

УКРАЇНА

UKRAINE



ПАТЕНТ

НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

№ 45836

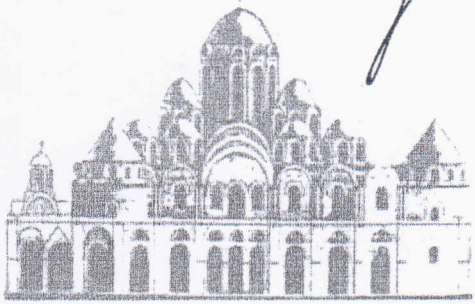
**СПОСІБ ПРИГОТУВАННЯ НАСАДКОВОЇ КОЛОНКИ ДЛЯ
ПРЕПАРАТИВНОЇ ІМІТОВАНОЇ ДИСТИЛЯЦІЇ ЕФІРНИХ
ОЛІЙ**

Видано відповідно до Закону України "Про охорону прав на винаходи і корисні моделі".

Зареєстровано в Державному реєстрі патентів України на корисні моделі **25.11.2009.**

Голова Державного департаменту
інтелектуальної власності

М.В. Паладій



(19) UA

(51) МПК (2009)
B01D 15/08

(21) Номер заявки: u 2009 06562

(22) Дата подання заявки: 23.06.2009

(24) Дата, з якої є чинними
права на корисну модель: 25.11.2009(46) Дата публікації відомостей
про видачу патенту та
номер бюлетеня: 25.11.2009,
Бюл. № 22

(72) Винахідники:

Фролова Наталія Епінетівна,
UA,

Українець Анатолій

Іванович, UA,

Силка Ірина Миколаївна, UA,

Чепель Наталія Василівна,

UA,

Науменко Ксенія Андріївна,

UA,

Усенко Віталій

Олександрович, UA

(73) Власник:

НАЦІОНАЛЬНИЙ

УНІВЕРСИТЕТ ХАРЧОВИХ

ТЕХНОЛОГІЙ,

вул. Володимирська, 68, м.

Київ, 01033, UA

(54) Назва корисної моделі:

**СПОСІБ ПРИГОТУВАННЯ НАСАДКОВОЇ КОЛОНКИ ДЛЯ ПРЕПАРАТИВНОЇ ІМІТОВАНОЇ
ДИСТИЛЯЦІЇ ЕФІРНИХ ОЛІЙ**

(57) Формула корисної моделі:

Спосіб приготування насадкової колонки для препаративної імітованої дистиляції ефірних олій, що включає приготування насадки нанесенням нерухомої фази на твердий носій та заповнення нею хроматографічної колонки, який відрізняється тим, що насадка розділена на чотири секції за розмірами зернин твердого носія: перша секція - 14-16 мас. %, розмір зернин 2-3 мм; друга секція - 23-27 мас. %, розмір зернин 1-2 мм; третя секція - 23-27 мас. %, розмір зернин 0,56-1 мм; четверта секція - 30-40 мас. %, розмір зернин 0,56-1 мм, а нерухома фаза наноситься на секції твердого носія в порядку збільшення концентрації і становить відносно твердого носія, %: перша секція - 14-16, друга секція - 15-17, третя секція - 17-18, четверта секція - 18-20.



УКРАЇНА

(19) UA (11) 45836 (13) U
(51) МПК (2009)
B01D 15/08МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ
НА КОРИСНУ МОДЕЛЬвидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ПРИГОТУВАННЯ НАСАДКОВОЇ КОЛОНКИ ДЛЯ ПРЕПАРАТИВНОЇ ІМІТОВАНОЇ ДИСТИЛЯЦІЇ ЕФІРНИХ ОЛІЙ

1

2

(21) u200906562

(22) 23.06.2009

(24) 25.11.2009

(46) 25.11.2009, Бюл. № 22, 2009 р.

