

УДК 665.36

**Ю. Е. ОМЕЛЬЧЕНКО, И. Н. ДЕМИДОВ****ИЗВЛЕЧЕНИЕ ЛИПИДОВ ИЗ ОТРАБОТАННОГО ФИЛЬТРУЮЩЕГО ПОРОШКА МЕТОДОМ КОНТАКТНОЙ ЭКСТРАКЦИИ**

В статье представлены результаты исследования извлечения липидов из отработанного фильтрующего порошка (зажиренный перлит) методом контактной экстракции. Установлены рациональные параметры процесса экстракции с использованием в качестве растворителей гексана и сивушного масла. Показано, что использование данных растворителей позволяет снизить остаточную маслянисть фильтрующего порошка ниже 2 % и максимально извлечь воскоподобные вещества.

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

У статті представлені результати дослідження вилучення ліпідів з відпрацьованого фільтруючого порошку (зажиренні перліт) методом контактної екстракції. Встановлено раціональні параметри процесу екстракції з використанням в якості розчинників гексан і сивушного масла. Показано, що використання даних розчинників дозволяє знизити залишкову маслянисть фільтруючого порошку нижче 2% і максимально витягти воскоподібні речовини.

**Ключові слова:** відпрацьований фільтруючий порошок, воскоподібні речовини, контактна екстракція, сивушні масла, гексан.

The article presents the results of a study of lipid extract from the spent filter powder (perlite zashirenyy) contact extraction method. Rational parameters of the extraction process using hexane as the solvent and fusel-oil. It is shown that the use of these solvents can reduce the residual oil content filtering powder below 2%, that provides with the opportunity to recommend it to be recycled at the oil winterization stage. Moreover, this contact extraction method allowed recovery of more than 98% of waxen substances from the used filter powder. This perlite regeneration approach provides with the opportunities to return the adsorbent to the stage of waxen substances filtration, utilize neutral lipids for technical and feeding purposes, and recover a valuable product - waxen substances used in different fields of national economy.

**Keywords:** waste filter powder waxen substances, contact extraction, fusel-oi, hexane.

**Введение.**

В настоящее время переработка вторичных продуктов масложировой промышленности является актуальным направлением. Целесообразная переработка растительного сырья предполагает наиболее полное использование всех выходных компонентов для перехода на малоотходную или безотходную технологию производства [1, 2]. В первую очередь это позволит повысить рентабельность производства, а также сократить отходы, и снизить загрязнение окружающей среды [3, 4].

К требованиям, которые предъявляются потребителями к качеству подсолнечного масла, относятся его физико-химические и органолептические показатели. Одним из таких показателей является прозрачность, зависящая от наличия воскоподобных веществ в масле.

Производство растительного масла предусматривает стадию винтеризации для удаления воскоподобных веществ с помощью фильтрующих порошков, которые являются отходами производства масложировой промышленности и содержат довольно большое количество липидов, до 65 % от их массы в зависимости от марки порошка и применяемого оборудования [5].

Фильтрующие порошки после их использования, как правило, вывозятся в места захоронения или могут быть использованы в качестве добавок к комбикормам, удобрения или сырья в производстве цемента и кирпича [6–8]. При захоронении их на свалках бытовых отходов, вследствие доступа кислорода воздуха и большой поверхности контакта фильтрующих порошков происходит интенсивное окисление растительного масла с последующим самовозгоранием. При этом в

атмосферу выбрасываются токсичные вещества, загрязняющие экологию, что недопустимо.

Более рациональная переработка отработанных фильтрующих порошков заключается в извлечении из них воскоподобных веществ и масла. Целесообразность выделения воскоподобных веществ обуславливается потребностью в них, поскольку растительные воски пользуются большим спросом в различных отраслях промышленности: парфюмерно-косметической, мыловаренной, фармацевтической, пищевой, кожаной и других. А извлекаемые масла в зависимости от степени окисленности масла либо возвращаются в производство, либо могут быть использованы для технических целей (производства олифы, консистентных смазок, биодизельного горючего и т.д.).

