

УКРАЇНА

UKRAINE



ПАТЕНТ

НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

№ 52810

СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ ТЕМПЕРАТУРИ КИПІННЯ ЛЕТКИХ КОМПОНЕНТІВ ЕФІРНИХ ОЛІЙ МЕТОДОМ ІМІТОВАНОЇ ДИСТИЛЯЦІЇ

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

Зареєстровано в Державному реєстрі патентів України на корисні моделі **10.09.2010.**

Голова Державного департаменту
інтелектуальної власності

М.В. Паладій



(19) UA

(51) МПК (2009)
B01D 15/08

(21) Номер заявки: u 2010 02691

(22) Дата подання заявки: 10.03.2010

(24) Дата, з якої є чинними
права на корисну модель: 10.09.2010(46) Дата публікації відомостей
про видачу патенту та
номер бюлетеня: 10.09.2010,
Бюл. № 17

(72) Винахідники:

Силка Ірина Миколаївна, UA,
Фролова Наталія Епінетівна,
UA,
Чепель Наталія Василівна,
UA,
Науменко Ксенія Андріївна,
UA,
Усенко Віталій
Олександрович, UA

(73) Власник:

НАЦІОНАЛЬНИЙ
УНІВЕРСИТЕТ ХАРЧОВИХ
ТЕХНОЛОГІЙ,
вул. Володимирська, 68, м.
Київ, 01601, Україна, UA

(54) Назва корисної моделі:

СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ ТЕМПЕРАТУРИ КИПІННЯ ЛЕТКИХ КОМПОНЕНТІВ ЕФІРНИХ ОЛІЙ
МЕТОДОМ ІМІТОВАНОЇ ДИСТИЛЯЦІЇ

(57) Формула корисної моделі:

Спосіб визначення температури кипіння летких компонентів ефірних олій методом імітованої дистиляції, який передбачає встановлення температури кипіння летких вуглеводів за кореляційною залежністю хроматографічних величин утримування компонентів від температур кипіння, який відрізняється тим, що як хроматографічну величину утримування компонентів ефірних олій в інтервалі температур кипіння 150...250 °C використовують логарифмічний індекс утримування Ковача, визначений на капілярній хроматографічній колонці з слабополярною нерухомою фазою.



УКРАЇНА

(19) UA (11) 52810 (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 ВИЗНАЧЕННЯ ТЕМПЕРАТУРИ КИПІННЯ ЛЕТКИХ КОМПОНЕНТІВ ЕФІРНИХ ОЛІЙ МЕТО-
ДОМ ІМІТОВАНОЇ ДИСТИЛЯЦІЇ

1

2

(21) u201002691

(22) 10.03.2010

(24) 10.09.2010

(46) 10.09.2010, Бюл. № 17, 2010 р.

(72) СИЛКА ІРИНА МИКОЛАЇВНА, ФРОЛОВА НА-
ТАЛІЯ ЕПІНЕТІВНА, ЧЕПЕЛЬ НАТАЛІЯ ВАСИЛІВ-
НА, НАУМЕНКО КСЕНІЯ АНДРІЇВНА, УСЕНКО
ВІТАЛІЙ ОЛЕКСАНДРОВИЧ(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ХАРЧОВИХ
ТЕХНОЛОГІЙ(57) Спосіб визначення температури кипіння лет-
ких компонентів ефірних олій методом імітрованої

дистиляції, який передбачає встановлення темпе-
ратури кипіння летких вуглеводів за кореляційною
залежністю хроматографічних величин утриму-
вання компонентів від температур кипіння, який
відрізняється тим, що як хроматографічну вели-
чину утримування компонентів ефірних олій в ін-
тервалі температур кипіння 150...250°C викорис-
товують логарифмічний індекс утримування
Ковача, визначений на капілярній хроматографіч-
ній колонці з слабополярною нерухомою фазою.

Корисна модель призначена для визначення
температури кипіння летких компонентів ефірних
олій та її фракцій з кінцевою температурою кипін-
ня 250°C при атмосферному тиску, і може бути
використана в ефіроолійній та харчовій промисло-
вості.

