

## **4. Enkelladingsmikrogolfdestillasie**

### **4.1. Eksperimenteel**

#### **4.1.1. Insameling van plantmateriaal**

Plantmateriaal is versamel op dieselfde plek as wat alreeds beskryf is (Terblanché, 1995) en geen nuwe herbarium bewyseksemplaar is geliasseer nie omrede hierdie bepaalde plantkolonie reeds só verteenwoordig word. Insamelingsdatums verteenwoordig koel, bewolkte dae en was as volg:

Enkelladingsmikrogolfdestillasie: 12 April 1996, 7 Mei 1996 en 8 Januarie 1997

Karakterisering van olie (waterdestillasie): 18 Januarie 1996

Karakterisering van olie (mikrogolfdestillasie): 8 Januarie 1997

Lugdroë plantmateriaal is in al die eksperimente gebruik tensy anders vermeld, omdat dit meer hanteerbaar is en makliker gestoor is as vars plantmateriaal. Dit was nodig om van lugdroë plantmateriaal gebruik te maak omdat die eksperimente etlike maande geduur het en dit daarom nie moontlik was (a.g.v. seisoenale beskikbaarheid, afstand vanaf die plantmateriaalbron, stoormoeilikhede met die plantmateriaal, ens.) om vars materiaal op 'n deurlopende basis te gebruik nie.

#### **4.1.2. Samestelling van plantmateriaal**

Blare en blomhofies verteenwoordig die nuttige plantdele vir olieherwinning vanuit *L. scaberrima*. Versamelde plantmateriaal (18 Januarie 1996 en 8 Januarie 1997) is bestudeer oor 'n tydperk van 10 dae direk na insameling om vas te stel watter persentasie van die totale massa die blomhofies en blare gesamentlik verteenwoordig. Die massapersentasie plantmateriaal wat benut kan word op enige gegewe tydstip gedurende die progressiewe drogingsperiode is van kommersiële belang.

Plantmateriaal is gedroog tydens berging in 'n koel vertrek sonder direkte sonlig- of oormatige

lugvloei blootstelling ten einde versnelde uitdroging te verhoed. Omgewingstemperature tydens die drogingsfase is geneem om 14h00 daaglik en het gewissel tussen 293 en 301 K. Plantmateriaalsamestelling en -voginhoud gedurende progressiewe droging word getoon in Tabel 4.1.2.1.

**Tabel 4.1.2.1. : Samestelling en voginhoud van ingesamelde plantmateriaal gedurende progressiewe droging**

Dag	Massa takkies (g)	Massa blare en blomhofies (g)	Totale massa (g)	% Vog in takkies	% Vog in blare en blomhofies
0	1340 (21)	4930 (79)	6270	78	78
1	960 (25)	2900 (75)	3860	63	67
2	620 (26)	1740 (74)	2360	52	57
3	770 (27)	2060 (73)	2830	47	44
4	590 (28)	1490 (72)	2080	40	28
5	630 (31)	1410 (69)	2040	38	22
6	670 (31)	1460 (69)	2130	29	21
7	790 (35)	1450 (65)	2240	21	19
8	730 (34)	1440 (66)	2170	20	17
9	750 (35)	1370 (65)	2120	18	16
10	890 (34)	1700 (66)	2590	18	16

- Notas:
- (1) Dag 0 verwys na vars plantmateriaal.
  - (2) Die totale hoeveelheid plantmateriaal sorteer was 30690 g, oftewel 8740 g takkies en 21950 g blare en blomhofies.
  - (3) Waardes in hakies verwys na massapersentasies t.o.v. plantmateriaalsamestellings.

(4) Droging is uitgevoer by 383 K vir 24 uur en ca. 20 g plantmateriaal (voor droging) is gebruik vir elke bepaling.

Die totale massa biologiese materiaal wat elke dag per hand sorteer is neem af vanaf die eerste lesing omrede die plantmateriaal voginhoud voortdurend daal. Indien dieselfde *volumetriese* hoeveelheid plante op bv. dae 1 en 4 sorteer word is die massa van dag 4 se sortering heelwat minder a.g.v. 'n hoeveelheid vog wat aan die atmosfeer afgegee is. Die voginhoud bereik na 10 dae van droging onder atmosferiese toestande is vergelykbaar met dié verkry na 370 drogingsdae onder soortgelyke toestande; en wat as ewewigswaardes aanvaar word, nl.

% Vog in takkies na 370 drogingsdae:	13 %
% Vog in blare en blomhofies na 370 drogingsdae:	14 %

#### **4.1.3.Opskaling van waterdistillasieapparaat**

Die standaardmetode en -apparaat gebruik vir waterdistillasie (Terblanché, 1995) is aangewend in twee reekse eksperimente, as volg:

##### **Vars plantmateriaal (blare en blomhofies gemeng):**

Datums van eksperimentele lopies:	96/02/28 tot 96/03/19
Plant gebruik per lopies:	ca. 100 g
Water gebruik per lopies:	400 tot 500 ml
Totale hoeveelheid olie verkry:	11.0 g
Totale plantmateriaal gebruik:	1798 g
Massapersentasie opbrengs:	0.61 % (Vars materiaal basis)

##### **Lugdroë plantmateriaal (blare en blomhofies gemeng):**

Datums van eksperimentele lopies:	96/04/04 tot 96/04/15
Plant gebruik per lopies:	ca. 100 g
Water gebruik per lopies:	400 tot 500 ml
Totale hoeveelheid olie verkry:	11.5 g
Totale plantmateriaal gebruik:	1094 g

Massapersentasie opbrengs: 1.05 % (Droë materiaal basis)

Die vars plantmateriaal olie opbrengs, uitgedruk op 'n droë plantmateriaal basis, is 11.0/0.22(1798) 2.78 % omdat vars plantmateriaal 78% vog bevat soos vermeld in Tabel 4.1.2.1. Hierdie opbrengs is die hoogste olie opbrengs ooit verkry vanuit *L. scaberrima*. Die verklaring is dat vars plantmateriaal oor meer olie beskik as lugdroë plantmateriaal en dat die waterdistillasie lopie van etlike ure moontlik meer olie kan herwin as die mikrogolfmetode van enkele minute. Vars plantmateriaal kon egter nie deurlopend benut word in die studie nie soos genoem in paragraaf 4.1.1. Een van die doelstellings van hierdie studie was ook om mikrogolfdistillasie as produksiemetode van essensiële olies te evalueer en te ontwikkel en daarom, alhoewel die mikrogolfdistillasie olie opbrengs laer mag wees as die waarde hierbo verkry, is sodanige mikrogolfdistillasie ontwikkelingswerk nodig ten einde die twee metodes sinvol te kan vergelyk.

Met vars plantmateriaal is slegs sowat 0.6 ml olie per lopie verkry. Aangesien elke lopie o.a. voorbereiding en reiniging van die distillasieapparaat behels het en heelwat olie benodig is vir elke eksperimentele bepaling van 'n spesifieke fisiese of chemiese eienskap, is 'n metode benodig waarvolgens meer olie per lopie verkry kon word.

Om 'n groter hoeveelheid olie vir eksperimentele doeleindes te verkry is die standaardapparaat opgeskaal deur die 1000 ml rondebolfles te vervang met een met 'n kapasiteit van 5000 ml. Dieselfde bedryfsprosedures is gebruik vir die aangepaste apparaat en die volgende resultate is behaal:

**Vars plantmateriaal (blare en blomhofies gemeng):**

Datum van eksperimentele lopie:	96/04/02
Plant gebruik vir die lopie:	374.7 g
Water gebruik vir die lopie:	2000 ml
Totale hoeveelheid olie verkry:	2.1 g
Massapersentasie opbrengs:	0.56 % (Vars materiaal basis)

**Lugdroë plantmateriaal (blare en blomhofies gemeng):**

Datum van eksperimentele lopie:	96/04/23
Plant gebruik vir die lopie:	200.1 g
Water gebruik vir die lopie:	2000 ml
Totale hoeveelheid olie verkry:	2.0 g
Massapersentasie opbrengs:	1.00 % (Droë materiaal basis)

Bg. opbrengste is vergelykbaar met dié verkry met die standaardopstelling. Die aangepaste apparaat gevul met lugdroë plantmateriaal is gebruik om watergedistilleerde olie te verkry vir karakteriseringsdoeleindes. Lugdroë plantmateriaal word makliker geoes en is meer hanteerbaar.

**4.1.4. Invloed van verhouding water tot plantmateriaal gebruik by waterdistillasie**

Die invloed wat die verhouding water tot plantmateriaal gebruik uitoefen by waterdistillasie is weglaatbaar. Dit geld solank as wat daar genoeg water is om effektiewe olieherwinning te verseker, plantmateriaal nie verbrand nie, ens.

Om 'n werkbare verhoudingsgebied te bepaal is 'n reeks eksperimente uitgevoer waar die verhouding water tot plantmateriaal gebruik gewissel is. Die resultate word getoon in Tabel 4.1.4.1.

**Tabel 4.1.4.1. : Invloed van verhouding water tot plantmateriaal gebruik (Waterdistillasie)**

<b>Water gebruik per lopie (ml)</b>	<b>Totale plant gebruik (g)</b>	<b>Totale olie verkry (g)</b>	<b>% Olie opbrengs</b>
1750	1400.4	14.7	1.05
2000	1401.4	13.7	0.98
2250	1401.1	13.9	0.99
2500	1400.9	13.5	0.96

2750	1400.5	13.3	0.95
------	--------	------	------

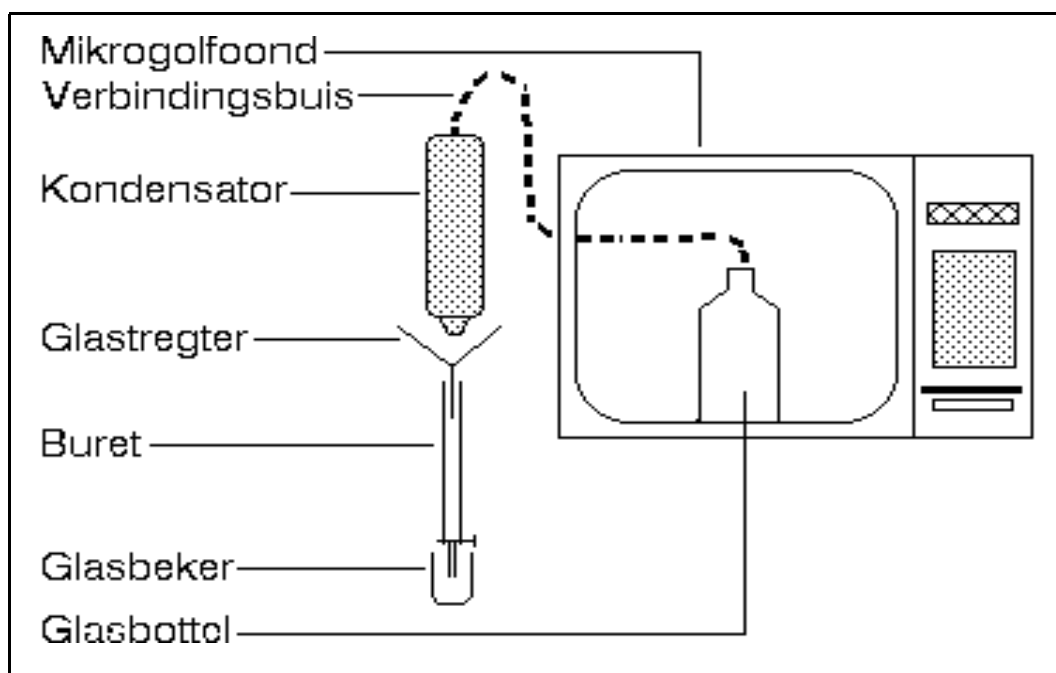
Nota: Sewe lopies is uitgevoer vir elke datapunt (96/05/28 tot 96/06/28) en  $200 \pm 0.2$  g lugdroë plantmateriaal is gebruik per lopies. Totale hoeveelhede plantmateriaal gebruik per eksperiment was  $7 \times 200 \pm 0.2$  g 1400 g.

Vir alle praktiese doeleindes het wisseling in die verhouding water tot plantmateriaal gebruik by waterdistillasie geen invloed op opbrengs nie. Opbrengsverskille kan die gevolg wees van plantsamestellingsverskille. Die verhouding blare tot blomhofies het gewissel per lopies en individuele plantdele (bv. 'n blomhofie) beskik nie oor 'n vaste, konstante olie-inhoud nie. In ca. 1400 g plantmateriaal behoort sodanige verskille 'n weglaatbare invloed te hê. Die afname in opbrengs getoon in die laaste kolom van Tabel 4.1.4.1. dui op massa-oordragsbeperkings wat 'n al groter rol begin speel.

#### **4.1.5. Standaard bedryfsprosedure**

Die enkelladingsmikrogolfdistillasieapparaat getoon in Figuur 4.1.5.1. is vir al die eksperimente gebruik. Geen beskrywing van die apparaat word hier verstrekk nie omrede die apparaat deeglik beskryf en toegelig is in die literatuur (Terblanché, 1995).

#### **Figuur 4.1.5.1. : Enkelladingsmikrogolfdistillasieapparaat**



Enkelladingsmikrogolfdestillatie het ten doel gehad sistematiese ondersoek van 'n aantal belangrike veranderlikes geïdentifiseer in hoofstuk twee. Elke eksperimentele datapunt se waarde is verkry deur die totale olie-opbrengs te neem van vyf eksperimentele lopies. Die standaard bedryfsprosedure waarvolgens 'n spesifieke loping uitgevoer is, was as volg:

1. Lugdroë plantmateriaal is afgeweg ( $40 \pm 0.1$  g) en die massa daarvan noteer. Die plantmateriaal het bestaan uit onverdeelde heel blare en blomhofies en was verteenwoordigend van die natuurlike verdeling wat daar in *L. scaberrima* bestaan tussen blare en blomhofies. Geen sortering om blare óf blomhofies te bevoordeel is uitgevoer nie.
2. Plantmateriaal is met 'n plastiectregter oorgedra na die binnekant van 'n 500 ml Schott reagensfles. Hierdie glasbottel het gedien as destillasiefles.
3. Gedistilleerde water (ca. 100 ml) is toegevoeg tot die fles m.b.v. 'n glasbeker en/of glastregter.
4. Die fles is in die mikrogolfoond geplaas en 'n rubberprop, geheg aan die silikonrubber verbindingsbuis wat die oond verlaat, is aan die bokant in die fles vasgedruk. Die seëlmetode het gedien as veiligheidsmeganisme (drukontlastingsklep) deurdat die rubberprop losgebreek het van die destillasiefles indien die druk binne-in die fles dit regverdig het. Sodanige gebeurtenis het gepaard gegaan met 'n skielike drukverlaging in

die distillasiefles en gelei tot verspreiding van plantmateriaal deur die hele oond. Resultate van só 'n lopie is nie gebruik nie.

5. Daar is bevestig dat die mikrogolfoond steeds op volle sterkte ingestel was en die oonddeur is toegemaak.
6. Daar is bevestig dat die tydmeganisme waarmee die tydsduur van irradiasie beheer is, op presies vyf minute ingestel was. Hierdie tydmeganisme is deurlopend gekontroleer ten einde betroubaarheid daarvan te bevestig.
7. Watertoevoer deur die kondensator het in aanvang geneem en daar is bevestig dat geen verstoppings, ens. teenwoordig was nie. Die watertoevoertempo was deurgaans genoegsaam om bykans volkome kondensasie van die dampmengsel in die kondensator te verseker ten einde olieverliese te minimeer.
8. Irradiasie het in aanvang geneem.
9. Kondensaat het deurlopend in die buret geskei in 'n essensiële olielaag wat bo-op 'n waterlaag gedryf het. Indien die vlak van die water- en olieskeiding te hoog gestyg het en die gevaar ontstaan het dat olie verlore kon gaan vanuit die buret, is water uitgelaat m.b.v. die buret se kraan.
10. Na vyf minute van irradiasietyd is ca. 100 ml gedistilleerde water op dieselfde wyse as voorheen tot die distillasiefles toegevoeg.
11. 'n Verdere vyf minute van irradiasie het plaasgevind.
12. Die oonddeur is oopgemaak en ca. 100 ml gedistilleerde water is weereens op dieselfde wyse as voorheen tot die distillasiefles toegevoeg.
13. Die finale vyf minute irradiasieperiode het in aanvang geneem nadat die rubberprop bo-in die distillasiefles geplaas en die oonddeur toegemaak is.
14. Na afloop van die laaste irradiasieperiode is die distillasiefles uit die mikrogolfoond gehaal en die plantmateriaal ontbloot van essensiële olie met 'n spatel daaruit verwyder; waarna die fles deeglik gewas, uitgespoel en onder atmosferiese toestande gedroog is.