Анализируя выше сказанное, поиск новых способов переработки вторичных продуктов масложировой промышленности с получением ценных товарных продуктов является актуальным направлением для современных предприятий, как с экологической, так и с точки зрения экономии ресурсов.

**Анализ последних исследований и литературы.**

В последние годы проблеме рациональной переработки вторичных отходов масложировой промышленности уделяется большое внимание. Одним из таких вторичных продуктов (отходов) является отработанный фильтрующий порошок (зажиренный перлит или кизельгур).

Существуют способы разделения отработанного фильтр-порошка без применения химических

© Ю. Е. Омельченко, И.Н. Демидов, 2016

добавок [9, 10]. Однако, применение таких методов разделения предусматривает сложность аппаратного оформления, многостадийность, длительность процесса и не всегда безотходность.

Использование органических растворителей для извлечения липидов из отработанного фильтр-порошка не нова. В качестве растворителей применялся изопропиловый спирт, абсолютный этиловый спирт (с концентрацией не ниже 99 %), трихлорэтилен и метилендихлорид [11–14]. Однако данные способы предусматривают регенерацию фильтрующего порошка без последующего выделения воскоподобных веществ из масложировой смеси.

Перспективным способом разделения отработанного фильтр-порошка является экстракция липидной части различными растворителями с последующим выделением воскоподобных веществ.

Цель и основные задачи исследования.

Целью данной работы является оценка степени извлечения липидов из отработанного фильтрующего порошка методом контактной экстракции с использованием в качестве растворителей гексана и сивушного масла.

В соответствии с поставленной целью исследования сформулированы и решены задачи:

- экспериментально определить рациональные технологические параметры процесса экстракции липидов и воскоподобных веществ различными растворителями;
- оценить влияние оказываемое предлагаемыми органическими растворителями на степень извлечения липидов из фильтрующего порошка контактным методом экстракции;
- определить остаточную масличность фильтрующего порошка, полученного после экстракции липидной части;
- установить количественное содержание извлеченных липидов и воскоподобных веществ в отработанном фильтрующем порошке.

Материалы исследования.

Для реализации поставленной задачи объектом исследования был выбран отработанный фильтрующий порошок с содержанием липидов 54 %, полученный на Кировоградском жировом комбинате.

Процесс экстракции проводили контактным методом в реакторе, при температуре кипения растворителей 65 °С и 95 °С, за счет чего осуществляется естественное перемешивание компонентов системы и увеличивается диффузионная способность липидов. Температурные режимы данного процесса были выбраны в соответствии с температурами кипения применяемых растворителей (гексан и сивушное масло).

Отработанный фильтрующий порошок помещался в реактор одновременно с растворителем, для воспроизведения производственных условий. В

процессе эксперимента контролировалась соотношение растворителя к липидной части фильтрующего порошка и время экстракции. По окончанию процесса экстракции мисцеллу отфильтровывали от фильтр-порошка и проводили кристаллизацию воскоподобных веществ. В каждом полученном образце анализировалось содержание липидов, а в фильтр-порошке определяли остаточную масличность.

#### Результаты исследования.

Данные эксперимента были направлены на определение рациональных условий извлечения липидов из отработанного фильтрующего порошка. Для получения математической модели процесса был реализован полный факторный эксперимент первого порядка.

Предварительными исследованиями установлены наиболее значимые факторы, влияющие на процесс экстракции липидов такие как:

$x_1$  – количество ступеней экстракции, с интервалом варьирования от 1 до 3;

$x_2$  – соотношение отработанного фильтрующего порошка – растворитель, с интервалом варьирования от 1:2 до 1:4;

$x_3$  – длительность процесса экстракции, с интервалом варьирования от 15 до 45 мин.

Остаточная масличность фильтрующего порошка являлась функцией отклика  $y_2$  для гексана и  $y_c$  для сивушного масла.

