

УДК 665.36

Ю. Е. ОМЕЛЬЧЕНКО, И. Н. ДЕМИДОВ**ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МЕТОДА ПЕРКОЛЯЦИОННОЙ ЭКСТРАКЦИИ ДЛЯ ИЗВЛЕЧЕНИЯ ЛИПИДОВ ИЗ ВТОРИЧНЫХ ПРОДУКТОВ МАСЛОЖИРОВОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ**

Воскоподобные вещества являются ценным продуктом и сырьем для многих отраслей промышленности. Существующие способы получения восков имеют ряд недостатков, таких как значительные энергетические затраты, большой расход растворителя или образование дополнительных отходов. В статье представлены результаты исследований выделения липидов из отработанного фильтрующего порошка (зажиренный перлит) с последующим выделением воскоподобных веществ методом перколяционной экстракции.

Ключевые слова: воскоподобные вещества, фильтрующий порошок, экстракция, гексан, сивушное масло.

Введение. На сегодняшний день переход на использование высокоэффективных экологически чистых производств и технологий является актуальной задачей для всех отраслей промышленности. Этот переход направлен не только на энергосбережение и полную использования сырья, но и на уменьшение отходов за счет их рециркуляции или дальнейшего использования в других производствах [1, 2].

В масложировой промышленности удаление воскоподобных веществ осуществляется на стадии вымораживания, которая включает в себя охлаждение масла, экспозицию и фильтрование выпавших кристаллов восков с помощью фильтрующего порошка [3]. Вследствие этого образуется трудно утилизируемый вторичный продукт с довольно большим содержанием липидов – до 65 %.

Предлагаемые способы использования и утилизации маслосодержащего фильтровального порошка многообразны:

- добавка к комбикормам животных [4, 5].
- удобрение для восстановления почвы.
- применение в качестве сырья для производства цемента и перпича.
- вывоз в места захоронения [6].

На первый взгляд перечисленные способы утилизации фильтровального порошка просты и целесообразны, однако не всегда рациональны с экономической точки зрения.

Отработанный фильтровальный порошок представляет собой смесь ценных продуктов, таких как воскоподобные вещества, масло и фильтрационный порошок. Воск является ценным продуктом для коммерческого использования (в косметологии, фармацевтике и др.), а также в технике. Выделенное из отработанного фильтрующего порошка масло может быть возвращено в производство или использоваться в качестве сырья для получения других продуктов. Обезжиренный порошок желателно использовать повторно на стадии вымораживания.

Исходя из выше сказанного, переработка такого побочного продукта масложировой промышленности, как зажиренный фильтрующий порошок, является актуальной задачей.

Анализ последних исследований и литературы. В ранее опубликованных изданиях [7 – 9] были представлены некоторые способы

извлечения воскоподобных веществ и регенерации фильтровального порошка.

Разделение отработанного перлита с использованием водного раствора мыла предусматривает получение регенерированного фильтрующего порошка и смеси масло-воск. Водный раствор мыла добавляется непосредственно к перлиту или получается путем омыления жирных кислот, находящихся в перлите, едким натрием. Подсолнечное масло отфильтровывают от кристаллов восков через тканевые салфетки на фильтр-прессе в присутствии свежего фильтрующего порошка или регенерированного [7]. Недостатком данного способа разделения является образование большого количества сточных вод, большая длительность и многостадийность процесса.

В работе [11] предлагается разделение отработанного фильтрующего порошка горячей водной экстракцией для получения жировосковой смеси с последующим удалением остаточной влаги вакуумной сушкой. Далее жировосковая смесь охлаждается в течение 5 – 72 часов при температуре 4 – 40 °С, и фильтруется от выпавших кристаллов воска. Неблагоприятным фактором данного способа является длительность процесса и сложность аппаратного оформления.

Использование органических растворителей для извлечения липидных веществ из отработанного фильтрационного порошка было продемонстрировано в [8 – 10]. В качестве растворителя при экстракции использовался изопропиловый спирт [8, 12] и абсолютный этиловый спирт (с концентрацией не ниже 99 %) [8, 9].