Bg. metode verteenwoordig die standaardprosedure uitgevoer vir 'n enkele lopie. Die totale irradiasietyd was 15 minute (driekeer 5 minute irradiasieperiodes), totale water bygevoeg 300 ml (100 ml aanvanklik en twee latere byvoegings van 100 ml elk) en die totale hoeveelheid plantmateriaal gebruik ca. 40 g. Tydens só 'n lopie is verkoelingswatervloei deurgaans



gehandhaaf en nie gedurende watertoevoegings tot die fles onderbreek nie. Soortgelyk is oortollige water voortdurend uit die buret gelaat.

Wanneer water uit die buret gelaat word kleef 'n aantal oliemolekules aan die wande daarvan vas (adhesie) soos wat die skeidingsvlak tussen olie en water in die buret daal. Die uiteinde van hierdie vlugtige oliemolekules is die atmosfeer waar dit verlore is vir die resultate van die lopie. Om hierdie waargenome effek te minimeer is sorg gedra dat die skeidingsvlak so na as moontlik aan die buret se kraan as wat prakties haalbaar was gehou is. Bykomende tegniese inligting rakende die opstelling is in die literatuur (Terblanché, 1995) beskikbaar.

Om meer akkurate olie opbrengsbepalings te verseker het elke eksperiment bestaan uit vyf saamgevoegde eksperimentele lopies. Eksperimentele lopies is sover moontlik direk opeenvolgend uitgevoer sodat die totale hoeveelheid olie verkry vir vyf lopies alreeds saamgevoeg is in die buret. Die totale hoeveelheid plantmateriaal gebruik tydens 'n eksperiment was ca.  $5 \times 40 \text{ g} = 200 \text{ g}$ . Vir elke eksperimentele datapunt is 'n volledige eksperiment uitgevoer, m.a.w. elke datapunt verteenwoordig die olie-opbrengs verkry vanuit 200 g plantmateriaal.

Hierdie hoeveelheid plantmateriaal is doeltreffend geag ten einde wisseling tussen o.a. verskille in die verhouding blare tot blomhofies in afsonderlike lopies uit te skakel. Die olie-opbrengs vanuit 200 g plantmateriaal vir enige spesifieke stel eksperimentele toestande kan verder beskou word as 'n meer betroubare maatstaf van die werklike olie-inhoud van die plantmateriaal as wat die geval sou wees indien slegs 40 g plantmateriaal gebruik is. Bykomende motivering is die feit dat essensiële olies in relatiewe klein hoeveelhede in biologiese materiaal voorkom en t.o.v. die produk verkry onder bogemelde bedryfstoestande kan 'n hoeveelheid van selfs so min as 100 milligram 'n invloed op die resultate uitoefen.

Die olie-opbrengs van die vyf saamgevoegde lopies is uit die buret getap en m.b.v. herhaalde gedistilleerde water uitspoeling van die buret is verseker dat die totale hoeveelheid olie aanwesig in die buret so volledig as moontlik herwin is. Die moontlikheid van atmosferiese verdamping van oliemolekules uit die buret uit bestaan. Die eksperimentele opstelling toon egter duidelik dat die glastregter bo-in die buret wisselwerking tussen vlugtige oliemolekules en die atmosfeer tot

'n groot mate verhoed.

Die resulterende olie- en watermengsel is na 'n glasflessie met skroefprop oorgeplaas d.m.v. die buret se kraan. Die water is verwyder vanuit hierdie olie- en watermengsel soos beskryf in die literatuur (Terblanché, 1995: 56).

Sorg is gedra dat ongewenste chemiese reaksies, ensiematiese- en mikroörganisme aktiwiteit op die plantmateriaal en essensiële olie geminimeer word, tydens sowel as na plantmateriaalinsameling en olieherwinning. Die oesmetode vir verskillende plante en op verskillende datums het so eenvormig as moontlik geskied ten einde uniformiteit van plantmateriaal wat gebruik is vir distillasie-eksperimente te probeer handhaaf het. Slegs ooglopend gesonde plantmateriaal is ingesamel. Tydens bedryf van die eksperimentele lopies onder atmosferiese druk is gekontroleer dat daar eweredige verspreiding van biologiese materiaal in die distillasiefles was sowel as volledige en effektiewe dampkondensasie in die kondensator.

Die binnekoms van onsuiverhede in die sisteem in, op welke wyse ookal, is sover moontlik verhoed. Geen voorafbehandeling soos weking of sifting is uitgevoer nie tensy voorafbehandeling spesifiek vermeld word.

#### **4.1.6. Veranderlikes ondersoek**

Optimum essensiële olie kwaliteit is nie noodwendig vergelykbaar met maksimum olie-opbrengs nie. Ondersoek en interpretasie van die invloed van verskillende veranderlikes op olie-opbrengs lei tot meer effektiewe herwinning van oliekomponente. Voordat oliekwaliteitsontwikkeling kan geskied moet die invloed van belangrike veranderlikes t.o.v. die opbrengs eers bepaal word.

Die standaard eksperimentele bedryfsprosedure is deels gewysig vir bepaling van die invloed van enige spesifieke veranderlike ten einde daardie veranderlike te akkomodeer. Bv., irradiasietydsduur het gewissel tydens ondersoek na die invloed van irradiasietyd op opbrengs. Al die ander aspekte betrokke by die standaard bedryfsprosedure is onveranderd gehandhaaf. Wysigings rakende die standaard bedryfsmetode word hierna afsonderlik aangetoon vir elkeen van die veranderlikes ondersoek.

#### **4.1.6.1.Irradiasietydsduur**

Die enigste aanpassing wat gemaak is t.o.v. die standaard bedryfsprosedure is dat nie van drie 5 minute irradiasieperiodes per lopie gebruik gemaak is nie. Irradiasietye het gewissel vanaf 2 minute per keer (6 minute totale irradiasietyd per lopie) tot 8 minute per keer (24 minute totale irradiasietyd per lopie) met intervalle van 1 minuut per keer (3 minute per lopie) tussen eksperimente. Elke eksperiment het bestaan uit vyf lopies uitgevoer by 'n totale irradiasietyd van 6 minute lopies, 9 minute lopies, ens.

#### **4.1.6.2.Verhouding water tot plantmateriaal gebruik**

Die verhouding water tot plantmateriaal gebruik vir die standaard prosedure was 100 ml/40 g = 2.5 ml water per gram plantmateriaal. Al wysiging wat nodig was was om die hoeveelheid water (wat driemaal bygevoeg is tydens 'n lopie) te wissel. 'n Water tot plantmateriaal gebruik verhouding van 1.25 ml/g dui daarop dat 50 ml water driemaal (in totaal 150 ml) bygevoeg is gedurende 'n enkele distillasielopie. Water tot plantmateriaal gebruik verhoudings is ondersoek in die gebied 1.25 tot 3.125 ml water/g plantmateriaal.

#### **4.1.6.3.Voginhoud van plantmateriaal**

Die standaard bedryfsprosedure maak gebruik van lugdroë plantmateriaal. Ten einde die invloed van die plantmateriaal se voginhoud net voor distillasie t.o.v. olie-opbrengs te ondersoek is plantmateriaal gebruik wat oor verskillende hoeveelhede vog beskik het. Vars plantmateriaal is toegelaat om wisselende voginhoudswaardes te bereik deur die mate van lugdroging wat dit ondergaan te beheer. By elke eksperimentele punt is 'n reeks lopies uitgevoer en die voginhoud bepaal volgens die metode genoem in Nota (4) onderaan Tabel 4.1.2.1. Die totale voginhoudsgebied tussen vars en lugdroë plantmateriaal is ondersoek.

#### **4.1.6.4.Hersirkulering van water**

Gedurende distillasie word die waterfraksie van die distillaat wat in die buret versamel voortdurend verwyder. Die samestelling van die distillaat waterfraksie is gewysig vanaf gedistilleerde water wat tot die oond toegevoeg is aan die begin van 'n lopie tot water wat wateroplosbare oliekomponente en ander ekstraheerbare hidrofiliese verbindings bevat. By hersirkulasie is hierdie distillaatwater tot die plantmateriaal in die mikrogolfoond toegevoeg, en wel as volg: Vir bv. 20 % hersirkulasie is 20 ml distillaatwater tesame met 80 ml gedistilleerde water tweekeer toegevoeg tydens elkeen van die vyf lopies wat by 20 % hersirkulasie uitgevoer is. Die eerste irradiasietydperk van vyf minute is vir al die lopies uitgevoer deur slegs gedistilleerde water te gebruik, waarna 'n mengsel van gedistilleerde- en distillaatwater tweekeer bygevoeg is.

Minder as 70 ml water het afgedistilleer in die eerste vyf minute van irradiasie en vir hoër hersirkulasie persentasies kon gevolglik nie genoeg water herwin word vanuit die buret gedurende die eerste irradiasieperiode nie. Die distillaatwater van vorige eksperimente is benut om die hoeveelheid distillaatwater wat toegevoeg moes word tot op die vereiste waarde aan te vul.

Hierdie maatreël het verseker dat die gebied tussen 0 en 100 % hersirkulasie ondersoek kon word.

#### **4.1.6.5. Verdelingsgraad van plantmateriaal**

Verdelingsgraad verwys na die fisiese grootte van die plantmateriaal brokstukke waaruit olie herwin word. Heel plantmateriaal is vir die standaard lopie gebruik. Fisiese verkleining van plantmateriaal is uitgevoer deur dit met 'n meganiese aangedrewe lem te kerf. Hierna is dit gesif in verskillende groottefraksies waarna distillasie van die onderskeie fraksies so spoedig as moontlik in aanvang geneem het. Distillasie het direk gevolg na groottereduksie om olieverliese aan die omgewing te minimeer.

#### **4.1.6.6. Byvoeging van oppervlakspanningsmodifiseerder**

Om hierdie veranderlike te ondersoek is gebruik gemaak van fyn verdeelde plantmateriaal (1 mm < plantdeel 2.36 mm), omdat elke plant brokstukkie dien as 'n kokingskern. Te fyn verdeelde materiaal (< 1 mm) het te heftig opgekook en is meegesleur saam met die damp om die buret te verstop. Heel (onverdeelde) plantmateriaal benodig weer nie 'n oppervlakspanningsmodifiseerder vir suksesvolle distillasielopies nie. Plantmateriaal is voorberei soos genoem in paragraaf 5.2.5., en is soortgelyk aan die materiaal wat 370 dae tevore gekerf was. (Die plantmateriaal voorbereidingsmetode en ander inligting rakende hierdie veranderlike verskyn in hoofstuk 5 omrede oppervlakspanningsmodifisering veral van toepassing is in kontinue sisteme, alhoewel die effek daarvan met die enkelladingsapparaat ondersoek is.)

Verskillende hoeveelhede van die gekose oppervlakspanningsmodifiseerder (bespreek in paragraaf 5.2.6.) is eenmalig bygevoeg aan die begin van die gewysigde standaard bedryfsprosedure; die gebied 125 tot 2000 dpm is só gedek.

#### **4.1.6.7. Voorafbehandeling nl. weking**

Elke lopie se lading plantmateriaal (40 g) is by 300 ml gedistilleerde water (die totale

hoeveelheid wat gebruik is vir die lopie) gevoeg. Hierdie mengsel is vir die toegelate tydperk gewee, in 'n houer wat wisselwerking met die atmosfeer verhoed het. Net voor distillasie in aanvang geneem het, is 200 ml van die wekingswater afgegooi in 'n nuwe glasbeker en in twee gelyke dele verdeel. Die distillasielopie is verder soos die standaardlopie hanteer met byvoegings van 100 ml wekingswater na elke 5 minute irradiasieperiode. Wekingstyd tussen 0 minute en 1440 minute (24 uur) is eksperimenteel ondersoek.

#### **4.1.6.8.Ladingsgrootte**

'n Gekose massa plantmateriaal (bv. 50 g) is met 'n hoeveelheid water gemeng wat in ooreenstemming is met die standaard bedryfsprosedure se plantmateriaal tot water verhouding. Vir 50 g plantmateriaal is m.a.w.  $50 (2.5) = 125$  ml water driekeer tydens 'n lopie bygevoeg. Die plantmateriaal ladingsgrootte is ondersoek in die gebied 20 g tot en met 50 g ladings.

#### **4.1.6.9.Distillasiekinetika**

Distillasiekinetika is ondersoek vir die eerste 20 minute van irradiasie tydsduur. Die hoeveelheid olie sowel as distillaatwater verkry is met inkremente van een minuut noteer, vanaf 0 minute tot by 20 minute. Sodoende kon die inkrementele kumulatiewe essensiële olie opbrengs en distillaatwater bereken word.

Gedistilleerde water (100 ml) is aanvanklik by die plantmateriaal van die lopie (40 g) gevoeg sowel as na elke 5 minute irradiasieperiode. Dit beteken 'n totale hoeveelheid gedistilleerde water van 400 ml is vir 'n lopie gebruik. Die bykomende 100 ml water (t.o.v. die standaardlopie) is nodig geag a.g.v. die bykomende 5 minute irradiasieperiode. Soos vir al die veranderlikes ondersoek is elke eksperimentele datapunt verkry verteenwoordigend van 200 g plantmateriaal, oftewel 5 saamgevoegde lopies.

#### **4.1.6.10.Alternatiewe oplosmiddel**

Die alternatiewe oplosmiddel wat gebruik is, was 99% etanol. Motivering vir dié keuse kan

gevind word in paragraaf 4.3.11. Omdat die oplosmiddel gebruik 'n wesenlike invloed uitoefen op die oliemolekules wat herwin word, is die invloed van etanol as ekstraksiemiddel waar moontlik ondersoek by die verskillende gedefinieerde optimum eksperimentele toestande soos bepaal deur die reekse eksperimente hierbo beskryf. Sodoende kon 'n goeie vergelyking getref word tussen water en etanol as oplosmiddels. Daar is besluit op die volgende metode om etanol se effek te evalueer:

Die standaardlopie is uitgevoer met die enigste verskil dat 100 ml etanol driemaal bygevoeg is i.p.v. die gedistilleerde water. Hierna is die verskillende optimumtoestande (soos geïdentifiseer in die paragrafe wat direk volg) vir die volgende veranderlikes ondersoek, met die enigste verskil dat etanol i.p.v. water gebruik is:

- Irradiasietydsduur
- Verhouding etanol tot plantmateriaal gebruik
- Plantmateriaal voginhoud
- Hersirkulering van afgedistilleerde etanol
- Plantmateriaal verdelingsgraad
- Voorafbehandeling nl. weking

Die volgende veranderlikes is nie ondersoek met etanol nie a.g.v. die genoemde redes:

- Geen byvoeging van oppervlakspanningsmodifiseermiddels is uitgevoer nie omdat die twee oplosmiddels se optimumwaardes so drasties sal verskil dat die hele eksperiment herhaal sou moes word met etanol om enigszins uitspraak te kan lewer oor waargenome gedrag. Hierdie stelling is deels waar vir al die veranderlikes vergelyk tussen etanol en water, maar die oorspronklike rede waarom 'n skuimweermiddel nodig geag is was omdat probleme met water se unieke chemiese eienskappe ondervind is deurdat dit die afsnygolfeleiergrootte nadeling beïnvloed het, soos genoem in Hoofstuk 5. Verder is bepaal, soos bespreek in paragraaf 4.3.7., dat 'n oppervlakspanningsmodifiseerder sover moontlik vermy behoort te word vir mikrogolfherwinning van essensiële oliës.
- Beide ladingsgrootte en distillasiekinetika kan nie op 'n eenvoudige wyse vergelyk word

met resultate waar die oplosmiddel skielik verander het nie. Die hele reekse eksperimente sou vir beide veranderlikes herhaal moes word met etanol voordat die resultate enigsins vergelyk kon word. Beide veranderlikes se belang is t.o.v. opskaling van die mikrogolfdestillasieapparaat en/of ontwerp van kontinue apparaat. Water is egter verkieslik as oplosmiddel b6 etanol a.g.v. koste, beskikbaarheid, wegdoenbaarheid, produk bemarkbaarheid, ens. en sover moontlik behoort daar dus eerder gepoog te word om water in kommersiële prosesse te benut.