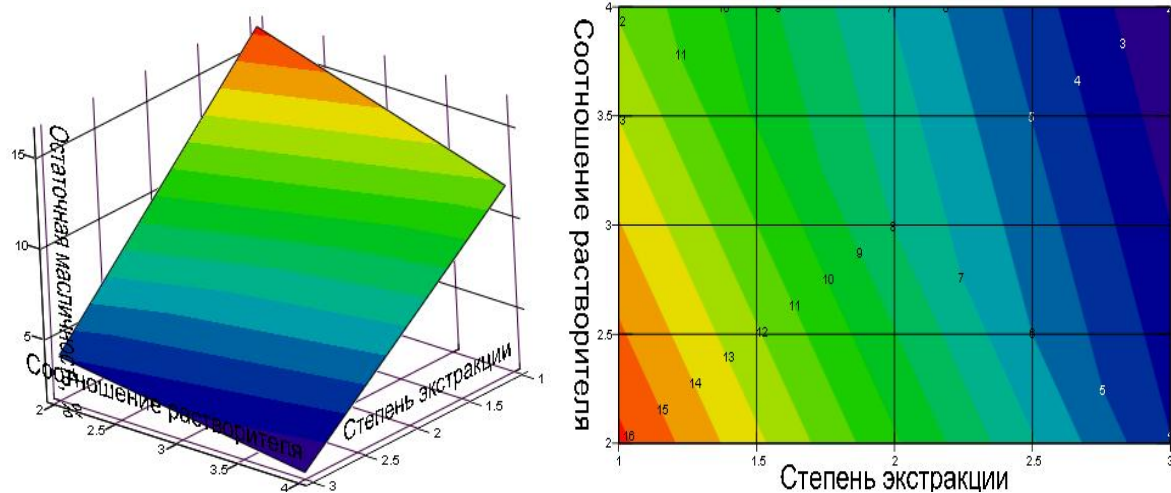
В результате эксперимента получено адекватное уравнение регрессии, проверка которого анализировалась с применением критерия Фишера. Проверка значимости полученных коэффициентов уравнения регрессии проводилась с использованием критерия Стьюдента.

Зависимость остаточной масличности фильтрующего порошка от количества ступеней экстракции, гидромодуля, продолжительности процесса и вида растворителя (гексан или сивушное масло) описывается следующими уравнениями регрессии:

$$y_2 = 28 - 7,3x_1 - 2,8x_2 + 0,11x_3 + 0,59x_1x_2 - 0,038x_1x_3$$

$$y_c = 29 - 8,3x_1 - 0,82x_2 - 0,11x_3 + 0,031x_1x_3$$

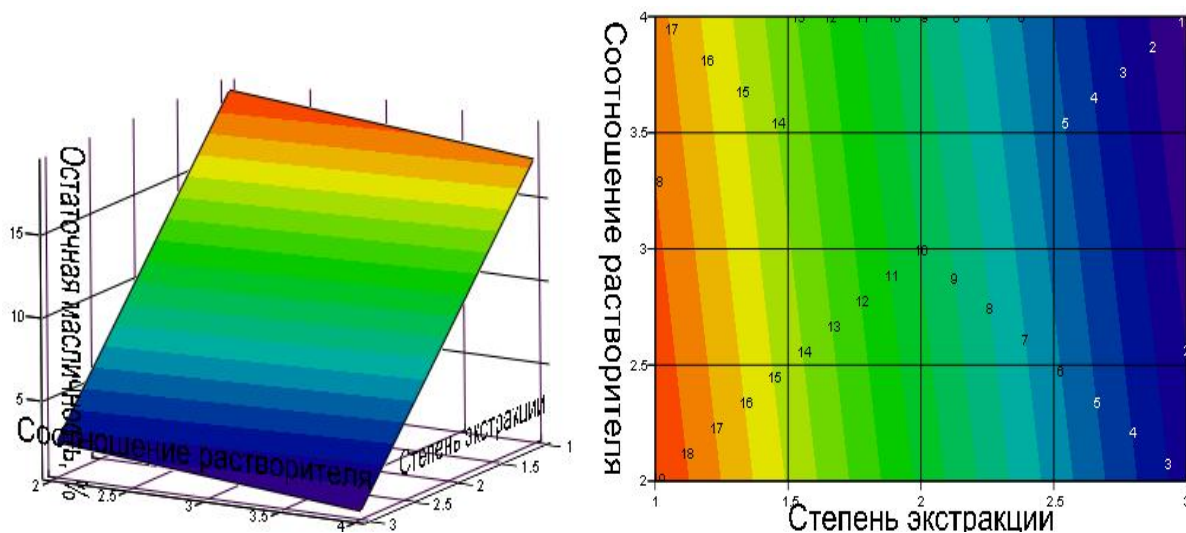
Обработка данных исследования и планирование эксперимента в математическом и графическом виде проводилось с применением программных пакетов Microsoft Excel и Mathcad. Для нахождения рациональных параметров, используя полученные уравнения регрессии, были построены поверхности отклика, которые отображают зависимость остаточной масличности фильтрующего порошка от количества ступеней экстракции и соотношения растворителя. Поверхности отклика и их проекции представлены на рис. 1 и рис. 2.