Использование в качестве растворителя изопропилового спирта описано в [12]. Технология предусматривает смешивание фильтровального порошка с маслом или жиром, нагревание смеси и отделение липидной части. Полученный фильтрат охлаждают и разделяют на масло и концентрированный масло-восковой осадок, который растворяют в изопропиловом спирте. После кристаллизации восков раствор фильтруют, мисцеллу дистиллируют с получением масла, воскоспиртовой осадок дистиллируют с целью получения восков [12]. Многостадийность и сложность аппаратного оформления процесса являются недостатками данной технологии.

Предложенный способ извлечения липидов из фильтрующего порошка абсолютным этанолом предлагает получение регенерированного фильтрующего порошка с остаточной масличностью ниже 2,0 % и смесь масло-воск, без последующего его разделения. Однако этиловый спирт дорог, а его абсолютизация длительный и недешевый процесс.

Метод регенерации отработанного фильтровального порошка предлагаемый в работе [13] заключается в пропускании метилендихлорида через слой фильтровального порошка с последующей отгонкой растворителя. В результате получают фильтровальный порошок, который может использоваться повторно и маслососковую смесь. Однако данный метод не предусматривает разделение маслососковой смеси с выделением ценного продукта – восков.

При выборе метода экстракции более перспективным является перколяционный, по сравнению с контактным. Этот метод экстракции рассматривался для извлечения липидов из фильтрующего порошка с использованием в качестве растворителя абсолютного этилового спирта [9]. Результаты показали сокращение расхода растворителя в два раза. Но на сегодняшний день стоимость абсолютного этилового спирта выше, по сравнению с другими растворителями, и это приводит к поиску альтернативных растворителей с аналогичными показателями извлечения липидов из отработанного фильтрующего порошка и кристаллизации воскоподобных веществ.

Цель и основные задачи исследования. Проанализировать глубину экстракции при использовании различных растворителей с помощью перколяционного метода. Определить выходы липидов и воскоподобных веществ.

Соответственно поставленной цели были сформулированы и решены следующие задачи:

– определить влияние предлагаемых растворителей на степень экстракции липидов из фильтрующего порошка;

– установить рациональные параметры технологического процесса экстракции липидов растворителями;

– исследовать кинетическую зависимость извлечения липидов из отработанного фильтрующего порошка;

– определить количественное содержание воскоподобных веществ в извлеченных липидах;

– определить состав обезжиренного и освобожденного от воскоподобных веществ фильтровального порошка.

Материалы исследования. Для реализации поставленной задачи объектом исследования был выбран отработанный фильтрующий порошок, полученный на Кировоградском жировом комбинате; масличность которого составила 56 %.

Экстракцию проводили перколяционным методом в колонне с водяной рубашкой при температуре 65 °С и 95 °С. Температурные режимы были выбраны в соответствии с температурами кипения используемых растворителей (гексан и сивушное масло).

Фильтрующий порошок помещался в экстракционную колонну, а растворитель подавался сверху, для воспроизведения производственных условий. В процессе эксперимента контролировалась подача растворителей и температура. Отбор пробы осуществлялся после каждых 10 см³ мисцеллы. В каждом полученном образце анализировалось содержание липидов, а в адсорбенте определяли остаточную масличность.

Результаты исследования. На рис. 1 показана кинетика извлечения липидов из отработанного фильтрующего порошка с использованием в качестве растворителей гексан и сивушное масло.