Die 5 minute irradiasieperiodes van die standaardlopie is vervang deur 3 minute irradiasieperiodes, wat driekeer herhaal is om 'n totale distillasietyd van 9 minute daar te stel. Hierdie maatreël het nodig geblyk nadat die eksperimente in aanvang geneem het. (Die latente verdampingswarmte van etanol is ca. 963 kJ/kg by 298 K (Perry, Green *et al*, 1984: 3.127) terwyl dié van water 2440 kJ/kg is by 298 K soos vermeld in paragraaf 5.2.1. Daarom verdamp etanol makliker as water en sal die magnetron skade gelyk het onder die eksperimentele toestande as die irradiasietydsduur nie verkort is nie.)

Etanol is verwyder vanuit die kondensaat d.m.v. distillasie uitgevoer oor 'n tydperk van 2 tot 3 ure waar die totale volume van die kondensaat verminder het vanaf meer as 1000 ml tot enkele ml. Die distillasielopie is gestaak as die temperatuur hoër as 368 K gestyg het en die produk daarna geweeg. Hierdie temperatuur is gekies om te verseker dat die water wat as deel van die etanolmengsel toegevoer is, ook verdamp het vanaf die produk.

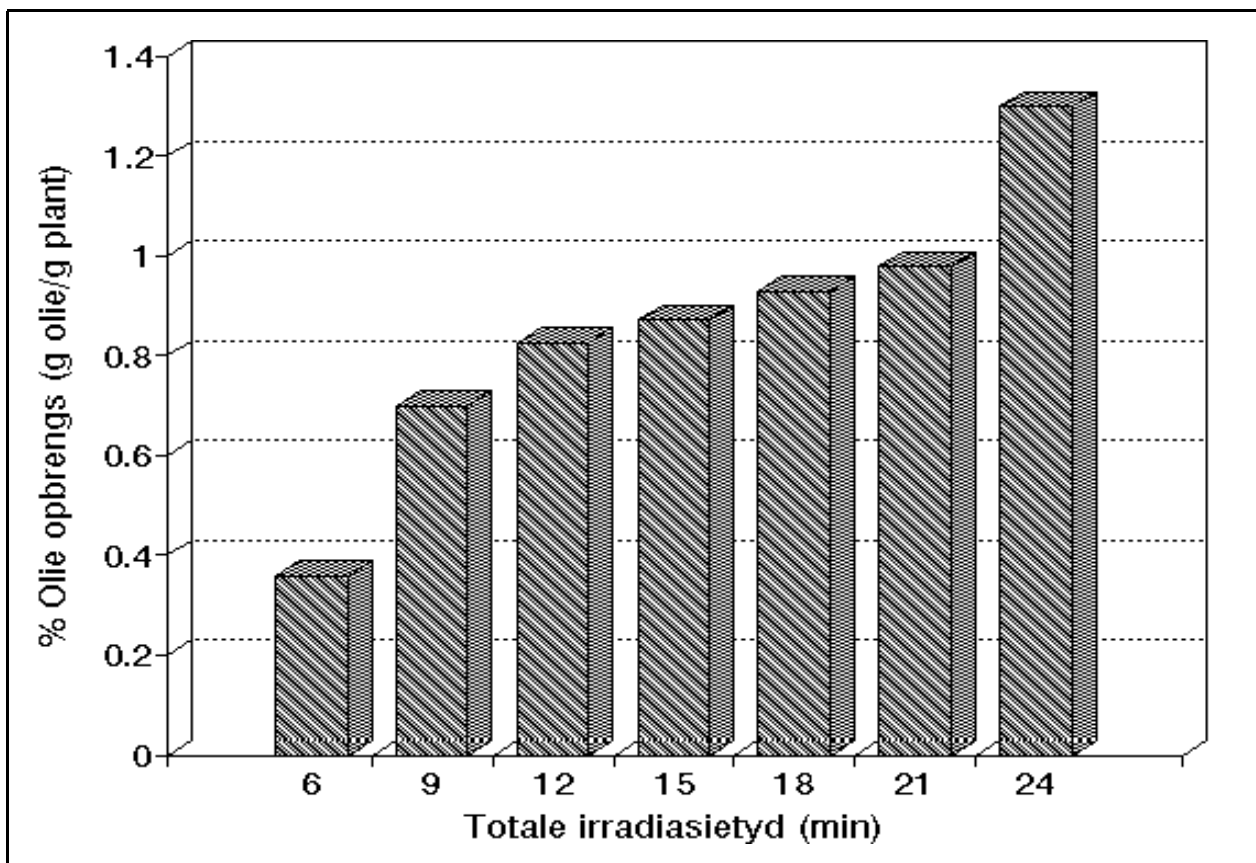


## 4.2.Resultate

### 4.2.1.Irradiasietydsduur

Die invloed wat totale irradiasietyd per lopie het op essensiële olie-opbrengs word getoon in Grafiek 4.2.1.1. Die opbrengs neem toe met toename in irradiasietyd. Motivering vir die bepaalde gebied wat eksperimenteel ondersoek is sowel as verklarings vir waargenome gedrag kan vir hierdie sowel as die ander veranderlikes in paragraaf 4.3. en die onderafdelings daarvan gevind word.

**Grafiek 4.2.1.1. : Invloed van irradiasietydsduur op opbrengs**



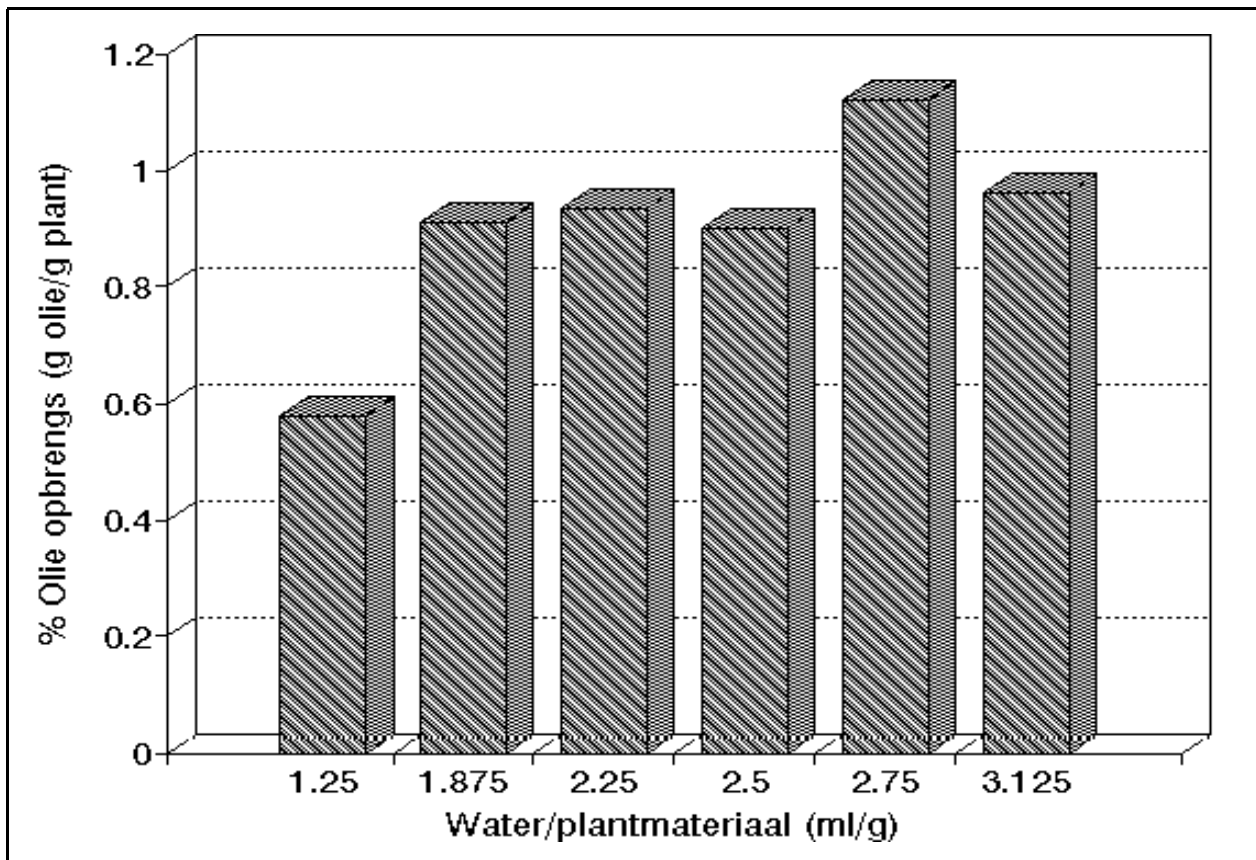
### 4.2.2.Verhouding water tot plantmateriaal gebruik

Die verhouding water tot plantmateriaal gebruik se invloed op olie-opbrengs word getoon in

Grafiek 4.2.2.1. Gedistilleerde water is gebruik in al die eksperimente en die absis-waardes kan dus ook geles word in eenhede van gram water gebruik/gram plantmateriaal gedistilleer.

'n Optimumwaarde vir die water tot plantmateriaal gebruik verhouding kan waargeneem word in die omgewing waar ca. 2.8 keer soveel (g/g of ml/g) water as plantmateriaal in die fles geplaas is. Hierdie optimumverhouding geld slegs by spesifieke eksperimentele toestande aangesien bv. 'n te kort irradiasietydperk daartoe lei dat al die water nie oordistilleer in die gegewe tyd nie en voortdurend vermeerder in die distillasiefles. In só 'n geval sal die optimumwaarde na 'n ander water tot plantmateriaal verhouding neig. 'n Genoegsame irradiasietydperk verseker dat die water en plantmateriaal sodanig verhit word dat effektiewe distillasie wel plaasvind. Die optimumverhouding is derhalwe o.a. afhanklik van die totale irradiasietyd waarby die ondersoek uitgevoer word.

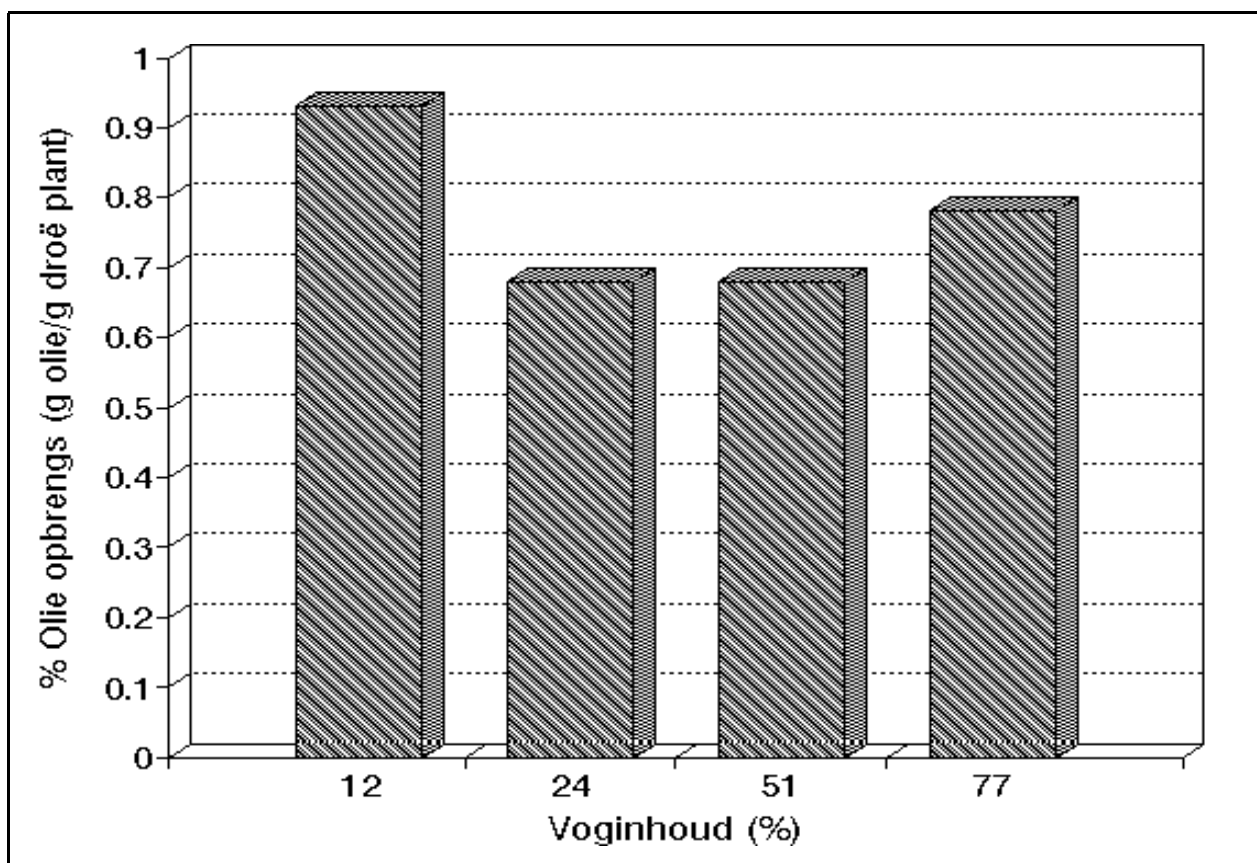
**Grafiek 4.2.2.1. : Invloed van verhouding water tot plantmateriaal gebruik op opbrengs**



#### 4.2.3. Voginhoud van plantmateriaal

Die invloed van die voginhoud waaroor die plantmateriaal beskik net voor distillasie teenoor olie-opbrengs word getoon in Grafiek 4.2.3.1. Die olie-opbrengs vanuit lugdroë plantmateriaal (12% vog) is die hoogste. Opbrengste getoon op die grafiek is bereken op 'n totaal droë plantmateriaal (0% vog) basis

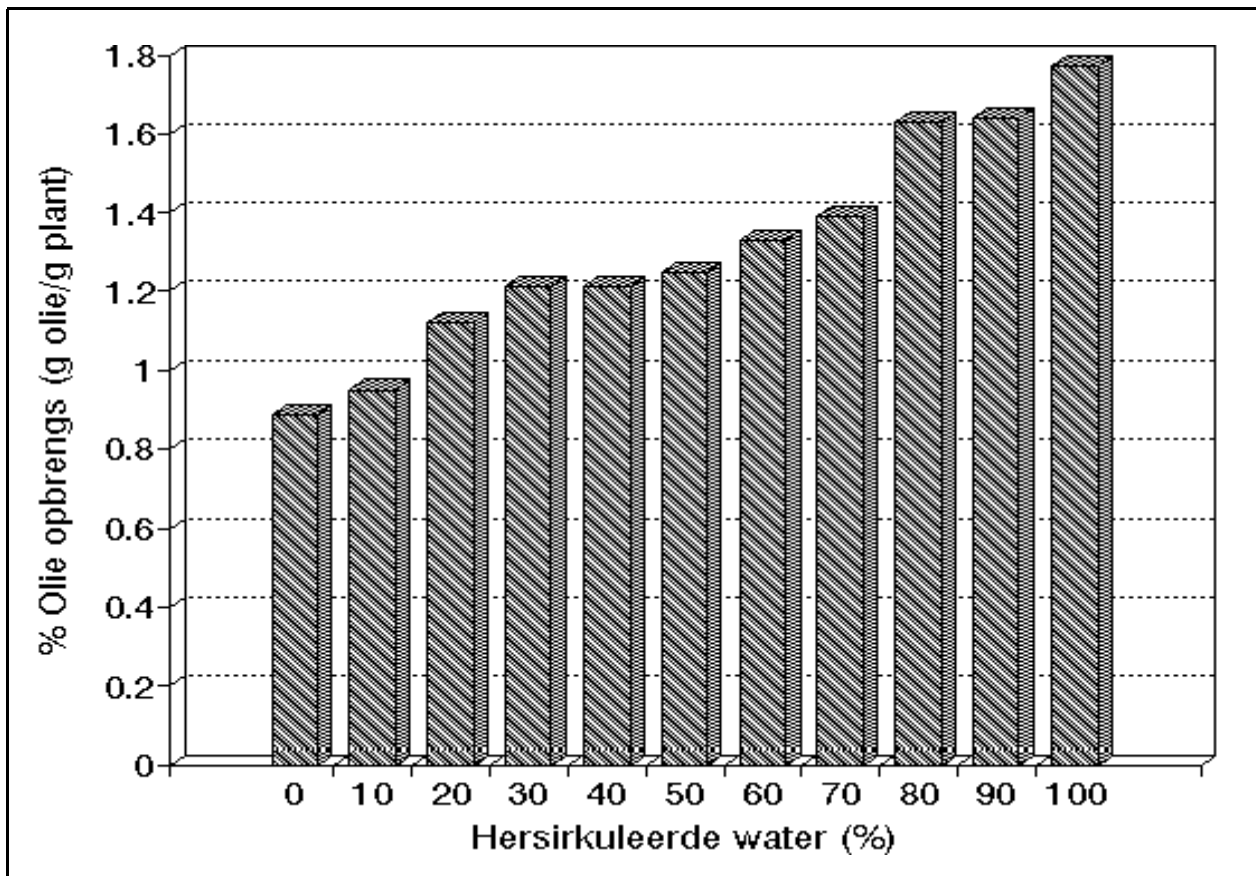
Grafiek 4.2.3.1. : Invloed van voginhoud op opbrengs



#### 4.2.4.Hersirkulering van water

Hersirkulering van die afgedistilleerde waterfase het 'n aansienlike invloed op essensiële olie-opbrengs, soos getoon in Grafiek 4.2.4.1. Olie-opbrengs verhoog progressief soos wat die persentasie gehersirkuleerde water vermeerder. Enige mate van hersirkulering van afgedistilleerde water bevoordeel verkryging van olie. By 100% hersirkulering is die hoogste olie-opbrengs wat verkry is gedurende enige enkelladingsmikrogolfdestillasie eksperiment, nl. 1.77%, behaal.