а – поверхность отклика

б – проекция поверхности отклика

Рис. 1. Зависимость остаточной масляности фильтрующего порошка от степени экстракции и соотношения фильтр–порошок : гексан: а – поверхность отклика, б – проекция поверхности отклика



а – поверхность отклика

б – проекция поверхности отклика

Рис. 2. Зависимость остаточной масляности фильтрующего порошка от степени экстракции и соотношения фильтр–порошок : сивушное масло: а – поверхность отклика, б – проекция поверхности отклика

На основе полученных экспериментальных данных установили рациональные параметры процесса экстракции, которые дают возможность прогнозировать эффективность извлечения липидов из отработанного фильтрующего порошка с использованием в качестве растворителей гексана и сивушного масла, а именно:

- три ступени экстракции;
- соотношение отработанный фильтрующий порошок – растворитель 1:3;
- длительность процесса экстракции 30 мин.

Для проверки адекватности полученных уравнений при найденных рациональных параметрах

был проведен контрольный. По результатам эксперимента получили данные остаточной масляности фильтрующего порошка 1,41 % и 1,23 % для гексана и сивушного масла соответственно, при расчете по уравнению регрессии – 1,39 % и 1,13 %, что говорит о хорошей сходимости результатов расчета и эксперимента.

Для оценки степени извлечения общего количества липидов растворителями (гексан и сивушное масло) проведена серия экспериментов при установленных рациональных условиях. Данные эксперимента представлены на рис. 3.