Відомий спосіб фракційної перегонки нафти з
використанням газової хроматографії, який перед-
бачає встановлення температур кипіння нафто-
продуктів за кореляційною залежністю хромато-
графічної величини утримування нафтопродуктів
від їх температур кипіння (Пат. США на винахід
№3527567, опубл. 15.09.1967, сер. №668,075).
Недоліком цього методу є використання абсолют-
ного часу утримування нафтопродуктів в якості їх
хроматографічної величини утримування, який є
змінною величиною в залежності від експеримен-
тальних чинників.

В основу корисної моделі було покладено за-
дачу створення способу визначення температури
кипіння летких компонентів ефірних олій методом
імітрованої дистиляції. Знання істинних температур
кипіння дасть можливість планувати та розрахову-
вати технологічні, зокрема температурні, режими
фракціонування на ректифікаційній установці.

Поставлена задача вирішується тим, що у
способі визначення температури кипіння летких
компонентів ефірних олій методом імітрованої дис-
тиляції, який передбачає встановлення темпера-
тур кипіння летких вуглеводів за кореляційною

залежністю хроматографічних величин утриму-
вання компонентів від температур кипіння, згідно
корисної моделі у якості хроматографічної вели-
чини утримування компонентів ефірних олій в ін-
тервалі температур кипіння 150...250°C викорис-
товують логарифмічний індекс утримування
Ковача, визначений на капілярній хроматографіч-
ній колонці з слабо полярною нерухомою фазою.

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

Методика визначення температур кипіння лет-
ких компонентів ефірних олій, ґрунтується на імі-
тованій дистиляції з використанням капілярної
колонки, наприклад, WCOT та слабо полярною
нерухомою фазою (HP-5ms, DB-1), характеристика
якої наведена у табл.1.

Таблиця 1

Характеристика капілярної колонки

Назва показника	Значення
Матеріал колонки	кварц
Назва нерухомої фази	HP-5ms, DB- 5ms
Допустима робоча температура, °C	320
Полярність за Роршнайдером	5

(19) UA (11) 52810 (13) U

Полярність за Мак-Рейнольдсом	12
Геометричні розміри (d/L)	0,25мм/30м
Товщина плівки НФ	$0,25 \cdot 10^{-3}$ мм
Ефективність колонки по лімонену, теоретичні тарілки	21162-42671
Висота еквівалентної теоретичної колонки, м	0,0007-0,0014
Коефіцієнт ємності колонки K'	1,32-1,64
Селективність колонки по лімонену та карвону	1,12-1,80
Розділювальна здатність колонки R	5,32-5,76

Кореляційна залежність логарифмічного індексу утримування Ковача від температур кипіння компонентів ефірних олій будують по калібрувальній суміші, яка забезпечує лінійний характер кривої, повністю покриває інтервал кипіння ефірних олій та близька за хімічною будовою. Даним вимогам відповідає гомологічний ряд n-alkanів, які увійшли до калібрувальної суміші у рівних масових співвідношеннях: октан, нонан, декан, ундекан, додекан, тридекан, тетрадекан. Інтервал кипіння такої суміші становить від 125,7 до 252,5°C. Логарифмічний індекс утримування Ковача для вуглеводнів в межах гомологічного ряду є сталою величиною незалежно від типу НФ, на кожну групу CH_2 він збільшується на 100 одиниць.

Калібрувальний графік кореляційної залежності логарифмічного індексу утримування Ковача від температур кипіння компонентів ефірних олій побудовано в координатах температура кипіння - індекс утримування Ковача для гомологічного ряду n-alkanів (Фіг.1).

За калібрувальним графіком визначають температуру кипіння компоненту ефірної олії за відомим логарифмічним індексом утримування Ковача, який встановлюють розрахунковим чи графічним методами.

Спосіб здійснюється наступним чином. Готують калібрувальну суміш, до якої у рівних масових співвідношеннях вносять октан, нонан, декан, ундекан, додекан, тридекан, тетрадекан. Встановлюють робочі режими імітованої дистиляції на хроматографі та визначають хроматографічні показники утримування компонентів калібрувальної суміші: абсолютний і виправлений час утримування, логарифмічний індекс утримування Ковача.