Grafiek 4.2.4.1. : Invloed van hersirkulasiewater op opbrengs

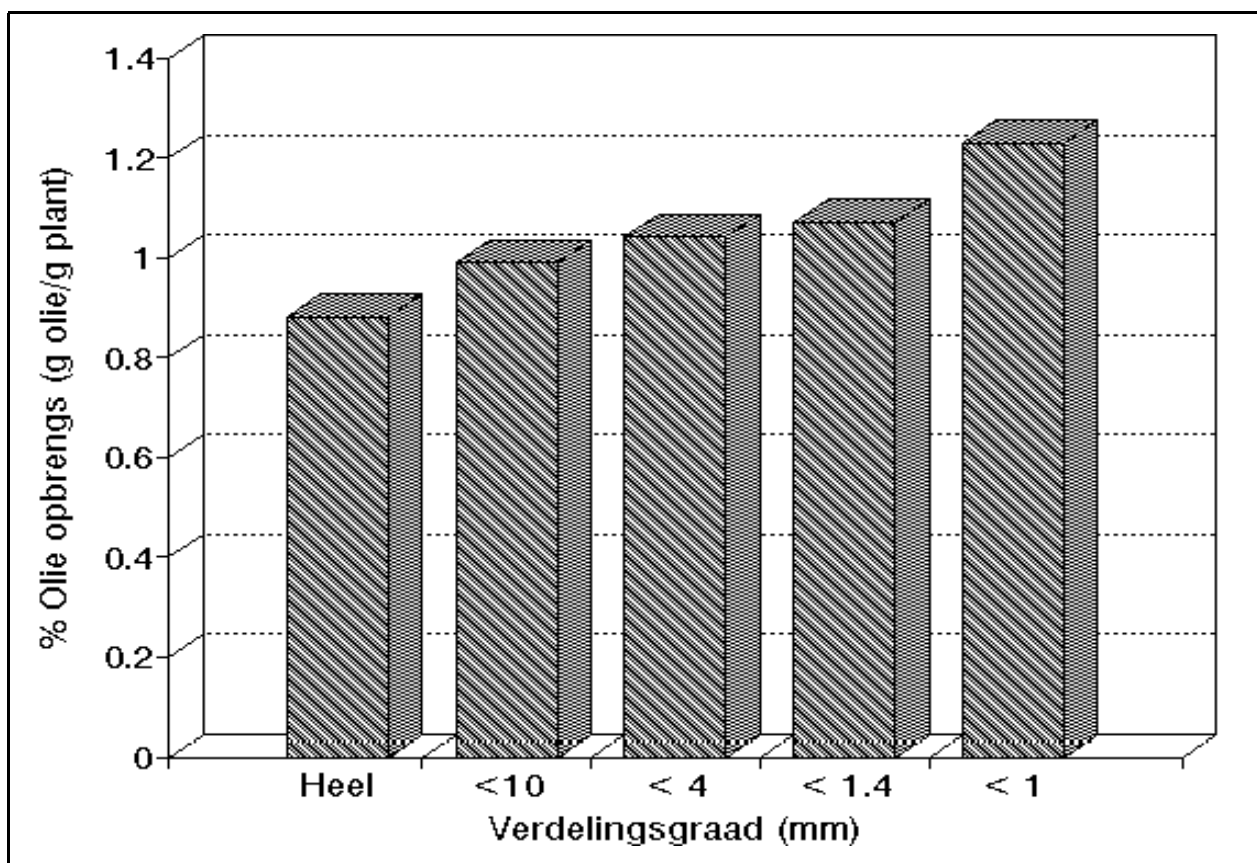




#### 4.2.5. Verdelingsgraad van plantmateriaal

Grafiek 4.2.5.1. toon olie opbrengste verkry deur plantmateriaal met verskillende fisiese groottes te gebruik. Hoe fyner die biologiese materiaal fisies verdeel was hoe hoër was die olie-opbrengs. Vir die kolom geïdentifiseer deur die frase "kleiner as een" bestaan die plantmateriaal uit deeltjies wat kleiner as 1 mm in deursnee was. Netso, vir die kolom beskryf deur "kleiner as 1.4" kan die plantmateriaaldeeltjies se groottes geneem word as om tussen 1 mm en 1.4 mm te lê.

Grafiek 4.2.5.1. : Invloed van verdelingsgraad op opbrengs

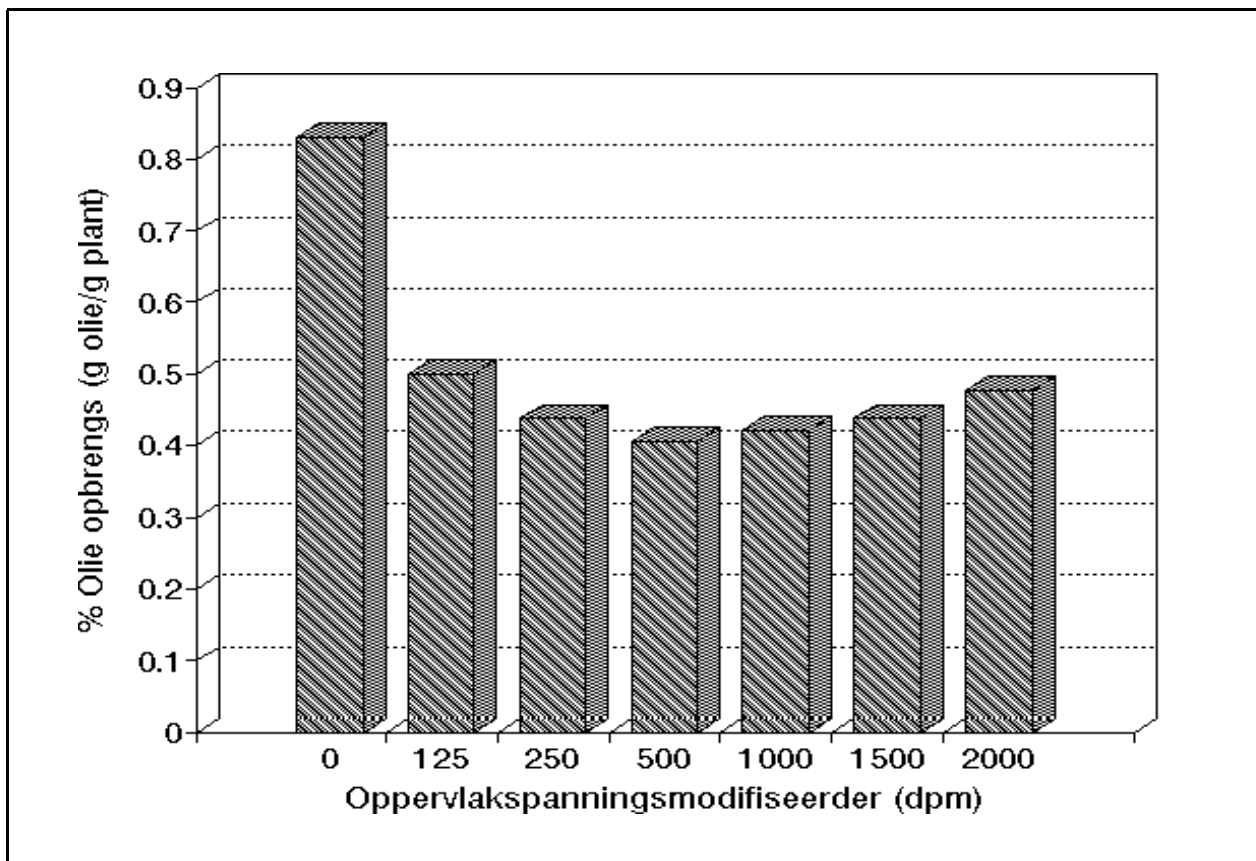


#### **4.2.6.Byvoeging van oppervlakspanningsmodifiseerder**

Grafiek 4.2.6.1. toon die invloed van oppervlakspanningsmodifisering op olie-opbrengs aan. Soos genoem in Tabel 5.2.5.1. is die maksimum olie opbrengs verkry vanuit soortgelyke plantmateriaal (sonder enige oppervlakspanningsmodifisering) en deur gebruikmaking van waterdistillasie ca. 0.83 %. Die hoogste opbrengs verkry met die mikrogolfsisteem, in vergelyking hiermee, is  $0.50/0.83 (100) = 60.2 \%$ .

Die waarde getoon op Grafiek 4.2.6.1. by 0 dpm is dus verkry met waterdistillasie en nie mikrogolfdistillasie nie. Die rede is dat plantmateriaal van die genoemde grootte alreeds saam met 125 dpm oppervlakspanningsmodifiseerder só heftig opgekook het dat dit gedreig het om deur die sisteem te kook en dit sodoende te verstop. Geen eksperimentele lopies sou dus uitgevoer kon word met hierdie grootte plantmateriaal as geen oppervlakspanningsmodifiseerder molekules aanwesig was nie.

#### **Grafiek 4.2.6.1. : Invloed van oppervlakspanningsmodifiseerder op opbrengs**

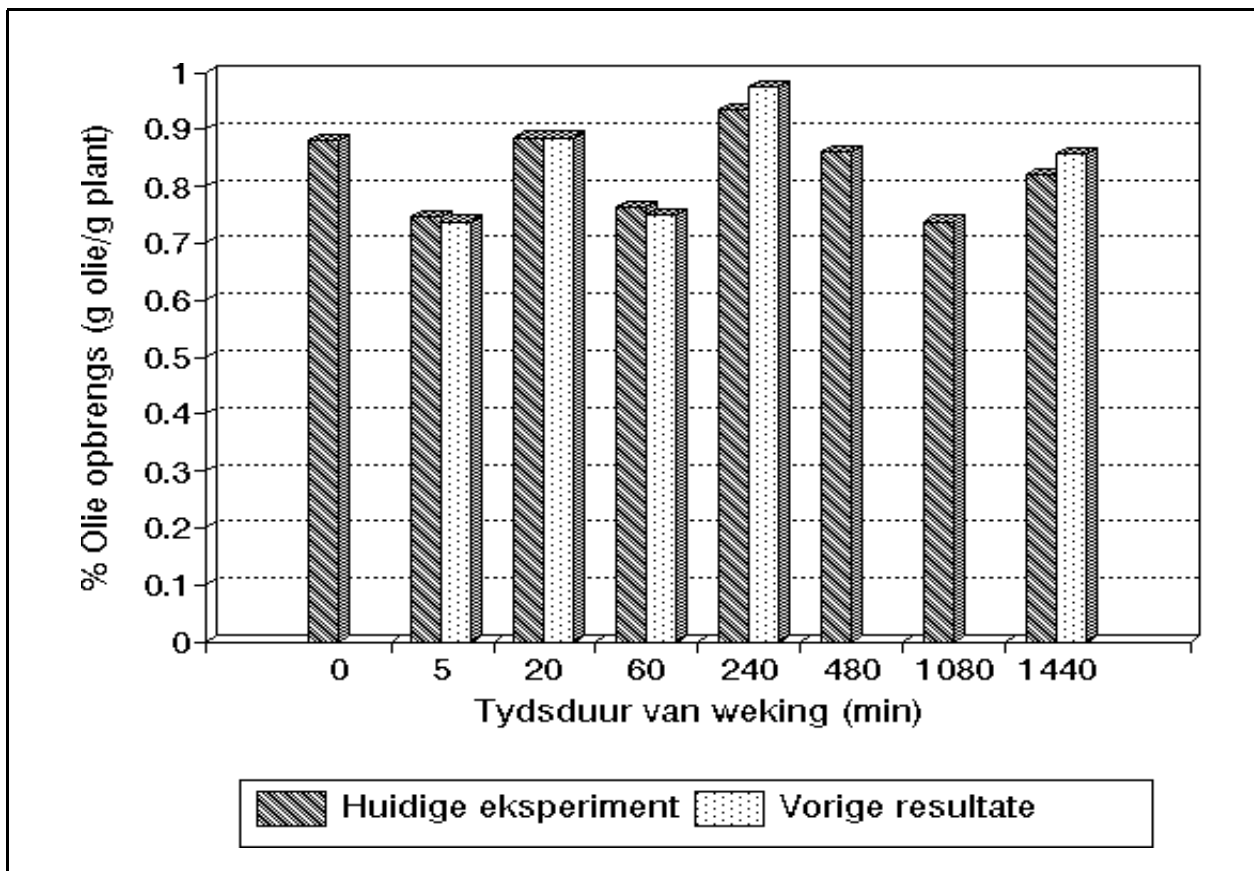


#### 4.2.7. Voorafbehandeling nl. weking

Die invloed van voorafweking in gedistilleerde water op die mikrogolf gedistilleerde plantmateriaal word getoon in Grafiek 4.2.7.1. Daar kan gesien word dat opvallende verskille in olie opbrengste verkry is met wisseling van die wekingstyd. 'n Optimum wekingstyd van 240 minute het 'n olie opbrengs van 0.93 % (g/g) gelewer.

Ook getoon op Grafiek 4.2.7.1. is die resultate van eksperimentele lopies wat etlike jare vantevore uitgevoer is (in die identiese oond wat huidiglik gebruik is en met dieselfde eksperimentele ontwerp). Die eksperimentele veranderlikes stem ooreen en die oorsprong van die plantmateriaal is identies aan dié ligging wat gebruik is as bron vir die enkelladingseksperimente van hierdie studie, behalwe dat die plantmateriaal etlike jare vantevore daar geoes is. Die resultate is dus onderling vergelykbaar.