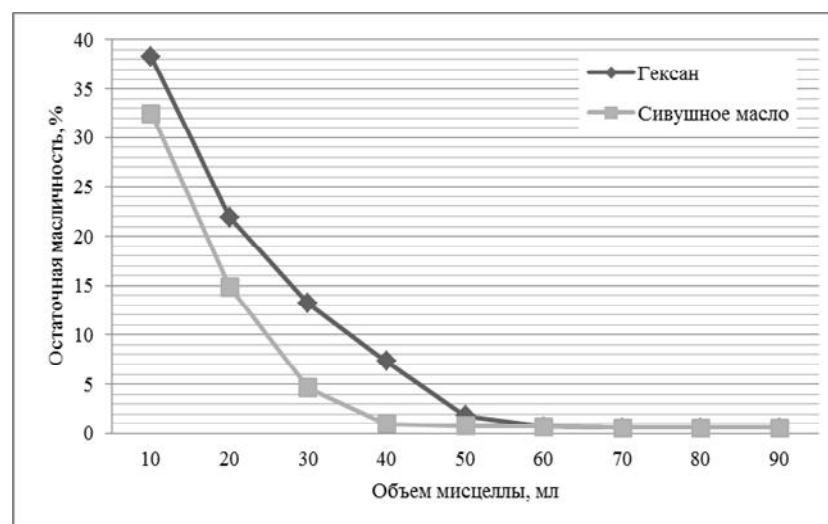


Рис. 1 – Кинетические кривые извлечения липидов из отработанного фильтрующего порошка

Из данных, приведенных на рис. 1 видно, что скорость экстракции выше при использовании в качестве растворителя сивушного масла. Остаточная масличность меньше 1 % наблюдается уже при отборе 4-й пробы, в то время как, у гексана она

довольно высока – более 7 %, при тех же параметрах.

По результатам эксперимента (рис. 1) было определено рациональное соотношение растворитель–зажиренный перлит. Для подтверждения полученных

данных была проведена серия экспериментов, результаты извлечения общего количества липидов изображены на рис. 2.

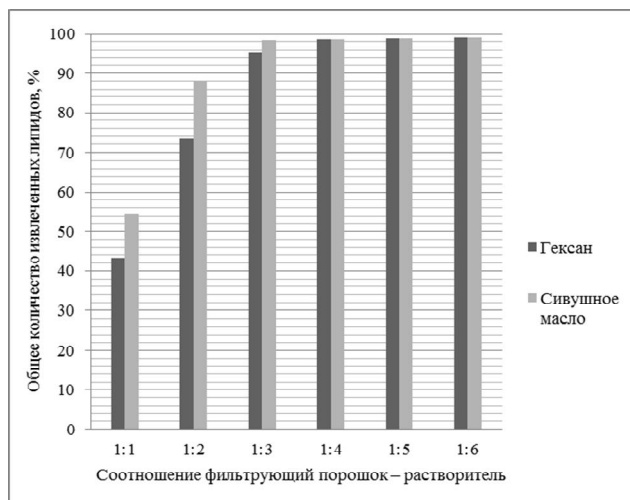


Рис. 2 – Степень извлечения липидов из отработанного фильтрующего порошка от количества растворителя

По результатам представленных на рис. 2 видно, что сивушное масло извлекает более 98 % от общего количества липидов при соотношении фильтрующий порошок : растворитель – 1:3, по сравнению с гексаном – около 95 % при том же соотношении.

На рис. 3 показывает зависимость остаточной масляности фильтрующего порошка от количества растворителя.

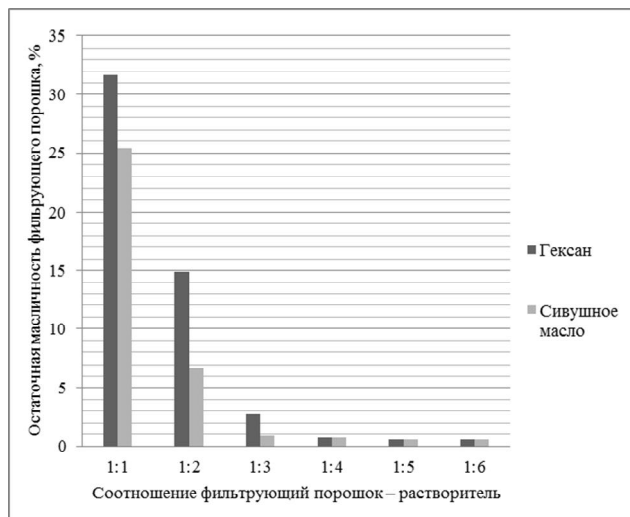


Рис. 3 – Извлечение остаточной масляности фильтрующего порошка от количества растворителя

Из графика видно, что остаточная масляность фильтрующего порошка при соотношении фильтрующий порошок : сивушное масло – 1:3, составило менее 1 %, по сравнению с гексаном – более 2 % при тех же условиях.

