996).

- [23] Gallo-Molina, A. C., Castro-Vargas, H. I., Garzón-Méndez, W. F., Ramírez, J. A. M., Monroy, Z. J. R., King, J. W., Parada-Alfonso, F., "Extraction, isolation and purification of tetrahydrocannabinol from the Cannabis sativa L. plant using supercritical fluid extraction and solid phase extraction", *J. Supercrit. Fluids* Vol. 146, pp. 208-216, (2019).
- [24] Salgin, U., "Effect of jojoba seed oil using supercritical CO₂ + Ethanol mixture in green and high-tech separation process", *J. Supercrit. Fluids* Vol. 39(3), pp. 330-337, (2007).
- [25] Rai, A., Mohanty, B., Bhargava, R., "Supercritical extraction of sunflower oil, A central composite design for extraction variables", *Food Chem.* Vol. 192, pp. 647-659, (2016).
- [26] Duba, K. S. Fiori, L., "Supercritical CO₂ extraction of grape seed oil: Effect of process parameters on the extraction kinetics", *J. Supercrit. Fluids* Vol. 98, pp. 33-43, (2015).
- [27] Riera, E., Golás, Y., Blanco, A., Gallego, J. A., Blasco, M., Mulet, A., "Mass transfer enhancement in supercritical fluids extraction by means of power ultrasound", *Ultrason. Sonochem.*, Vol. 11, pp. 241-244, (2004).
- [28] Yang, Y. C., Wei, M. C., Hong, S. J., Huang, T. C., Lee, S. Z., "Development/optimization of a green procedure with ultrasound-assisted improved supercritical carbon dioxide to produce extracts enriched in oleanolic acid and ursolic acid from *Scutellaria barbata* D. Don", *Ind. Crops Prod.* Vol. 49, pp. 542-553, (2013).
- [29] Santos, M. P., Souza, M. C., Sumere, B. R., da Silva, L. C., Cunha, D. T., Bezerra, R. M. M., Rostagno, M. A., "Extraction of bioactive compounds from pomegranate peel (*Punica granatum* L.) with pressurized liquids assisted by ultrasound combined with an expansion gas", *Ultrason. Sonochem.* Vol. 54, pp. 11-17, (2019).
- [30] Shah, N. A., Prasad, R. V., Patel, B. B. "Optimization of Supercritical Fluid Extraction of Paprika (cv. Reshampatti) Oil, Capsaicin and Pigments", *Flavour and Fragrance J.* Vol. 35, pp. 469-477, (2020).