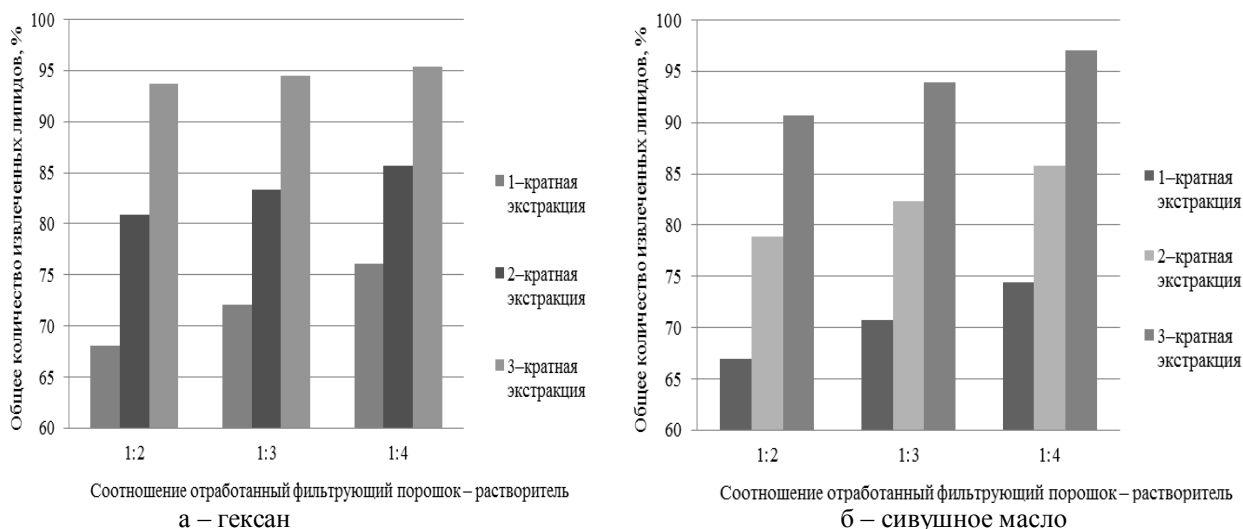


Рис. 3. Степень извлечения липидов из отработанного фильтрующего порошка от соотношения растворителя и степени экстракции: а – гексан, б – сивушное масло

По результатам эксперимента (рис. 3) можно сделать вывод, что извлечение липидов около 94 % от общего количества липидов достигается при следующих условиях:

- соотношение отработанный фильтрующий порошок : растворитель – 1:3;
- три ступени экстракции;
- продолжительность процесса 30 мин.

В липидах, полученных трехкратной экстракцией, проанализировано количественное

содержание воскоподобных веществ методом кристаллизации из растворителей (гексан и сивушное масло). Кристаллизация проведена при следующих условиях:

- соотношение смеси масло–воск : растворитель – 1:3;
- температура кристаллизации от 15 °С до 25 °С;
- время кристаллизации 24 ч.

Результаты проведенных экспериментов представлены на рис. 4.

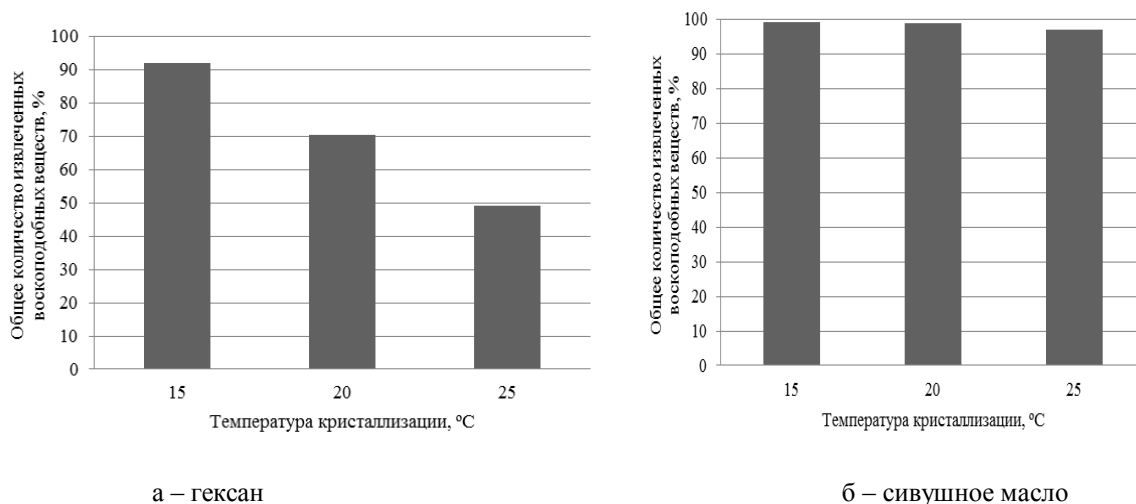


Рис. 4. Количество извлеченных воскоподобных веществ в зависимости от температуры кристаллизации: а – гексан, б – сивушное масло

Как видно из рис. 4 при повышении температуры кристаллизации уменьшается выход воскоподобных веществ. Это связано с наличием низкоплавких фракций воскоподобных веществ в полученных образцах. Наибольшее количество воскоподобных веществ извлечено из образца, полученного при соотношении отработанный фильтровальный порошок : растворитель – 1:3, в качестве растворителя использовалось сивушное

масло, при температуре кристаллизации 20 °С. Выход воскоподобных веществ составил около 98 %.