Из рис. 2 и 3 вытекает, что при перколяционном методе экстракции липидов из отработанного фильтрующего порошка рациональные условия извлечения достигнуты при использовании в качестве растворителя сивушного масла в

соотношении фильтрующий порошок : растворитель как 1:3 и температуре процесса 95 °С. Общее количество извлеченных липидов составляет 98 % при остаточной масляности перлита менее 1 %.

Преимущество данного метода заключается в высокой степени извлечения нейтральных липидов, сокращения расхода растворителя и в отсутствии стадии фильтрации мисцеллы от фильтрующего порошка.

В полученных образцах липидов определили методом кристаллизации из растворителя содержание воскоподобных веществ. Для проведения анализа были выбраны следующие условия процесса: соотношение смеси масло–воск : растворитель – 1:5, температура кристаллизации 10 °С и время кристаллизации 24 ч, растворитель использовался тот же, которым извлекали образцы. Результаты представлены на рис. 4.

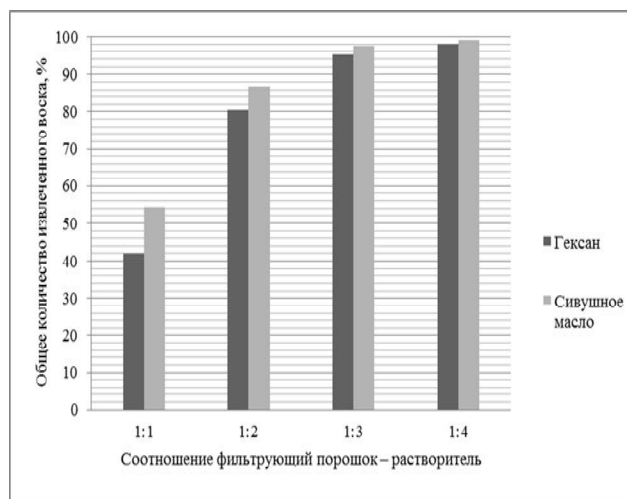


Рис. 4 – Количество извлеченных воскоподобных веществ в зависимости от количества растворителя

Как видно из рис. 4 наибольшее количество воскоподобных веществ извлечено из образца, полученного при соотношении отработанный фильтровальный порошок : растворитель – 1:3, в качестве растворителя использовалось сивушное масло. Выход воскоподобных веществ составил более 97 %.

В дальнейшей работе необходимо провести анализ показателей качества воскоподобных веществ, масла и фильтрационного порошка, полученных описанным выше методом.

Выводы. В ходе исследований были определены рациональные условия извлечения из отработанного фильтровального порошка (зажиренный перлит) нейтральных липидов и воскоподобных веществ. Был выбран дешевый и эффективный растворитель позволяющий извлекать 98 % воскоподобных веществ – сивушное масло. Определены рациональное соотношение компонентов смеси фильтрующий порошок : сивушное масло как 1:3, выбранный перколяционный метод экстракции доказал свою эффективность (более концентрированная мисцелла и снижение расхода растворителя). Остаточная масляность зажиренного перлита составила менее 1 %, что дает возможность

рекомендовать его к повторному использованию на стадии винтеризации растительных масел.

Таким образом, предложенный способ регенерации перлита дает следующие преимущества:

1. Возможность возврата адсорбента на стадию фильтрации воскоподобных веществ.
2. Нейтральные липиды после извлечения из них растворителя могут быть использованы в технических или кормовых целях.
3. Извлекается ценный продукт – воскоподобные вещества, которые используются во многих отраслях промышленности.