#### Grafiek 4.2.7.1. : Invloed van voorafbehandeling nl. weking op opbrengs



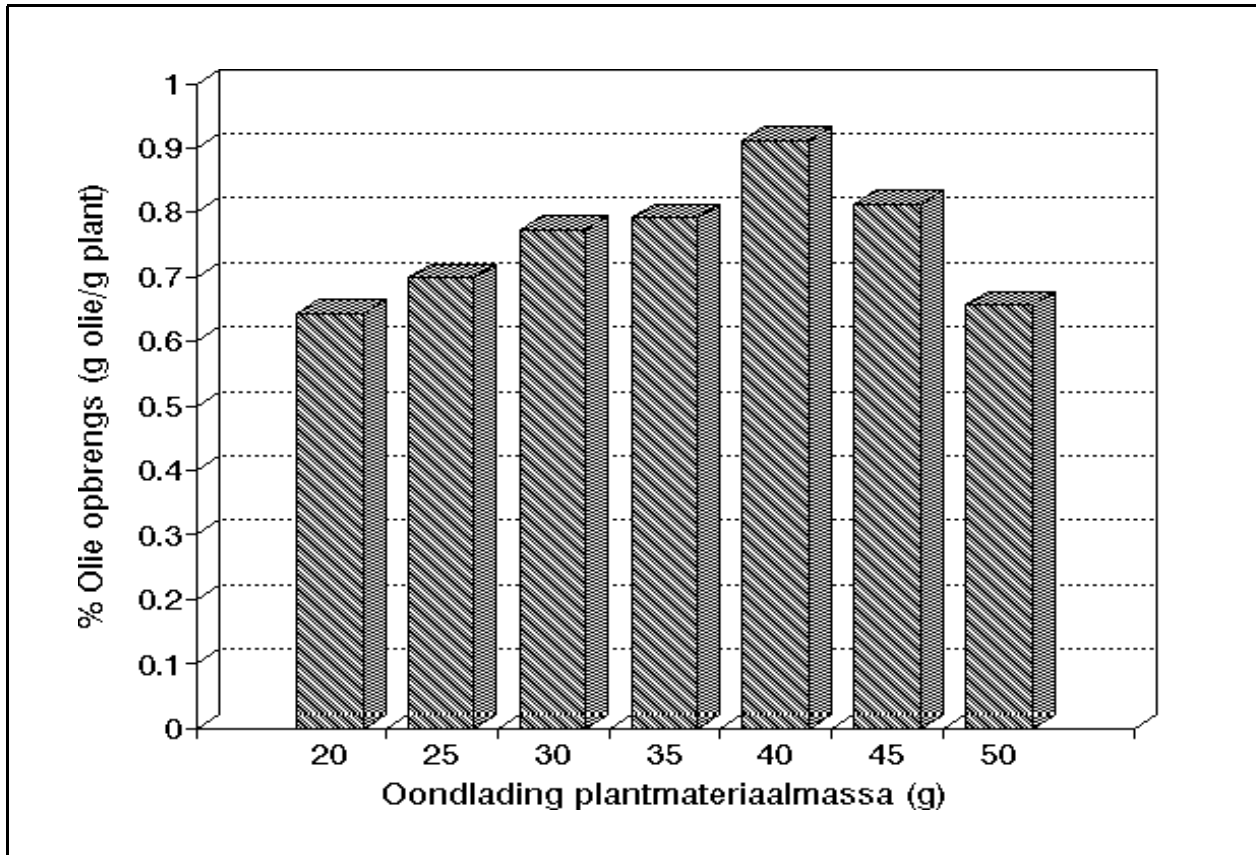
Die vorige eksperimentele resultate verteenwoordig ongepubliseerde data en is nie in die verlede gebruik nie a.g.v. die ooglopend eienaardige opbrengsverdeling daarvan. Die onlangse reeks eksperimente toon merkwaardige olie-opbrengs ooreenkomste met dié vroëer verkry.

#### 4.2.8.Ladingsgrootte

Die invloed van die plantmateriaal ladingsgrootte op olie opbrengs word getoon in Grafiek 4.2.8.1. Daar kan gesien word dat die optimum ladingsgrootte vir die spesifieke oond onder die gekose bedryfstoeestand in die omgewing van 40 g plantmateriaal gevind word. Verskillende verhoudings plantmateriaal tot water sal verskillende optimumwaardes tot gevolg hê. Grafiek 4.2.8.1. se resultate is bepaal by 'n plantmateriaal tot water verhouding van 1:2.5. Vir die datapunt by 20 g is bv. 50 ml water driekeer tydens die lopie bygevoeg.



Grafiek 4.2.8.1. : Invloed van plantmateriaal ladingsgrootte op opbrengs

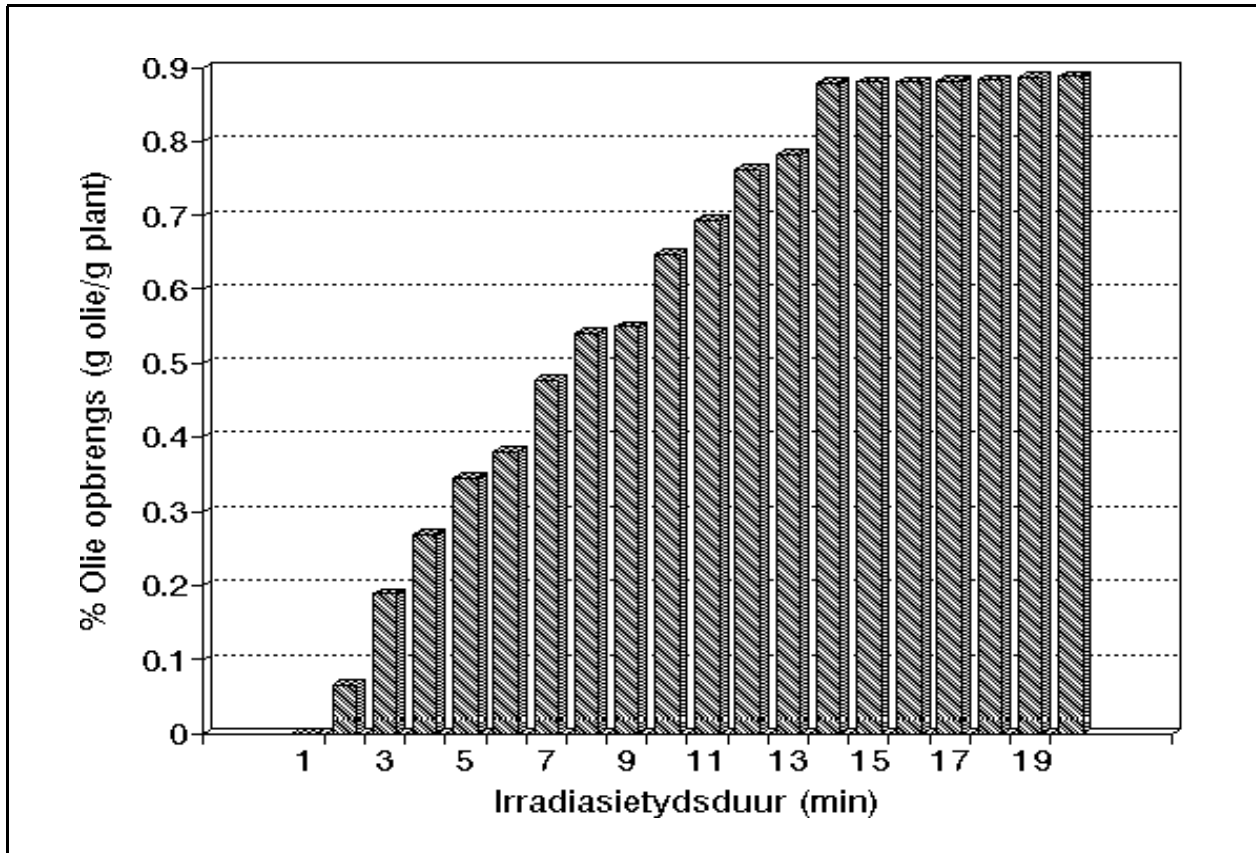


#### 4.2.9. Distillasiekinetika

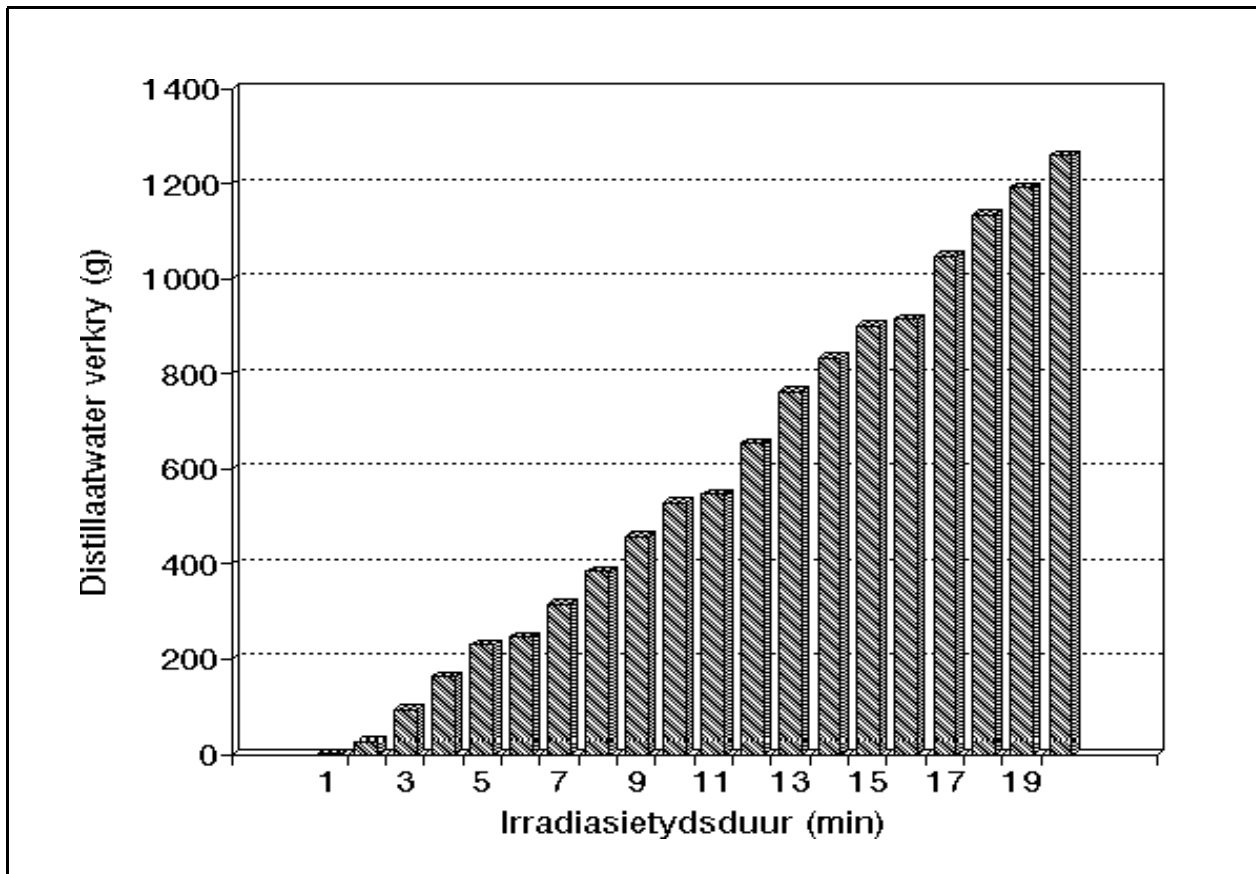
Resultate van die ondersoek na die distillasiekinetika van die olie opbrengs word getoon in Grafiek 4.2.9.1. en die distillasiekinetika van die distillaatwater in Grafiek 4.2.9.2. Daar is gebruik gemaak van die kumulatiewe inkrementele waardes vir die ordinate van beide grafieke. Daar kan gesien word dat die olie opbrengs progressief toeneem met toenemende irradiasietydsduur. Olie opbrengs bereik egter 'n plato by ca. 15 minute van irradiasietydsduur, waarna die opbrengs minimaal toeneem.

Distillaatwater opbrengs toon 'n bykans reglynige verband met tydsduur. Die enigste datapunte op Grafiek 4.2.9.2. wat nie hierdie reglynige verband ondersteun nie is dié wat direk volg na watertoevoegings, t.w. by minute 1, 6, 11 en 16.

Grafiek 4.2.9.1. : Distillasiekinetika van die olie opbrengs



Grafiek 4.2.9.2. : Distillasiekinetika van die distillaatwater herwin



#### 4.2.10. Alternatiewe oplosmiddel

Die resultate verkry word getoon in Tabel 4.2.10.1. Daar kan gesien word dat die opbrengste laer is as dié verkry met water as oplosmiddel.

**Tabel 4.2.10.1. : Resultate van etanol distillasielopies**

<b>Veranderlike ondersoek</b>	<b>Olie opbrengs (%)</b>
Irradiasietydsduur <sup>1</sup>	0.71
Voginhoud <sup>2</sup>	0.41
Plantmateriaal tot etanol verhouding <sup>3</sup>	0.73
Hersirkulasie <sup>4</sup>	0.79
Plantmateriaal verdelingsgraad <sup>5</sup>	0.87
Voorafbehandeling nl. weking <sup>6</sup>	0.88

- Notas:
- (1) Drie herhalings van 4 minute irradiasieperiodes is uitgevoer vir 'n totale irradiasietyd van 12 minute.
  - (2) Lugdroë plantmateriaal (12% vog) is gebruik, soos in al die ekperimente met die alternatiewe oplosmiddel.
  - (3) 110 ml Etanol is aanvanklik en met elkeen van die twee oplosmiddel byvoegings bygevoeg. Dit lewer 'n oplosmiddel tot plantmateriaal verhouding van 2.75 ml/g.
  - (4) Afgedistilleerde etanol van vorige lopies is as hersirkulasievloeistof gebruik.
  - (5) Plantmateriaal < 1 mm is uitgesif en gebruik soos vroëer beskryf.
  - (6) Plantmateriaal is vir 240 minute geweek in etanol voor distillasie. Die etanol waarin dit geweek is het heldergroen vertoon.

### **4.3.Bespreking**

In enige multidissiplinêre navorsingsveld vind komplekse wisselwerkings tussen 'n groot aantal veranderlikes plaas. Sommige veranderlikes is van groter belang as ander tydens 'n gegewe

eksperiment. Bv. tydens waterdistillasie kan 'n verandering in atmosferiese lugdruk tussen lopies die kookpunt van water wysig. Die tydsduur van distillasie kan ook wissel tussen opeenvolgende distillasies. Die distillasietydsduur het 'n veel groter invloed op essensiële olie-opbrengs as daaglikse (of uurlikse) wisseling van atmosferiese lugdruk in Pretoria. Die invloedseer van veranderlikes verskil en sekere veranderlikes is van veel groter eksperimentele belang as ander. Daar is deurgaans gepoog om die belangrikste veranderlikes t.o.v. maksimering van olie-opbrengs te identifiseer en ondersoek op 'n wyse wat tot sinvolle interpretasie van resultate kon lei.

#### **4.3.1.Plantmateriaal**

Die resultate geld slegs vir dié besondere plantpopulasie naby Potchefstroom onderworpe aan spesifieke en unieke geografiese en klimatologiese beïnvloeding. Slegs plantmateriaal van hierdie spesifieke gebied is gebruik ten einde die invloed van geografiese en klimatologiese veranderlikes te minimeer. Seisoenale variasie is grootliks uitgeskakel deurdat o.a. biologiese materiaal wat gebruik is vir oliekarakterisering op dieselfde tyd van die jaar versamel is. Geen uitspraak word gemaak t.o.v. massapersentasiesamestellings van *L. scaberrima* populasies in ander gebiede nie, alhoewel die samestellings en voginhoudswaardes as riglyne dien vir ander *L. scaberrima* populasies.

#### **4.3.2.Irradiasietydsduur**

Irradiasietyd kan nie onder twee minute per keer val nie omrede die nuut bygevoegde hoeveelheid water (100 ml) nie ten volle oordistilleer binne twee minute nie. Mikrogolfenergie word benodig vir verhitting en vervlugtiging van bygevoegde water, en daar is vasgestel dat vervlugtiging van die mengsel in die distillasiefles nie voldoende geskied met 'n irradiasieperiode van twee minute per keer nie. Dit verklaar die lae opbrengs by 'n irradiasietyd van twee minute per keer (6 minute per lopies). Die hoeveelheid water in die fles vermeerder voortdurend en versteur die water tot plantmateriaal verhouding. Indien te veel water in die fles akkumuleer begin die mengsel heftig kook a.g.v. 'n verhoging in opkookingstempo. Die dampdruk styg op 'n sekere stadium so vinnig dat die veiligheidsklep genoodsaak word om die druk binne die fles te

verlaag. Hierdie gedrag dui op 'n te klein deursnee van die silikonrubberbuis wat by sodanige verhoogde opkokingstempo nie in staat is om die damp genoegsaam te verwyder nie.

'n Irradiasieperiode van een minuut per keer (3 minute per lopie) wysig die water gebruik tot plantmateriaal gebruik verhouding sodanig ( a.g.v. akkumulering van water in die fles ) dat dit nie ondersoek is nie. Verder het die eerste waarneembare produkcondensaat in die buret begin vorm na ca. 50 s van irradiasie. Geen sinvolle resultate is verkry met 'n totale irradiasietydperk van 3 minute per lopie nie.