В дальнейших исследованиях планируется проведение анализа показателей качества воскоподобных веществ, масла и фильтрующего порошка, полученных описанным выше методом.

**Выводы.**

В ходе проведенного эксперимента установлены рациональные параметры процесса

контактной экстракции, которые дают возможность прогнозировать эффективность извлечения липидов из отработанного фильтрующего порошка (зажиренный перлит), а именно:

- соотношение отработанный фильтрующий порошок : растворитель – 1:3;
- три ступени экстракции;
- длительность процесса – 30 мин.

Использование гексана и сивушного масла в качестве растворителя позволяет извлечь около 94 % липидов от общего количества липидов. Остаточная маслянисть фильтрующего порошка составила менее 2 %, что дает возможность возврата фильтр-порошка на стадию фильтрации воскоподобных веществ.

Определены рациональные условия процесса кристаллизации, которые позволяют извлечь около 98 % воскоподобных веществ, используя в качестве растворителя сивушное масло, а именно:

- соотношение смеси масло-воск : сивушное масло – 1:3;
- температура кристаллизации 20 °С.

Использование сивушного масла, как более дешевого и эффективного растворителя по сравнению с нефтяными, дает возможность разделения отработанного фильтрующего порошка на:

- растительное масло, которое в зависимости от степени окисленности может быть возвращено в производство для переработки, либо использовано в технических целях;
- воскоподобные вещества, как ценный продукт, которые могут быть использованы во многих отраслях промышленности;
- фильтрующий порошок, который может быть рекомендован для повторного использования на стадии винтализации.

**Список литературы:** 1. Паронян В.Х. Технология жиров и жирозаменителей [Текст] / В.Х. Паронян – М.: ДеЛи принт, 2006. – С 663. 2. Товажнянський Л.Л., Бухало С.І., Капустенко П.О. та ін., Загальна технологія харчових підприємств у прикладах і задачах. Підручник. – К.: Центр учбової літератури. 2011. – 832 с. 3. 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. 4. 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. 5. 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. 6. Григорьева В. Использование жировых отходов масложировой промышленности в кормовых целях / В. Григорьева, В. Мачигин // *Олейно-жировый комплекс.* – 2005. – № 4 (11) – С. 40–42. 7. Герасименко Е. О. Применение отходов рафинационного производства для мыловарения / Е. О. Герасименко, Н. Н. Колосовская // *Труды КубГТУ.* – 2001. – вып. 1. – С. 260–263. 8. Камышан Е. М. Утилизация отработанной отбелочной глины и кизельгура / Е. М. Камышан // *Масложировая промышленность* – 2006. – № 3 – С. 56–57. 9. 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. 10. 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. 11. 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. 12. 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. 13. Пат. RU 2581526 Российская Федерация, МПК C11B3/04. Способ обезжиривания отработанных фильтровальных порошков, полученных при рафинации растительных масел [Текст] / Ильин П. П., Шведов И. В., Доценко С. П., Ивко М. В. – заявитель и патентообладатель Доценко С. П., Ильин П. П., Шведов И. В. – № 2008152688/13, заявл. 20.11.2012, опубл. 12.03.2016. 14. Пат. RU 2488425 Российская Федерация, МПК C11B3/00. Способ регенерации отработанного фильтрующего материала [Текст] / Яруллин Р. Н., Яруллин Р. Р., Супырев 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. Paronyan W. H. *Technology of fats and fat substitutes* [Text] / W. H. Paronyan – M.: DeLi print, 2006. – 663 Print. 2. Tovazhnjans'kij L.L., Buhkalo S.I., Kapustenko P.O. та ін., *Zagal'na tehnologija harchovih pidpriemstv u prikkladah i zadachah. Pidruchnik.* – K.: Centr uchbovoi literaturi. 2011. – 832 Print. 3. 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. 4. 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. 5. O'Brien R. *Fats and oils. Production, composition and properties, use* [Text] / R. O'Brien: Per. from English. 2nd ed. V. D. Shirokov, D. A. Babeykinoy, N. S. Selivanova, N. V. Magda – St. Petersburg : Professiya, 2007. – 166-168 Print. 6. V. Grigoriev Use fatty waste oil industry in order to feed / V. Grigoriev, V. Machigin // *Oliyno fat complex.* – 2005. – Vol. 4 (11) – 40-42 Print. 7. Gerasimenko E. O. Use of waste for the production of soap making rafinatsionnogo / E. O. Gerasimenko, H. H. Kolosovskaya // *Proceedings KubGTU.* – 2001. – Vol. 1. – 260-263 Print. 8. Kamyshan E. M. Recycling the spent bleaching clay and diatomaceous earth / E. M. Kamyshan // *Fat industry* – 2006. – № 3 – 56–57 Print. 9. Bavika, V. I., Bedenko V. G., 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. 10. Kislov S. V. Pat. RU 2385899 *Russian Federation* MPK C11B3/00. A method for isolating the wax. 2008152688/13, 2010. 11. 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. 12. 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. 13. Ilyin P., Shvedov I. V., Dotsenko S. P., Ivko M. V. Pat. RU 2581526 *Russian Federation*, MPK C11B3/04. The process of filtering waste degreasing powder obtained by refining of vegetable oils – № 2008152688/13, 2016. 14. 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) 19.07.2016