Список литературы: 1. Kovari K. Seed crushing, oil refining and environmental problem [Text] / K. Kovari, J. Denise, J. Hollo // Olaj. Szap. – Kozmet. – 2006. – Vol. 45, Issue 2. – P. 45–52. 2. Weber K. New concepts of environmental, protection in the production of fat [Text] / K. Weber // Inform. Int. News Fats, Oils and Relat. Mater. – 2004. – Vol. 4. – P. 512–515. 3. О'Брайен Р. Жиры и масла. Производство, состав и свойства, применение [Текст] / Р. О'Брайен: пер. с англ. 2-го изд. В. Д. Широкова, Д. А. Бабейкиной, Н. С. Селивановой, Н. В. Магды – СПб.: Профессия, 2007. – С. 166–168. 4. Григорьева В. Использование жировых отходов масложировой промышленности в кормовых целях / В. Григорьева, В. Мачигин // Олейно-жировой комплекс. – 2005. – № 4 (11) – С. 40–42. 5. Герасименко Е. О. Применение отходов рафинационного производства для мыловарения / Е. О. Герасименко, Н. Н. Колосовская // Труды КубГТУ. – 2001. – вып. 1. – С. 260–263. 6. Камышан Е. М. Утилизация отработанной отбелочной глины и кизельгура / Е. М. Камышан // Масложировая промышленность – 2006. – № 3 – С. 56–57. 7. Пат. RU 2215025 Российская Федерация, МПК C11B3/00. Способ разделения фильтрационного осадка от производства "вымороженного" подсолнечного масла на масло, восковой концентрат и фильтр-порошок [Текст] / Бавика В. И., Беденко В. Г., Чистяков Б. Е., Рцманов И. О. – заявитель и патентообладатель Общество с ограниченной ответственностью «Экохим». – № 99115983/13, заявл. 15.10.1998, опубл. 24.05.2001. 8. Пат. FR2374082 France B01J23194, C11B13/00. Procédé pour separer desresidus gras de catalyseurs en substances [Text] / Kidron Joel – applicant(s) Varta Batterie. – № 19771024, 1978. 9. Демидов И. Н. Перспективные технологии в масложировой промышленности / И. Н. Демидов // Олейно-жировой комплекс. – Дніпропетровськ: АПК-Информ, 2008. – № 4 (23) – С. 63–64. 10. Савус А. А. Извлечение жиров из отработанного адсорбента производства пищевых растительных масел перколяционным методом / А. А. Савус, С. Н. Мольченко, И. Н. Демидов // Вестник НТУ «ХПИ» – Харьков: НТУ «ХПИ». – 2011. – С. 48. 11. Пат. RU 2385899 Российская Федерация, МПК C11B3/00. Способ выделения воска [Текст] / Кислов С. В. – заявитель и патентообладатель Общество с ограниченной ответственностью «Маслоэкстракционный завод Юг Руси». – № 2008152688/13, заявл. 29.12.2008, опубл. 10.04.2010.

12. Пат. RU 2347805 Российская Федерация, МПК C11B3/00. Способ безотходной утилизации отработанных диатомитовых и перлитовых фильтровальных порошков, используемых при производстве рафинированных растительных масел [Текст] / Цатурян А. С., Симкин В. Б., Авдеев А. А., Масликов В. А., Красавцев Б. Е. – заявитель и патентообладатель Общество с ограниченной ответственностью «Южный полюс». – заявл. 05.09.2006, опубл. 27.02.2009. 13. Пат. RU 2488425 Российская Федерация, МПК C11B3/00. Способ регенерации отработанного фильтрующего материала [Текст] / Яруллин Р. Н., Яруллин Р. П., Сувьрев А. В., Мустафин М. Т., Султанов И. Ю. – заявитель и патентообладатель Общество с ограниченной ответственностью «Альцел». – № 2011100770/05, заявл. 12.01.2011, опубл. 27.07.2013.