(72) ФРОЛОВА НАТАЛІЯ ЕПІНЕТІВНА, УКРАЇ-
НЕЦЬ АНАТОЛІЙ ІВАНОВИЧ, СИЛКА ІРИНА МИ-
КОЛАЇВНА, ЧЕПЕЛЬ НАТАЛІЯ ВАСИЛІВНА, НАУ-
МЕНКО КСЕНІЯ АНДРІЇВНА, УСЕНКО ВІТАЛІЙ
ОЛЕКСАНДРОВИЧ(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ХАРЧОВИХ
ТЕХНОЛОГІЙ(57) Спосіб приготування насадкової колонки для
препаративної імітованої дистиляції ефірних олій,
що включає приготування насадки нанесенням

нерухомої фази на твердий носій та заповнення нею хроматографічної колонки, який відрізняється тим, що насадка розділена на чотири секції за розмірами зернин твердого носія: перша секція - 14-16 мас. %, розмір зернин 2-3 мм; друга секція - 23-27 мас. %, розмір зернин 1-2 мм; третя секція - 23-27 мас. %, розмір зернин 0,56-1 мм; четверта секція - 30-40 мас. %, розмір зернин 0,56-1 мм, а нерухома фаза наноситься на секції твердого носія в порядку збільшення концентрації і становить відносно твердого носія, %: перша секція - 14-16, друга секція - 15-17, третя секція - 17-18, четверта секція - 18-20.

Корисна модель належить до області хроматографії, а саме до способу приготування насадкової колонки для препаративної імітованої дистиляції ефірних олій. Ароматичні речовини, які знаходяться у вихідному матеріалі (ефірній олії) розділяються на фракції збагачені ключовими компонентами.

Імітована дистиляція являє собою фракціонування суміші на хроматографічній колонці низької ефективності з неполярною рідкою фазою. При цьому індивідуальні компоненти рідкої суміші елюються (виходять) із колонки в порядку зростання їхніх температур кипіння. Препаративна колонка імітує роботу ректифікаційної колони.

Відомі способи хроматографічного фракціонування суміші з використанням іонообмінних смол (Пат. України на винахід №39135, опубл. 15.06.2001, Бюл. №5, 2001р.) та фракціонування за допомогою хроматографічного процесу, який імітує рухомий шар (Пат. України на винахід №57739, опубл. 15.07.2003, Бюл. №7, 2003р.). Відповідно до цих способів розчинні речовини, які знаходяться у вихідному матеріалі, фракціонують на кількох колонках, вилучаючи необхідні компоненти (сахарозу, барду).

Недоліками цих способів є те, що вихідним матеріалом може бути лише водорозчинна малокомпонентна суміш, та виділяються лише ключові розчинні речовини.

Відомий спосіб виготовлення хроматографічної колонки (Пат. України на винахід №53606, опубл. 17.02.2003, Бюл. №2, 2003р.) за допомогою якого можна отримати циліндричну колонку великих розмірів, заповнену шаром сорбенту з гомогенним розподілом часток. Недоліком відомого рішення є те, що колонка з однорідним шаром сорбенту збільшує тривалість розділення суміші.

В основу корисної моделі поставлено завдання розроблення способу приготування насадкової колонки для препаративної імітованої дистиляції ефірних олій моделюючи фракційну перегонку на ректифікаційній установці. Це дає можливість за максимально короткий час розділяти будь-яку ефірну олію на фракції, встановлювати режими ефективного фракціонування ефірних олій на вакуум-фракційній установці, досліджувати перспективність нових видів сировини, контролювати та вдосконалювати якісні характеристики окремих фракцій.

Поставлена задача вирішується тим, що спосіб приготування насадкової колонки для препаративної імітованої дистиляції ефірних олій передбачає приготування насадки нанесенням нерухомої фази на твердий носій та заповнення нею хроматографічної колонки. Згідно корисної моделі насадка розділена на чотири секції за розмірами зернин твердого носія (ТН): перша секція - 14-16 мас

(13) U

(11) 45836

(19) UA

%, розмір зернин 2-3мм; друга секція - 23-27мас %, розмір зернин 1-2мм; третя секція - 23-27мас, розмір зернин 0,56-1мм; четверта секція - 30-40мас %, розмір зернин 0,56-1мм. Нерухома фаза (НФ) наноситься на секції ТН в порядку збільшення концентрації і відносно кількості ТН становить у першій секції - 14-16%, у другій секції - 15-17%, у третій секції - 17-18%, у четвертій секції - 18-20%.