*Бібліографічні описи / Библиографические описания / Bibliographic descriptions*

**Витяг ліпідів з відпрацьованого фільтруючого порошку методом контактної екстракції / Ю. Е. Омельченко, І. М. Демидов** // Вісник НТУ «ХПІ». Серія: Інноваційні дослідження у наукових роботах студентів. – Х. : НТУ «ХПІ», 2016. – № 19 (1191). – С. 57–62. Бібліогр.: 14 назв. – ISSN 2220-4784.

**Извлечение липидов из отработанного фильтрующего порошка методом контактной экстракции / Ю. Е. Омельченко, И. Н. Демидов** // Вісник НТУ «ХПІ». Серія: Інноваційні дослідження у наукових роботах студентів. – Х. : НТУ «ХПІ», 2016. – № 19 (1191). – С. 57–62. Бібліогр.: 14 назв. – ISSN 2220-4784.

**The using percolation extraction for recovery of lipids from the secondary products of oil industry / J. E. Omelchenko, I. N. Demidov** // Bulletin of National Technical University «KhPI». Series: Innovation researches in students' scientific work. – Kharkov: NTU «KhPI», 2016. – № 19 (1191). – pp. 57–62. Bibliog.: 14 titles. – ISSN 2220-4784.

*Відомості про авторів / Сведения об авторах / About the Authors*

**Демидов Ігор Миколаєвич** – доктор технічних наук, професор, Національний технічний університет «Харківський політехнічний інститут», професор кафедри «Технології жирів и продуктів бродіння»; тел.: (095) 185-32-67; e-mail: [demigon@rambler.ru](mailto:demigon@rambler.ru).

**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: [demigon@rambler.ru](mailto:demigon@rambler.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 Юлія Євгенівна** – Національний технічний університет «Харківський політехнічний інститут», аспірант кафедри «Технології жирів и продуктів бродіння»; тел.: (063) 880-88-90; e-mail: [punterra@yandex.ru](mailto:punterra@yandex.ru).

**Омельченко Юлия Евгеньевна** – Национальный технический университет «Харковский политехнический институт», аспирант кафедры «Технології жирів и продуктів бродіння»; тел.: (063) 880-88-90; e-mail: [punterra@yandex.ru](mailto:punterra@yandex.ru).

**Omelchenko Julia Evgenевна** – National Technical University «Kharkiv Polytechnic Institute», Postgraduate student of the Department «Technology of fats and fermentation products»; tel.: (063) 880-88-90; e-mail: [punterra@yandex.ru](mailto:punterra@yandex.ru).