Na 8 minute van irradiasie per keer neem uitloging van ongewenste verbindings vanuit die plantmateriaal in aanvang en dus styg die "opbrengs" dan skielik. Die opbrengs verteenwoordig nie meer 'n essensiële olie nie; eerder 'n plantekstrak. Die produk verkry na 24 minute van irradiasie per lopie het 'n heelwat donkerder kleur as die olie gehad en die geur het verander na 'n oorheersende karamelgeur met 'n brandreuk. Die ekstrak was opvallend minder vloeibaar as die suiwer olie. 'n Totale irradiasieperiode van 24 minute per lopie verteenwoordig die maksimum irradiasietyd wat ondersoek is.

Olie-opbrengs se vermeerdering met toename in irradiasietyd word teoreties gestaaf. 'n Langer blootstellingstydperk verskaf meer mikrogolfenergie en meer molekules kan uit die biologiese materiaal matriks verwyder word. Nadat oorwegend essensiële oliemolekules verwyder is begin minder vlugtige molekules insetenergie absorbeer en word hierdie molekules verwyder, soos waargeneem by 'n totale irradiasietydperk van 24 minute per lopie.

Die optimum totale irradiasieperiode (in dié geval) is minder as 21 minute aangesien koste van o.a. verkoelingswater en bykomende irradiasietyd opgeweeg moet word teen die hoeveelheid olie wat verkry kan word gedurende verlengde irradiasietyd. Geen koste-optimering is uitgevoer nie en 'n totale irradiasietydperk van 15 minute per lopie (driemaal 5 minute) is gebruik vir opvolgende eksperimente.

#### **4.3.3. Verhouding water tot plantmateriaal gebruik**

'n Water tot plantmateriaal gebruik verhouding van 0.625 ml/g het 'n gebrande produk gelewer



en rook afkomstig vanuit die plantmateriaal is waargeneem. Te min watermolekules was teenwoordig om die inset mikrogolfenergie te absorbeer. Die minimum water tot plantmateriaal verhouding waar aanvaarbare olie verkry is was waar net meer water as plantmateriaal (op 'n massabasis) in die distillasiefles geplaas is.

Die maksimum verhouding water tot plantmateriaal wat ondersoek kon word met die enkelladingstoerusting was ca. 3.5 ml/g. Onder hierdie toestande akkumuleer 'n hoeveelheid water in die distillasiefles en word die veiligheidsklep genoodsaak om die druk te verlaag a.g.v. die dampdrukverhoging.

Die minimum- en maksimum water tot plantmateriaal verhoudings ondersoek was o.a. afhanklik van die totale irradiasietyd en die fisiese uitleg van die apparaatopstelling binne-in die oond. Distillasieflesvorm sowel as die dwarsdeursnitarea van die silikonrubberbuis beïnvloed die optimum water tot plantmateriaal verhouding aansienlik. Die horisontale deursnitarea van die distillasiefles bepaal die deursnit kontakarea van die stoom met die plantmateriaal tydens distillasie. Indien die deursnitarea voldoende is vir stoomvloei word plantmateriaal effektief benut en vind effektiewe herwinning van olie plaas. 'n Te klein deursnitarea lei tot massa-oordragsbeperkings. Distillasieflesse met verskillende fisiese afmetings is nie ondersoek nie.

Die water tot plantmateriaal gebruik verhouding het 'n maksimum olie-opbrengs gelewer by ca. 2.8 keer soveel (ml/g) water as biologiese materiaal. In die gebied rondom hierdie verhoudingswaarde was die olie-opbrengs konstant op ca. 0.92 %. Hierdie opbrengswaarde vergelyk goed met dié verkry tydens ondersoek na die invloed van irradiasietydsduur (driemaal 5 minute irradiasie met 'n water tot plantmateriaal gebruik verhouding van 100 ml/40 g = 2.5 ml/g), nl. 0.87 %

Die optimum water tot plantmateriaal verhouding is slegs van toepassing op *L. scaberrima* plantmateriaal onder die bepaalde eksperimentele toestande wat gehandhaaf is. Optimumwaardes in die literatuur genoem (Terblanché, 1995: 37) vir verskillende biologiese materiale wissel tussen 1 en 20 keer soveel oplosmiddel as plantmateriaal (ml/g). Die verskillende optimumverhoudings van die verskillende studies kan verklaar word deurdat verskillende

oplosmiddels (water, metanol, heksaan, ens.) gebruik is sowel as die feit dat waardes bepaal is vir 'n wye verskeidenheid biologiese materiale waarvan elkeen se samestelling uniek is.

By essensiële olieherwinning vanuit roosmaryn (*Rosmarinus officinalis*) en peperment (*Mentha piperita*) is bevestig dat mikrogolfverhitting al minder uniform raak soos die verhouding blare tot oplosmiddel toeneem (paragraaf 2.2.3.8.). Die distillasieflesvorm, spesifieke verhoudingsgebied ondersoek, irradiasietydsduur, oplosmiddel, ens. se rol is egter sodanig dat daardie resultaat nie sonder meer aanvaar kan word as dieselfde vir dié studie nie.

#### **4.3.4. Voginhoud van plantmateriaal**

By aanvang van distillasie beskik die plantmateriaal oor 'n spesifieke voginhoud wat 'n invloed uitoefen op die olie-opbrengs. Indien distillasietydsduur onvoldoende is kan massa-oordragsbeperkings 'n rol speel sodat effektiewe herwinning van olie nie geskied nie. Die massa-oordragsbeperkings se oorsprong word gevind in o.a. bykomende weerstand wat oortollige watermolekules teenwoordig in die plantmateriaal bied teen herwinning van oliemolekules. Hierdie verskynsel beïnvloed waterdistillasie wesenlik by onvoldoende distillasietye maar is weglaatbaar vir mikrogolf- of waterdistillasie van genoegsame tydsduur (Terblanché, 1995: 35–39).

Mikrogolfsisteme beskik oor 'n unieke hitte-oordragsmeganisme waar insetenergie direk deur polêre molekules geabsorbeer word en nie deur geleiding oorgedra hoef te word nie. Mikrogolfdistillasietye is daarom aansienlik korter as ooreenstemmende waterdistillasietye waar geleiding wel 'n rol speel. Die aantal watermolekules in die plantmateriaal (voginhoud) beïnvloed die hoeveelheid energie wat die plantmateriaal en oplosmiddel watermolekules kan absorbeer. (Dus beïnvloed die voginhoud die materiaal diëlektriese konstantes, soos genoem in paragraaf 2.2.9.) Watermolekules in die oplosmiddel én plantmateriaal absorbeer insetmikrogolfenergie (Terblanché, 1995: 35–39).

Wisselende plantmateriaal voginhoudswaardes versteur die water tot plantmateriaal verhouding en hierdie veranderlike kan beskou word as 'n verdere ondersoek t.o.v. wisseling in die



verhouding water tot plantmateriaal gebruik. Omdat konstante hoeveelhede water (driekeer 100 ml per lopie) bygevoeg is gedurende eksperimente uitgevoer met plantmateriaal van verskillende voginhoudswaardes, het die verhouding water tot droë plantmateriaal gedurende verskillende eksperimente gewissel. Plantmateriaal met 'n hoër voginhoud as dié van lugdroë plantmateriaal verskaf bykomende watermolekules as vog wat daarin aanwesig is. Meer watermolekules is in só 'n geval aanwesig as tydens die standaard eksperimentele lopie wat met lugdroë plantmateriaal uitgevoer is. Dit lei tot kleiner hoeveelhede totaal droë plantmateriaal waaruit olie herwin word. Minder olie word verkry uit 'n kleiner hoeveelheid totaal droë plantmateriaal en kleiner opbrengste word verwag. Watermolekules word by hoër voginhoudswaardes tot 'n ál groter mate ook binne-in plantmateriaal gevind.

Die rapportering van olie opbrengste verkry vanuit plantmateriaal met wisselende voginhoudswaardes moet op 'n vergelykbare basis geskied. Bv., twee 40 g plantmateriaalladings wat oor onderskeidelik 'n voginhoud van 77% en 12% beskik se olie opbrengste is nie sonder meer vergelykbaar nie. In die eerste geval is die hoeveelheid totaal droë plantmateriaal in die lading 9.2 g terwyl dit in die tweede geval 35.2 g is. Op 'n vergelykbare basis van geen voginhoud in beide plantmateriaalladings nie, moet die eerste lading se olie-opbrengs bereken word deur 9.2 g volkome droë plantmateriaal te beskou terwyl die waarde in die tweede geval 35.2 g sal wees. Hierdie beginsel word verder toegelig in Tabel 4.3.4.1. Opbrengste van verskillende ladings lugdroë plantmateriaal kan wel vergelyk word omdat voginhoudswaardes van verskillende ladings lugdroë plantmateriaal nie onderling betekenisvol verskil nie.

**Tabel 4.3.4.1. : Invloed van plantmateriaalvoginhoud op opbrengs**

Plantvoginhoud (%)	Droë materiaal <sup>1</sup> (g)	Olie verkry (g)	% Olie opbrengs <sup>2</sup> (g olie/g plant)
12	176	1.63	0.93 (0.82)
24	152	1.04	0.68 (0.52)
51	98	0.67	0.68 (0.34)
77	46	0.36	0.78 (0.18)

- Notas:
- (1) Vir elke eksperimentele datapunt is 200 g plantmateriaal met 'n bepaalde voginhoud gebruik. Die hoeveelhede droë plantmateriaal gelys in kolom twee stem ooreen met hierdie 200 g plantmateriaal en is verkry deur die voginhoudspersentasies van kolom een in berekening te bring.
  - (2) Die persentasies olie opbrengste tussen hakies in kolom vier verteenwoordig die opbrengs uitgedruk as 200 g plantmateriaal beskou word. Die persentasies olie opbrengste in kolom vier sonder hakies is die olie-opbrengs uitgedruk i.t.v. die droë plantmateriaalmassas gelys in kolom twee.

Literatuurwaardes (Terblanché, 1995: 54,72–73) vir essensiële olie opbrengste vanuit *L. scaberrima* met water- en mikrogolfenkelladingsdistillasie vir plantmateriaal met verskillende voginhoudswaardes, kan verwerk word tot 'n vergelykbare basis soos getoon in Bylaag D. Die resultate na verwerking (getoon in Tabel D.4.) dui op die volgende:

- (1) Droë en vars blomhofies lewer vir alle praktiese doeleindes dieselfde olie-opbrengs. Dit geld vir beide distillasiemetodes. Lugdroë en vars plantmateriaal verteenwoordig twee uiterste toestande as voginhoud ondersoek word. Die voginhoudswaarde van blomhofies speel dus geen rol t.o.v. die hoeveelheid olie wat herwin kan word nie. By enige water tot plantmateriaal gebruik verhouding lewer 'n sekere massa blomhofies 'n konstante hoeveelheid olie, mits irradiasietydsduur voldoende is. Oliemolekules verdamp bykans nie uit blomhofies uit soos wat plantmateriaal verouder nie en so te sê uitsluitlik watermolekules verlaat die blomhofies. Dit is veral belangrik omdat blomhofies meer olie per droë massa lewer as blare soos aangetoon met beide produksiemetodes (Terblanché, 1995). Fisiese prosessering van blomhofies kan uitgevoer word wanneer die voginhoud daarvan mees geskik is. Voginhoud is nie 'n veranderlike t.o.v. die hoeveelheid olie wat herwin kan word vanuit 'n bepaalde hoeveelheid blomhofies nie; dit speel slegs 'n rol onder bedryfstoeestande waar bv. massaoordragsbeperkings ter sprake kom.
- (2) Tabel D.4. toon dat olie-opbrengste verskil vir lugdroë en vars blare van *L. scaberrima*,

soos bevestig deur beide produksiemetodes. In beide gevalle het vars blare 'n groter hoeveelheid olie gelewer as lugdroë blare. Olie- sowel as watermolekules verdamp dus vanuit blaarmateriaal soos wat progressiewe droging daarvan geskied. Die rede waarom oliemolekules uit blare verdamp maar nie uit blomhofies nie het te make met o.a. plantmateriaal morfologie. T.o.v. olieproduksie kan die voginhoud van blare 'n wesenlike invloed uitoefen op die totale hoeveelheid olie wat herwin sal kan word.

- (3) Olie-opbrengs verskille by verskillende plantmateriaal (blomhofies en blare) voginhoudswaardes word verklaar deur verskillende olie-opbrengste vanuit blare met wisselende voginhoudswaardes. Die voginhoud van blomhofies speel geen rol nie, solank as wat massa-oordragsbeperkings nie ter sprake kom nie.

Grafiek 4.2.3.1. dui aan dat massa-oordragsbeperkings wel 'n rol speel en dat 'n hoër voginhoud tot 'n laer opbrengs lei, selfs as resultate op 'n totaal droë plantmateriaal basis uitgedruk word. Die opbrengs sou ietwat hoër gewees het vir vars vs. lugdroë plantmateriaal as massa-oordragsbeperkings weglaatbaar was omrede olie uit blare verdamp soos wat dit progressief droog.

Die waarde van die ondersoek na voginhoud as veranderlike word gevind in ontwikkeling van fisiese prosesseringspraktyke vir plantmateriaal voordat olie herwin word. Daar is vasgestel dat, a.g.v. massa-oordragsbeperkings t.o.v. vog aanwesig in vars plantmateriaal, dit beter is om lugdroë plantmateriaal te gebruik indien die enkelladingsstelsel se massa-oordragsbeperkende faktore nie geëlimineer kan word nie.

#### **4.3.5.Hersirkulering van water**

Hoe groter die persentasie gehersirkuleerde waterfase is hoe groter is die essensiële olie-opbrengs. Indien slegs gehersirkuleerde waterfase gebruik word is die olie-opbrengs 1.77 %; die hoogste waarde behaal gedurende enige lopie vir enige van die enkelladingsveranderlikes ondersoek. Hersirkulering van water in 'n mikrogolfoestel is gevolglik een van die belangrikste veranderlikes wat oorweeg moet word tydens ontwerp van só 'n stelsel vir essensiële olieproduksie.

Daar bestaan verskeie moontlikhede waarom hersirkulasie van afgedistilleerde water olie-opbrengs drasties kan verhoog.

Dit is moontlik dat, omrede kondensasie van olie- en waterdamp betreklik vinnig geskied in die kondensator, 'n oliemolekule vasgevang word tussen 'n aantal watermolekules wat pas gekondenseer het. Die gesolveerde oliemolekule (in die buret) kan nie noodwendig van die watermolekules skei nie, omdat energie nodig is vir die oliemolekule om van die watermolekules te skei. Energie deur die oliemolekule benodig kan nie effektief daaraan verskaf word deur bv. 'n meganiese roerder nie, omrede meganiese insetenergie nie deur die oliemolekule ten koste van die watermolekules geabsorbeer sal word nie.

Die polariteit van 'n essensiële oliemolekule wat in die waterfase van die buret vasgevang is speel 'n belangrike rol. Hoe meer hidrofobies dit is hoe makliker word dit vanuit die waterfase verwyder. A.g.v. die komplekse molekulêre strukture wat die talle samestellende komponente van 'n essensiële olie aanneem (Terblanché, 1995: 16–20), is bykans enige polariteit van sodanige oliemolekule moontlik.

Indien distillaatwater gehersirkuleer word, word 'n aantal gesolveerde hidrofobiese en minder hidrofobiese molekules tot die oond toegevoer saam met water. Gesolveerde hidrofobiese molekules word geskei van watermolekules wat mikrogolfinsetenergie by voorkeur absorbeer. Nadat die hidrofobiese molekules meegesleur is tot by die kondensator deur die stroom hidrofiliese molekules wat die insetenergie geabsorbeer het, is dit moontlik dat solving daarvan nie weer sal plaasvind nie. Indien aanvaar word dat bykomende hidrofobiese molekules vir die eerste keer uit die plantmateriaalmatriks verwyder is, sal die aantal hidrofobiese molekules in die dampstroom meer wees as wanneer suiwer gedistilleerde water tot die oond toegevoer was. Dit sal daartoe lei dat meer oliemolekules in die hidrofobiese laag bo-op die water verskyn, en die olie-opbrengs sal styg.

Oliemolekules kan ook chemiese reaksies ondergaan nadat dit uit die biologiese materiaal verwyder is en voordat dit die buret bereik, bv. hidrolisasie, herrangskikking, ens. Hierdie

gemodifiseerde oliekomponente kan, indien dit teruggevoer word tot die oond, chemiese reaksies laat plaasvind wat die plantmateriaal en/of oorblywende oliemolekules self meer ontvanklik maak vir olieherwinning.