Причинно-наслідковий зв'язок між запропонованими в процесі ознаками і очікуваним технічним результатом полягає в наступному.

Як твердий носій (ТН) використовується хромсорб А, який призначений для препаративного розділення, має широкий діапазон розмірів часток (0,15-3мм) та володіє великою ємністю (25-33мас %) по відношенню до нерухомої рідкої фази, високою механічною міцністю і невеликою адсорбційною і каталітичною активністю поверхні. ТН з великими розмірами часток дозволяє готувати і дуже довгі препаративні колонки, не створюючи при цьому великого перепаду тиску на їх кінцях.

Колонки, заповнені секціями сорбенту з розміром часток, які градієнтно зменшуються, в порівнянні зі звичайними колонками, вся довжина яких заповнена сорбентом однакової дисперсності, забезпечують меншу тривалість розділення. Додатковою перевагою є те, що перша секція служить зоною для випарювання зразка, оскільки діаметр зернин у ній найбільший (2-3мм), а це веде до збільшення вільного об'єму колонки.

Для забезпечення високого ступеню адекватності результатів імітованої дистиляції ефірних олій і фракціонування на вакуум-фракційній установці при приготуванні насадки ТН розділяємо за розмірами часток на три секції: перша секція 2-3мм; друга секція 1-2мм; третя секція 0,56-1мм. Кількість останньої найбільша, тому для спрощення при нанесенні на неї нерухомої фази її розділили на третю та четверту секції. Градієнтне зменшення розміру часток ТН забезпечує достатню швидкість газу-носія та скорочення тривалості розділення до 80хв. (табл. 1, приклад 2, 3, 4). Оптимальним співвідношенням секцій ТН є перша секція в кількості 14-16мас %, друга секція 23-27мас %, третя секція 23-27мас %, четверта секція 30-40мас %.

Основною характеристикою при виборі НФ є полярність. Речовини на неполярній нерухомій фазі зазвичай розділяються у відповідності з їхніми температурами кипіння. Тобто компоненти виходять з колонки в порядку зростання температур кипіння як і при фракційній розгонці.

Ефірна олія є сумішшю терпенових вуглеводів з загальною формулою $C_{10}H_{16}$ і їх кисневмісних похідних. Тому НФ за будовою молекули і сукупністю фізико-хімічних властивостей повинна бути близькою до характерних властивостей ароматують речовин ефірних олій.

Окресленим вимогам відповідає ряд рідких фаз, серед яких оптимальною є поліметилсиліконова олія марки ПМС-100, ця НФ має низьку полярність за константами Рорншейдера та за показниками Мак-Рейнольдса, має високу в'язкість і може використовуватися при температурах до 300°C.

У препаративній хроматографії зміна концентрацій рідкої фази в межах 15-35% справляє малий вплив на ефективність колонки. Мінімально можлива концентрація при нанесенні на першу секцію ТН оберігає колонку від перевантаження під час введення зразка ефірної олії у випарник. Поступове збільшення концентрації НФ до 20% забезпечує високу селективність і продуктивність насадкової колонки та дозволяє змодельовувати високий ступінь адекватності імітованої дистиляції фракційній перегонці на вакуум-фракційній установці.

НФ наноситься на секції ТН неоднорідно, а в порядку збільшення її концентрації. Оптимальна концентрація НФ відносно ТН становить у першій секції - 14-16%, у другій секції - 15-17%, у третій секції - 17-18%, у четвертій секції - 18-20%, та забезпечує необхідну ефективність колонки та скорочує тривалість розділення (табл. 1 приклад 2, 3, 4).