Bibliography (transliterated): 1. Kovari K. Seed crushing, oil refining and environmental problem [Text] / K. Kovari, J. Denise, J. Hollo // Olaj. Szap. – Kozmet. – 2006. – Vol. 45, Issue 2. – 45–52 Print. 2. Weber K. New concepts of environmental, protection in the production of fat [Text] / K. Weber // Inform. Int. News Fats, Oils and Relat. Mater. – 2004. – Vol. 4. – 512–515 Print. 3. O'Brayen R. Zhiryi i masla. Proizvodstvo, sostav i svoystva, primenenie. per. s angl. 2-go izd. V. D. Shirokova, D. A. Babeykinoy, N. S. Selivanovoy, N. V. Magdyi. St. Petersburg: Professiya, 2007. Print. . 4. V. Grigoriev Use fatty waste oil industry in order to feed / V. Grigoriev, V. Machigin // Oleyno fat complex. – 2005. – № 4 (11) – 40–42 Print. 5. Gerasimenko E. O. Application rafinatsionnogo waste production for the soap making / E. O. Gerasimenko, H. H. Kolosovskaya // Proceedings KubGTU. – 2001 – Vol. 1. – 260–263 Print. 6. Kamyshan E. M. Recycling the spent bleaching clay and diatomaceous earth / E. M. Kamyshan // Fat industry – 2006. – № 3 – 56–57 Print. 7. VI Bavika, Bedenko VG, E. B. Chistyakov, Rschmanov I.O Pat. RU 2215025 Russian Federation MPK C11B3/00. A method of separation of the filter cake from the production of "frozen" of sunflower oil in the oil, wax concentrate and filter powder. 99115983/13, 2001. 8. Joel Kidron Pat. FR 2374082 B01J23194 France, C11B13/00, Method to separate fatty residues catalyseurs substances. 19771024, 1978. 9. I. N. Demidov Advanced technologies in oil industry / I. N. Demidov // Oleyno fat complex. – Dnipropetrovsk: APK-Inform, 2008. – № 4 (23) – 63-64 Print 10. Savus A. A. Removing fats from spent adsorbent production of edible oil by percolation / A. A. Savus, S. N. Molchenko, I. N. Demidov // Vestnik NTU "KPI" – Kharkiv: NTU "KPI". – 2011. – 48 Print. 11. Kislov S. V. Pat. RU 2385899 Russian Federation MPK C11B3/00. A method for isolating the wax. 2008152688/13, 2010. 12. Tsaturyan A. S., Simkin V. B., Avdeev A. A., Maslikov V. A., Krasavtsev B. E. Pat. RU 2347805 Russian Federation MPK C11B3/00. A method of disposing of waste without waste diatomite and perlite filter powders used in the production of refined vegetable oils, 2009. 13. Yarullin R. N., Yarullin R. R., Supyrev A. V., Mustafin M. T., Sultanov I. Y. Pat. RU 2488425 Russian Federation MPK C11B3/00. The method of regeneration of spent filter. 2011100770/05, 2013.

Надійшла (received) 10.12.2015

Демидов Игорь Николаевич – доктор технических наук, профессор, Национальный технический университет «Харковский политехнический институт», профессор кафедры «Технология жиров и продуктов брожения»; тел.: (095) 185-32-67; e-mail: punterra@yandex.ru

Demidov Igor Nikolaevich - doctor of technical sciences, professor, National Technical University "Kharkovsky Polytechnic Institute", Professor of the Department "Technology of fats and fermentation products"; tel.: (095) 185-32-67

Омельченко Юлия Евгеньевна – Национальный технический университет «Харковский политехнический институт», аспирант; тел.: (063) 880-88-90; e-mail: punterra@yandex.ru.

Omelchenko Julia Evgenyevna – National Technical University "Kharkiv Polytechnic Institute", Postgraduate student; tel.: (063) 880-88-90; e-mail: punterra@yandex.ru.