Hidrofiliese molekules wat die plantmateriaal verlaat versamel in die waterige deel van die kondensaat. Indien hierdie molekules weer teruggevoer word tot die oond, kan dit verskeie gebeurtenisse tot gevolg hê. Bv., struktuurverswakking van die plantmateriaal kan plaasvind wat dit meer ontvanklik maak vir mikrogolfstraling en/of olie vrystelling. Die molekules wat 'n rol speel nadat dit teruggevoer is tot die oond, kan derhalwe hidrofobiese oliekomponente of geëkstraheerde plantmateriaalmolekules van welke polariteit ookal wees.

Die water tot plantmateriaal verhouding word versteur indien die gehersirkuleerde waterfase gebruik word. Die verhouding (water plus ander molekules) tot plantmateriaal lei noodwendig tot 'n kleiner water tot plantmateriaal verhouding as wanneer geen vreemde molekules in die waterfase teenwoordig is nie (m.a.w. slegs gedistilleerde water). Die effek hiervan is weglaatbaar omrede die aantal geëkstraheerde molekules in die waterfase gering is in vergelyking met die totale aantal watermolekules.

#### **4.3.6. Verdelingsgraad van plantmateriaal**

Die resultate van Grafiek 4.2.5.1. kan as volg verklaar word: Hoe fyner biologiese materiaal fisies verdeel is, hoe groter is die essensiële olie-opbrengs omdat die blootstellingsarea van moontlike oliekliere verhoog. Hierdie verskynsel behoort nie by mikrogolfdestillasie 'n rol te speel óf waargeneem te word nie omrede mikrogolfstraling regdeur materiale kan dring. Die feit dat die resultate wel 'n waargenome verskil in opbrengste aantoon vir verskillende groottes plantmateriaal dui daarop dat die totale irradiasietyd (15 minute) nie voldoende was om ál die olie te herwin vanuit heel plantmateriaal nie. Dit is wel so aangesien die totale irradiasietydsduur van 15 minute vir die standaard eksperimentele lopie gekies is.

Dit is verder moontlik dat, indien heel plantmateriaal gebruik word, diepliggende oliekliere aanwesig is wat onbereikbaar bly vir mikrogolfstraling. Sodanige kliere kan grotendeels oor hidrofobiese oliemolekules beskik waar mikrogolfstraling ongehinderd deurbeweeg. Die kliere

skeur nie en die oliemolekules kan nie uit die oond vergesel word nie.

Plantmateriaal brokstukgrootte beïnvloed die aantal watermolekules wat beskikbaar is om oliemolekules uit die oond uit te vergesel. Die aantal beskikbare watermolekules word verminder deur rehidrasie van die lugdroë biologiese materiaal. Rehidrasie is o.a. afhanklik van die grootte van die plantmateriaal brokstukke. Kleiner brokstukke vergroot die plantmateriaal blootstellingsarea en absorbeer meer vog.

Die opbrengs verkry vir plantmateriaaldeeltjies kleiner as 1 mm was 1.23 %. Vanaf Tabel 5.2.5.1. kan gesien word dat gekerfde en onmiddellik watergedistilleerde plantmateriaal van soortgelyke grootte 1.73 % olie gelever het; vergelykbare materiaal 370 dae voor waterdistillasie gekerf het sowat 0.76 % olie gelever. Die 1.23 % waarde van hierdie eksperiment lê tussen bg. twee waardes omrede die 200 g plantmateriaal < 1 mm benodig vir die datapunt versamel is terwyl die ander groottes plantmateriaal benodig vir die eksperiment óók versamel is. Distillasie het m.a.w. nie direk na kerwing gevolg nie omdat genoeg materiaal eers versamel moes word. Die verskillende distillasiemetodes toegepas speel ook 'n rol, aangesien waterdistillasie etlike ure lank uitgevoer is om soveel as moontlik olie te herwin terwyl mikrogolfdistillasie by gekose bedryfswaardes gedoen is.

#### **4.3.7.Byvoeging van oppervlakspanningsmodifiseerder**

As daar gebruik gemaak wil word van fyn verdeelde plantmateriaal vir olieherwinning is 'n oppervlakspanningsmodifiseerder nodig.

By 125 dpm oppervlakspanningsmodifiseerder per eksperimentele lopie is heftiger opkoking waargeneem as by die hoër byvoegings. Die fynste plantmateriaal brokstukkies het opgespat en aan die kante van die distillasiefles gekleef. Sommiges is saamgedra tot in die buret en is daar uitgespoel. Geen konsentrasie laer as hierdie is ondersoek nie omdat deurskaking van en verstopping met plantmateriaal deur die hele sisteem sal plaasvind. Hoe fyner die plantmateriaal verdeel is hoe hoër sal hierdie afsnykonsentrasie vir die oppervlakspanningsmodifiseerder wees.

Die waargenome opkoking was veral opmerklik in die laaste 5 min irradiasieperiode van 'n lopie a.g.v. die plantmateriaal rehidrasie staat op daardie tydstip. (Soos wat 'n lopie vorder word plantmateriaal progressief benat deur die bygevoegde water.) Die aanvanklike 100 ml water byvoeging per lopie se hoofrol was plantmateriaal rehidrasie alhoewel olie opbrengs alreeds daar noteer is. Wysiging van die verhouding plantmateriaal tot water vind deur die lopie plaas en hierdie veranderlike speel dus 'n sleutelrol in bepaling van die heftigheid van opkoking.

Die 60.2 % opbrengswaarde (paragraaf 4.2.6.) dui daarop dat die oppervlakspanningsmodifiseerder 'n besliste negatiewe invloed op die hoeveelheid olie verkry uitoefen. Die wenslikheid van oppervlakspanningsmodifisering word gevolglik bevestig en sisteme behoort eerder ontwerp te word om van heel plantmateriaal gebruik te maak as opkoking 'n wesenlike probleem is met fyn materiaal. Nog 'n moontlikheid is om 'n ander oppervlakspanningsmodifiseerder te gebruik. Om 'n nie-toksiese, goedkoop, maklik hersirkuleerbare, omgewingsvriendelike oppervlakspanningsmodifiseerder te vind wat nie deur mikrogolfstraling modifiseer word nie, mag egter 'n probleem wees.

Hoe hoër die konsentrasie oppervlakspanningsmodifiseerder styg in die oplossing hoe laer behoort die olie opbrengs te wees a.g.v. die beperkende uitwerking van verhoogde oppervlakspanning t.o.v. die generering van damp. Die doel is juis om opkoking (die generering van damp) te beperk. Die resultate van Grafiek 4.2.6. toon egter 'n minimum olie opbrengs by ca. 500 dpm oppervlakspanningsmodifiseerder, waarna die olie opbrengs styg met toenemende hoeveelhede oppervlakspanningsmodifiseerder. Die rede hiervoor is soortgelyk aan dié genoem in paragraaf 4.3.2. Die totale volume van die "olie" het afgeneem terwyl die massa "olie-opbrengs" toeneem. Dit is te wyte aan afdistillering van polêre molekules vanuit die biologiese materiaal matriks; molekules wat normaalweg nie gesien word as behorende aan die essensiële olie nie. Hierdie feit is bevestig deur die produk verkry by 2000 dpm oppervlakspanningsmodifiseerder se voorkoms.

Dit is selfs moontlik dat van die komponente wat in die oppervlakspanningsmodifiseerder formulering voorkom (bv. koolwaterstofkettings met polêre substituenten), afgedistilleer het en as deel van die produk waargeneem is.

#### 4.3.8. Voorafbehandeling nl. weking

Grafiek 4.2.7.1. toon geen duidelike of maklik verklaarbare patroon tussen plantmateriaal wekingstyd en die olie-opbrengs daaruit verkry nie. 'n Optimum olie-opbrengswaarde (0.93 %) is egter wel verkry met 'n wekingsduur van 240 minute. Moontlike verklarings vir die waargenome gedrag sluit die volgende in:

- Chemiese modifisering en hidrolisasie van sekere klasse essensiële oliekomponente kon plaasgevind het tydens weking. Hierdie beïnvloeding is tydsafhanklik wat verskillende opbrengste by verskillende wekingstye kan verklaar.
- Water- sowel as uitgeloogde molekules kan strukturele verswakking en/of skade aan die plant se fisiese struktuur veroorsaak wat die gemak waartoe oliemolekules daaruit herwin word kan beïnvloed.
- Die aanvangs water tot plantmateriaalverhouding het wel nie verskil vir die verskillende eksperimentele datapunte nie maar die verhouding m.b.t. wáár die water te vinde is het wel verskil, nl. binne die plantmateriaal brokstuk of daarbuite. Die ligging van die watermolekules (rehidrasie staat) sal 'n invloed uitoefen op olieherwinning bv. die mate waartoe oliemolekules meegesleur sal word, ens. (So het 40 g plantmateriaal ca. 100 ml gedistilleerde water benodig vir rehidrasie na 24 uur van weking.) Water sal in en/of uit die plantmateriaal brokstuk beweeg op enige gegewe tydstip, afhangend van verskeie faktore soos die plantmateriaal hidrasie staat en osmotiese kragte.
- Die effek van gedistilleerde water kan nie buite rekening gelaat word nie. Opgeloste- én wateroplosbare verbindings in die botaniese materiaal sal na die vloeistoffase beweeg in 'n poging om konsentrasie ewewig daar te stel. Ook kan (organiese) afbraakprodukte, wateroplosbare/solveerbare produkte van alle chemiese reaksies wat mag plaasvind, ens. uit die plantmateriaal geloog word. Ter ondersteuning vir die feit dat sodanige prosesse wel plaasvind, die volgende:
  1. Die wekingswater het progressief al donkerder geraak soos wat die wekingsduur toegeneem het. Na 20 minute van weking was dit steeds



deursigtig, na 60 minute goudgeel en na 1440 minute van weking was die kleur daarvan donkerbruin tot swart.

2. Sommige lopies (bv. 20 minute weking) het, op 'n wyse wat nie maklik met wekingstyd korreleerbaar was nie, selfs die distillaat sodanig beïnvloed dat dit donkerbruin vertoon het. Ander lopies se distillate was weer deurskynend soos wat normaalweg die geval was.

Die effek wat hierdie molekules op die plantmateriaal uitoefen sal verskil met tyd omdat bv. chemiese reaksies produkvorming tydafhanklik is. Dus sal verskille in olie-opbrengste waargeneem word by verskillende wekingstye.

- Die eksperimentele gedrag van die plantmateriaal en water mengsels by verskillende wekingstye was uiteenlopend. Bv., sekere lopies (bv. 5 minute wekingstyd) het erg opgekook en selfs deur die sisteem gekook, terwyl ander (bv. 20 minute van weking) net-net wou opkook en nog ander (bv. 1440 minute van weking) geen opkokinggedrag vertoon het nie. Elke wekingstyd plantmateriaallading kan derhalwe in sekere opsigte beskou word as uniek.

Dit kan dus gestel word dat voorafweking met gedistilleerde water 'n komplekse uitwerking het op botaniese materiaal. Hierdie komplekse wisselwerkinge kan nie maklik verklaar word nie en verkry gestalte in wisselende olie-opbrengswaardes.

Die merkwaardige ooreenstemming van die onlangse en vorige eksperimentele resultate bevestig eksperimentele akkuraatheid en herhaalbaarheid. Verskille wat wel bestaan tussen hierdie twee stelle resultate is waarskynlik a.g.v. die volgende: Intrinsieke plantmateriaal veranderlikes (bv. verskillende ouderdomme (m.b.t. die oes daarvan) plantmateriaal is gebruik) of eksperimentele varieerbaarheid (al die lopies van die vorige resultate is nie deur die outeur self uitgevoer nie in teenstelling met die onlangse reeks lopies.)

Indien weking as produksieveranderlike kommersieel benut wil word, moet die ander bedryfsveranderlikes betrokke eers bepaal word. Hierna kan verskillende wekingstye eksperimenteel ondersoek word om te bepaal wat die optimum wekingstyd sal wees. Dit mag

egter meer koste-effektief wees om plantmateriaal vir 'n korter periode te week of selfs glad nie, omrede verskeie houers nodig sal wees om die plantmateriaal in verskillende wekingsstadiums op die perseel te hou in afwagting vir hulle distillasielopies.

#### 4.3.9.Ladingsgrootte

By die lopies waar 50 g plantmateriaal en 125 ml water gebruik is, het deurkoking 'n wesenlike probleem geword. Hierdie bedryflimiet is veral waargeneem in die derde irradiasieperiode van 'n lopies. (Op daardie stadium het daar reeds 'n sekere massa water in die distillasiefles geakkumuleer omdat minder as 125 ml afgedistilleer het in die vorige 5 minute irradiasieperiode.) Skielike opkoking het gelei tot verstopping van die silikonrubberbuis en/of drukontlasting deur die veiligheidsklep genoodsaak.

'n Optimum olie opbrengs kan by die 40 g plantmateriaal datapunt op grafiek 4.2.8.1. waargeneem word. 'n Laer opbrengs word by hoër (as die optimum) ladingsmassas verwag omdat die magnetron se energie uitset nie in staat is om die plantmateriaal en water genoegsaam te verhit nie. Dus word al die olie in só 'n lading plantmateriaal nie vinnig genoeg vervlugtig nie. (Die beperkende faktor is irradiasietyd duur en as dit lank genoeg is sal groter hoeveelhede olie herwin word.)

Die optimum oondladingsmassa (40 g) kan in verband gebring word met die oonddrywing (1400 W). Die waarde is veral nuttig tydens ekstrapolering na groter oonde se plantmateriaal ladingslimiete of berekening van die minimum oondrywing benodig om 'n gegewe hoeveelheid olie te produseer. Vir *L. scaberrima* plantmateriaal (met 2.5 maal soveel water bygevoeg) word  $1400/40 = 35$  W derhalwe benodig vir elke gram plantmateriaal wat gedistilleer gaan word as die totale enkelladingsdistillasietyd 15 minute is.

By kleiner ladingsmassas as die optimumwaarde is ook laer olie opbrengste verkry. Dit kan wees a.g.v. terugweerkantsing van elektromagnetiese straling na die magnetron omdat die lading binne die oondruimte klein is. (Klein oondladings word in verband gebring met magnetronfaling.) Hierdie verminderde hoeveelheid mikrogolfstralingsenergie in die oondruimte sal lei tot 'n laer

olie leweringstempo. Verder is die absolute hoeveelheid watermolekules in die oond minder alhoewel die verhouding plantmateriaal tot water konstant gebly het t.o.v. die ander datapunte. Hierdie verminderde aantal watermolekules moet die oliemolekules saamdra na die buret en die meesleuringskrag daarvan is minder. By die 20 g datapunt het die plantmateriaal opvallend gebrand geruik.

By die laer oondladingsmassas, a.g.v. die absolute verminderde hoeveelheid watermolekules, begin polêre molekules in die plantmateriaal self ook inset mikrogolfenergie absorbeer. Dit mag lei tot herrangskikking, modifisering en degradering van komponente van die materiaalatriks. Moeiliker herwinning van oliemolekules mag geskied vanuit 'n veranderde biologiese matriks.

Die optimum ladingsgrootte is net van toepassing by die eksperimentele plantmateriaal tot water verhouding. By die gekose verhouding maak die plantmateriaal 40/140 28.6 % van die aanvanklike oondlading uit. Hoër aanvangs plantmateriaalpersentasies mag hoër olie opbrengste lewer.

#### **4.3.10. Distillasiekinetika**

Die olie opbrengs neem progressief toe met toenemende irradiasietydskuur. Dit bereik 'n plato by ca. 15 minute van irradiasietydskuur waarna 'n minimale hoeveelheid olie verkry is in die volgende 5 minute irradiasieperiode. Hierdie resultate is in ooreenstemming met wat verwag is, omrede dit deels gesien kan word as 'n ondersoek na irradiasietydskuur, en wat reeds bespreek is in paragraaf 4.3.2. Dit is egter nie 'n blote herhaling van daardie eksperiment nie en die resultate kan nie onderling vergelyk word nie, en wel om die volgende redes:

- By die ondersoek na irradiasietydskuur is vir elke lopie gebruik gemaak van 'n bepaalde tydskuur (bv. 3 minute) waarna die 100 ml watertoevoeging gemaak is. Vir die doel van hierdie eksperiment is die standaard bedryfsprosedure as grondslag geneem, en dit kan gesien word as 'n ondersoek na die distillasiekinetika van die standaard bedryfsprosedure. Die enigste eksperimentele punt hier verkry wat gevolglik vgl. kan word met die ondersoek na irradiasietydskuur is die olie opbrengs by 15 minute. Die eksperiment is

spesifiek só ontwerp omrede die opbrengs na 15 minute o.a. nuttig is vir Tabel 4.3.12.2. en as kontrole vir eksperimentele akkuraatheid dien.