Нанесення НФ на ТН базується на методі «випарювання із чашки» і складається з таких послідовних операцій: термічна обробка ТН при 350°C протягом 4год; сушіння обробленого ТН при залишковому тиску 1,3кПа протягом 4год; зважування розрахованої кількості ТН; розчинення НФ у дієтовому ефірі; фільтрування розчиненої НФ; виготовлення насадки змішуванням підготовлених ТН і НФ у визначених кількостях, випаровування із насадки розчинника при атмосферному тиску з підігрівом на водяній бані та при залишковому тиску 1,3кПа; після повного випаровування розчинника проводиться вакуумування насадки протягом 6 годин.

Препаративна колонка представляє собою трубку з нержавіючої сталі довжиною 5м та діаметром 10мм закручену у спіраль. Об'єм колонки становить 392,5мл.

Спосіб здійснюється наступним чином. Шляхом нанесення НФ на ТН готують чотири секції насадки: перша секція - 14-16мас %, розмір зернин 2-3мм; друга секція - 23-27мас %, розмір зернин 1-2мм; третя секція - 23-27мас, розмір зернин 0,56-1мм; четверта секція - 30-40мас %, розмір зернин 0,56-1мм. Нерухома фаза (НФ) наноситься на секції ТН в порядку збільшення концентрації і відносно кількості ТН становить у першій секції - 14-16%, у другій секції - 15-17%, у третій секції - 17-18%, у четвертій секції - 18-20%.

Насадкову колонку для препаративної імітованої дистиляції ефірних олій наповнюють секціями насадки у різних співвідношеннях ТН та НФ.

Таблиця 1

Приклади приготування насадкової колонки для препаративної імітованої дистиляції ефірних олій

Приклад	Показники	Секції насадки				Тривалість розділення, хв.
		1	2	3	4	
1	Кількість ТН, мас %	20	15	30	25	120
	Маса ТН, г	50	37,5	75	62,5	
	Концентрація НФ відносно ТН, %	10	10	15	20	
2	Кількість ТН, мас %	14	23	23	40	85
	Маса ТН, г	37,0	62,0	62,0	86,0	
	Концентрація НФ відносно ТН, %	14	15	17	18	
3	Кількість ТН, мас %	15	25	25	35	80
	Маса ТН, г	37,5	62,5	62,5	87,5	
	Концентрація НФ відносно ТН, %	15	17	17	19	
4	Кількість ТН, мас %	16	27	27	30	76
	Маса ТН, г	38,0	63,0	67,8	75,3	
	Концентрація НФ відносно ТН, %	16	17	18	20	
5	Кількість ТН, мас %	20	30	20	20	100
	Маса ТН, г	50	75	75	50	
	Концентрація НФ відносно ТН, %	10	12	15	15	

Секції приготованої насадки вносять у колонку в такому порядку четверта, третя, друга, перша.

Після цього колонку кондиціонують. Свіжоприготовлена колонка прогрівається спочатку у відсутності газу-носія, далі з його подачею при відповідних параметрах швидкості газу-носія та температури термостату, які поетапно підвищу-

ються. Колонка готова до роботи за умови повної відсутності дрейфу нульової лінії.

Після встановлення параметрів роботи хроматографа проводиться фракціонування ефірних олій. У табл. 2 наведено характеристики препаративної насадкової колонки.

Таблиця 2

Характеристики насадкової колонки

Показник	Значення
Твердий носій	Хромосорб А (0,56...2)
Нерухома фаза	15...20% ПМС-100
Діаметр колонки, мм	10
Довжина колонки, м	5
Ефективність колонки по лімонену	54
Висота еквівалентної теоретичної колонки, мм	13
Селективність колонки по лімонену та карвону	2,21
Продуктивність колонки, мл/год	1...1,4

Технічний результат полягає в наступному: запропонований спосіб приготування насадкової колонки дає можливість проводити імітовану дистиляцію ефірних олій препаративною газовою

хроматографією з високою адекватністю фракціонуванню ефірних олій на ректифікаційній установці.