- Irradiasietydsduur soos vroëer ondersoek is in ooreenstemming met ander water tot plantmateriaal verhoudings as wat tydens hierdie eksperiment ter sprake was.
- Die invloed van irradiasietydsduur op olie opbrengs moes bepaal word alvorens die distillasiekinetika ondersoek kon word. As daar geen inligting bestaan aangaande die invloed van 'n spesifieke veranderlike op 'n sisteem nie kan optimering van die veranderlike as eerste keuse uie uitgevoer word nie.
- Die inkrementele waarde vir irradiasietydsduur by hierdie eksperiment was 1 minuut, terwyl dit 3 minute was by die ondersoek na irradiasietydsduur. Hierdie verfyning maak optimering van irradiasietydsduur t.o.v. bv. die koste daarvoor benodig moontlik.

Die opbrengs plato na 15 minute van irradiasie kan verklaar word deur 'n mate van water oorlading in die distillasiefles. Op daardie stadium het 'n hoeveelheid water afkomstig van vorige water byvoegings alreeds in die fles begin akkumuleer. Die water tot plantmateriaal verhouding in die fles is versteur en die mikrogolfstraling moes die groter hoeveelheid water verhit en vervlugtig. Die totale residuele hoeveelheid olie in die plant op hierdie stadium was egter betreklik min sodat die opbrengs aan olie (soos getoon op Grafiek 4.2.9.1.) laag was.

Daar kan gesien word op Grafiek 4.2.9.1. dat die optimum distillasietyd duur m.b.t. olie opbrengs in die omgewing van 14 minute lê. Deur die koste van irradiasie te neem en dit te vergelyk met olie opbrengs (en olieprys) kan besluit word wat die optimum irradiasietydsduur moet wees vir 'n gegewe toepassing. Hierdie resultaat is vanselfsprekend net van toepassing by die eksperimentele water tot plantmateriaal verhouding.

Soos genoem in paragraaf 4.2.9. neem die distillaatwater opbrengs bykans reglynig toe met tyd. Deur linêre regressie op die waardes van Grafiek 4.2.9.2. uit te voer resulteer die volgende:

$$\text{Distillaat verkry (g)} = 67.932 \times \text{Irradiasietydsduur (min)} - 128.82$$

Die regressiekoëffisiënt vir bg. vergelyking is 0.9965. Deur die waardes van minute 1, 6, 11 en

16 (die minute wat direk volg op water toevoegings) uit te laat en weereens 'n reguitlyn regressie-analise uit te voer, resulteer:

$$\text{Distillaat verkry (g)} = 69.236 \times \text{Irradiasietydsduur (min)} - 137.72$$

Die regressiekoëffisiënt vir bg. vergelyking is 0.9983. Die water byvoegings verstuur die sisteem omdat dit eers verhit moet word vanaf omgewingstemperatuur tot by die kookpunt van water voordat dit vervlugtig kan word. (By die ander minuut-metings was die water reeds verhit.) Die verstuur is egter nie só groot nie omdat die grootste weerstand teen energie-oordrag gesetel is in die latente verdampingswarmte van water vs. die warmtekapasiteit van water.

'n Reglynige verband t.o.v. die distillaat verkry word verwag, omdat die magnetron, as dit eers 'n gestadige temperatuur bereik het, 'n konstante energieuitset lewer. Hierdie konstante energieuitset per tydseenheid (1 minuut) word getransleer in 'n konstante hoeveelheid water wat gedurende die tydseenheid verdamp (en dan kondenseer).

Bg. wiskundige analise bevestig die eksperimentele akkuraatheid (regressiekoëffisiënt verhoog as datapunte wat verstuurings verteenwoordig weggelaat word) sowel as verklaar die waargenome gedrag en vergemaklik die interpretasie van die distillaat distillasiekinetika.

#### **4.3.11. Alternatiewe oplosmiddel**

Heelwat uiteenlopende oplosmiddels kan in mikrogolfsisteme benut word. Só kan botaniese materiaal in nie-polêre oplosmiddels soos heptaan geplaas word en die oplossing dan geïrradieer word. Dit veroorsaak selektiewe verhitting van polêre verbindings in die plant wat kan lei tot ekstraksietye so kort as 30 s (Terblanché, 1995: 35–39).

Die opstelling gebruik in hierdie studie noodsaak die benutting van 'n oplosmiddel wat ten minste deels polêr moet wees, a.g.v. die volgende:

- (Polêre) oplosmiddelmolekules dra die nie-polêre oliemolekules deur die silikonrubber

verbindingbuis tot by die kondensator. As 'n nie-polêre oplosmiddel gebruik word sal daar te min draermolekules aanwesig wees.

- Die opbrengs (olie) vanuit die botaniese materiaal is hidrofobiese en dus nie-polêre molekules. As polêre molekules herwin uit die plant (en wat in die standaardopstelling in die waterfraksie verlore gaan) bygereken gaan word as deel van die opbrengs is die resultate nie vergelykbaar met dié verkry met water as oplosmiddel nie. Dit is deels die rede waarom selfs 'n polêre oplosmiddel soos etanol se produk as ekstrak gesien word.
- Die oplosmiddelmolekules en oliemolekules moet van mekaar geskei word na distillasie. Hoe meer nie-polêr die oplosmiddelmolekules is hoe meer mengbaar sal dit met die oliemolekules wees. Skeiding van die oplosmiddel en oliemolekules mag so bemoelijk word.

Verskeie alternatiewe polêre oplosmiddels is oorweeg nl. asetoon, etielasetaat, ens. A.g.v. beskikbaarheid, koste, ens. is besluit op 99 % etanol. As etanol gebruik word is 'n bykomende distillasiestap nodig na die aanvanklike distillasie om die oplosmiddelmolekules te skei van die produk. Water, met 'n dipoolmoment van 1.85 D, is ietwat meer polêr as etanol, met 'n dipoolmoment van 1.69 D (Atkins, 1990: 959–960). Die soortlike gewig van etanol is 0.789 en die kookpunt daarvan by 1 atm is 78.4°C (351.55 K) (Perry, Green *et al*, 1984: 3.34).

Die produk van hierdie distillasielopies is nie meer 'n suiwer essensiële olie nie maar word eerder beskou as 'n ekstrak. Etanol openbaar bv. verskille in polariteit, oliemolekule oplosbaarheid en kookpunt t.o.v. water en daarom kan die resultate nie sonder meer vergelyk word nie. Verder, omdat etanol en water chemies verskil sal dit verskillende gedrag onder gepolariseerde toestande openbaar.

Die "olie" wat na afdistillering van die etanol verkry is, het nie veel aan die essensiële olie verkry met waterdistillasie herinner nie. Dit was donkergeel tot bruin en het stroperig voorgekom. Dit het nie gelyk of geruik soos die watergedistilleerde olies nie. Die opbrengste was laer as met water as oplosmiddel omdat die kontaktyd met die plantmateriaal verkort is sowel as die unieke oplosmiddeleienskappe van etanol. Die produk het in al die gevalle eerder aan 'n ekstrak herinner as aan 'n olie. Bv., die produk verkry met die verlengde distillasietydskuur het herinner aan die

24 minute totale distillasietydswaarde op Grafiek 4.2.1.1.

Water is verkieslik as oplosmiddel bo etanol a.g.v. die volgende: Die produk verkry met die etanol het nie herinner aan die watergedistilleerde olies nie. Die gebruik van etanol as oplosmiddel noodsaak 'n bykomende distillasiestap. Hierdie stap vereis energie en tyd, verhoog die koste en verleng die herwinningstyd sowel as die blootstellingstyd van oliemolekules aan hoë temperature, wat kan lei tot nuwe-reaksies en degradering van die produk. Water as oplosmiddel is meer gereedelik beskikbaar, goedkoper en hou nie die ontploffingsrisiko van etanol in nie.

Daar is egter aangetoon dat die apparaat geskik is om ook met ander oplosmiddels botaniese molekules te kan herwin. Ander oplosmiddels sou in die toekoms ondersoek kon word indien dit wenslik is.

#### 4.3.12. Relatiewe invloed van veranderlikes ondersoek

Die doel van die enkelladingseksperimente was o.a. om relatiewe gewigte toe te ken aan die belangrikheid van die verskillende produksieveranderlikes wat ondersoek is. Tabel 4.3.12.1. verskaf die maksimum olie-opbrengste behaal gedurende ondersoek na die invloed van die verskillende veranderlikes.

**Tabel 4.3.12.1. : Maksimum olie opbrengste (Enkelladingsdistillasie)**

Veranderlike	% Olie-opbrengs (g olie/g plant)
Irradiasietyd	1.30
Water tot plantmateriaal gebruik	1.12
Voginhoud	0.82
Hersirkulasie	1.77
Verdelingsgraad	1.23



Byvoeging van Oppervlakspanningsmodifiseerder	0.50 <sup>1</sup>
Voorafbehandeling nl. Weking	0.93
Ladingsgrootte	0.91
Distillasiekinetika	0.89
Alternatiewe oplosmiddel	Nie van toepassing nie <sup>2</sup>

- Notas:
- (1) Heel plantmateriaal is nie gebruik nie en hierdie waarde verteenwoordig daarom fyn verdeelde plantmateriaal.
  - (2) Die maksimum opbrengs hier verkry is nie van toepassing vir die doel van die bespreking nie aangesien die produk 'n etanol-ekstrak is en nie 'n afgedistilleerde olie nie. Die opbrengste is daarom nie vergelykbaar nie.

Hersirkulasie oefen verreweg die grootste invloed uit t.o.v. olie opbrengste verkry vir die veranderlikes ondersoek. Irradiasietydsduur, plantmateriaal verdelingsgraad en verhouding water tot plantmateriaal gebruik se invloed op opbrengs is ook heelwat groter as die invloed uitgeoefen deur die ander veranderlikes. Hierdie veranderlikes verteenwoordig die belangrikstes waaraan aandag geskenk moet word tydens ontwerp van mikrogolfsisteme toegespits op die herwinning van die maksimum aantal oliemolekules.

Die maksimum opbrengste verkry met die ondersoek na weking, ladingsgrootte en distillasiekinetika se invloed op olie opbrengs is van vergelykbare ordegrootte. Hierdie veranderlikes kan steeds 'n belangrike rol speel gedurende olieherwinning en behoort verstelbaar te wees onder bedryfstoestande sodat optimering daarvan kan geskied.

Tabel 4.3.12.1. toon aan dat die botaniese materiaal veginhoud (wat ook deels neerkom op wisseling in die verhouding water tot plantmateriaal gebruik) slegs van nut is om

bedryfsprosedures te vergemaklik as *L. scaberrima* olie herwin wil word. Die invloed daarvan op olie opbrengs is weglaatbaar in vergelyking met die ander veranderlikes.

Daar behoort weggebly te word van oppervlakspanningsmodifisering. Die maksimum olie opbrengs verkry met dié veranderlike dui daarop dat mikrogolfdistillasiesisteme só ontwerp behoort te word as om die byvoeging daarvan te vermy. Indien dit nodig blyk te wees a.g.v. fynverdeelde plantmateriaal brokstukkies wat elkeen dien as 'n kokingskern, behoort die sisteem eerder aangepas te word om heel plantmateriaal te kan benut.

Die veranderlikes ondersoek behoort nie in isolasie beskou te word nie. Die meganisme waarvolgens een daarvan 'n verhoging in olie-opbrengs teweegbring, mag die meganisme waarvolgens 'n ander veranderlike olie-opbrengs verlaag betrek. Sodanige teenstrydige effekte mag die olie-opbrengs daarom selfs verlaag indien beide se optimum eksperimentele toestande gelyktydig gekombineer word in 'n enkele lopie. Heelwat waarde kan egter geput word uit die relatiewe belang van elke veranderlike t.o.v. olie-opbrengs sodat daardie veranderlikes wat 'n groter rol speel voorrang sal geniet tydens eksperimentele ontwerp.

Geen uitsprake kan dus gemaak word oor komplementêre, antagonistiese of sinergistiese wisselwerkings tussen hierdie en/of ander veranderlikes nie. Die veranderlikes ondersoek verteenwoordig verder slegs 'n onderafdeling van essensiële olie produksie, omrede bv. die geografiese gebied waar plantmateriaal verbou word se invloed op olie-opbrengs van groter belang mag wees.

As 'n kontrole op eksperimentele prosedure is die olie-opbrengs wat onder standaardtoestande in elke eksperimentele reeks verkry is met mekaar vergelyk. Die standaardtoestande is: 15 minute irradiasie, 2.5 ml water/g plantmateriaal, 12 % vog (lugdroë plantmateriaal), 0 % hersirkulasie en heel plantmateriaal. Tabel 4.3.12.2. toon aan dat die verskille weglaatbaar is en dat die eksperimentele prosedure dus herhaalbare resultate lewer.

**Tabel 4.3.12.2. : Standaard opbrengste (Enkelladingsdistillasie)**

Veranderlike ondersoek	% Olie-opbrengs (g olie/g plant)
Irradiasietydsduur	0.87
Water tot plantmateriaal gebruik	0.90
Voginhoud	0.82
Hersirkulasie	0.89
Verdelingsgraad	0.88
Byvoeging van Oppervlakspanningsmodifiseerder	Nie van toepassing nie <sup>1</sup>
Voorafbehandeling nl. weking	0.88
Ladingsgrootte	0.91
Distillasiekinetika	0.88
Alternatiewe oplosmiddel	Nie van toepassing nie <sup>2</sup>

Notas: (1) Heel plantmateriaal is nie gebruik nie en hierdie waarde verteenwoordig daarom fyn verdeelde plantmateriaal.

(2) Die maksimum opbrengs hier verkry is nie van toepassing vir die doel van die bespreking nie aangesien die produk 'n etanol-ekstrak is en nie 'n afgedistilleerde olie nie. Die opbrengste is daarom nie vergelykbaar nie.

Die waarde verkry gedurende die ondersoek na voginhoud, nl. 0.82 %, is waarskynlik 'n uitskieter. Twee stelde statistiese analyses is daarom uitgevoer, nl. een stel waar die waarde wel in berekening gebring is en 'n ander stel waar dit nie in berekening gebring is nie. Die statistiese analyses word getoon in Tabel 4.3.12.3.

**Tabel 4.3.12.3. : Statistiese analyses van die standaardopbrengste**

	<b>Al die opbrengs waardes gebruik</b>	<b>Voginhoud opbrengs weggelaat</b>
Reikwydte	0.09 %	0.04 %
Gemiddeld	0.879 %	0.887 %
Mediaan	0.88 %	0.88 %
Modus	0.88 %	0.88 %
Standaardafwyking	0.0270 %	0.0138 %

Die standaardopbrengswaarde bepaal tydens die ondersoek na voginhoud, 0.82 %, se invloed op die reikwydte en standaardafwyking is duidelik. Hierdie waarde lê verder as 3 standaardafwykings onder die gemiddeld as dit weggelaat word uit die datastel, nl.  $0.887 - 3(0.0138) = 0.846$  %. (Vir data wat normaalverdeel is, word meer as 99 % van al die datapunte gevind binne 6 standaardafwykings rondom die gemiddeld versprei.) As dit deel vorm van die datastel lê dit verder as 2 standaardafwykings onder die gemiddeld, nl.  $0.879 - 2(0.0270) = 0.825$  %. Gevolglik word die waarde as uitskieter beskou.

Bg. groothede kan in verband gebring word met eksperimentele akkuraatheid, herhaalbaarheid en betroubaarheid. Ooreenstemming van die waardes in Tabel 4.3.12.2. word verwag want dit is dieselfde operateur, plantbron, identiese bedryfsprosedures geld, dieselfde oond is gebruik, ens. Verskille word weer verwag a.g.v. biologiese variasie (statistiese verdeling in plant self t.o.v. hoeveelhede olie daarin), plantmateriaal verskillende ouderdomme ten tyde van distillasielopies (al is die verskil klein), die natuurlike verdeling van blare tot blomhofies per eksperiment verskil, ens.