Будують калібрувальний графік залежності логарифмічного індексу утримування Ковача від температур кипіння компонентів ефірних олій за результатами імітованої дистиляції калібрувальної суміші. За встановленими хроматографічно логарифмічним індексом утримування Ковача компонентів ефірних олій визначають їх температуру кипіння, використовуючи калібрувальний графік залежності.

Приклад 1

Для визначення хроматографічних величин ефірної олії кмину використовували газовий хроматограф "Хром 4" з детектором іонізації в полум'ї, пристосований для роботи з капілярною колонкою HP-5MS (Crosslinked 5% PH ME Siloxane) 30m×0,25mm×0,25μk.

Умови розділення компонентів ефірної олії кмину наведено у табл.2.

Таблиця 2

Умови хроматографічного аналізу компонентів ефірної олії кмину

Показник	Значення
Газ-носіє	гелій
Температура колонки, °C	80-160
Температура інжектора-випарника, °C	200-220
Температура детектора, °C	200-220
Швидкість газу-носія, мл/хв	1-1,5
Швидкість водню, мл/хв	30-33
Швидкість повітря, мл/хв	300-330
Об'єм проби, мкл	0,1-0,2

Визначено хроматографічні величини утримування компонентів ефірної олії кмину (абсолютний і виправлений час утримування, логарифмічний індекс утримування Ковача) за результатом аналізу. Температури кипіння компонентів ефірної олії кмину встановлено за кореляційною залежністю логарифмічного індексу утримування Ковача від температур кипіння компонентів ефірних олій. Хроматографічні величини утримування компонентів ефірної олії кмину (абсолютний і виправлений час утримування, логарифмічний індекс утримування Ковача) та їх температури кипіння наведено в табл.3.

Таблиця 3

Хроматографічні величини утримування та температури кипіння компонентів ефірної олії кмину

Номер компоненту	Абсолютний час утримування ($t_{\text{втр}}$), с	Виправлений час утримування ($t'_{\text{втр}}$), с	Індекс Ковача	Температура кипіння, °C
1	2	3	4	5
1	56,4	12,4	896	145,6
2	59,8	15,8	924	155,0
3	64,3	20,3	963	166,0
4	68,7	24,4	984	174,0
5	72,3	28,3	1020	177,0
6	98,7	54,7	1027	199,0
7	105,6	61,6	1035	208,0

Продовження таблиці 3

1	2	3	4	5
8	108,4	64,4	1085	212,0
9	112,7	68,7	1093	215,0
10	114,6	70,6	1142	219,0
11	119,8	75,8	1191	220,0
12	122,1	78,1	1195	228,0
13	124,2	80,2	1201	230,0
14	126,3	82,3	1206	232,0

Приклад 2

Для визначення хроматографічних величин ефірної олії коріандру використовували газовий хроматограф "Хром 4" з детектором іонізації в полум'ї, пристосований для роботи з капілярною колонкою DB-5ms (Crosslinked 5% PH ME Siloxane) 30m×0,25mm×0,25μk.

Умови розділення компонентів ефірної олії коріандру наведено у табл.4.

Таблиця 4

Умови хроматографічного аналізу компонентів ефірних олій

Показник	Значення
Газ-носії	гелій
Температура колонки, °C	100-190
Температура інжектора-випарника, °C	200-230

Температура детектора, °C	200-230
Швидкість газу-носія, мл/хв	1-1,5
Швидкість водню, мл/хв	30-33
Швидкість повітря, мл/хв	300-330
Об'єм проби, мкл	0,1-0,2

Визначено хроматографічні величини утримування компонентів ефірної олії коріандру (абсолютний і виправлений час утримування, логарифмічний індекс утримування Ковача) за результатом аналізу. Температури кипіння компонентів ефірної олії коріандру встановлено за кореляційною залежністю логарифмічного індексу утримування Ковача від температур кипіння компонентів ефірних олій. Хроматографічні величини утримування компонентів ефірної олії коріандру (абсолютний і виправлений час утримування, логарифмічний індекс утримування Ковача) та їх температури кипіння наведено в табл.5.

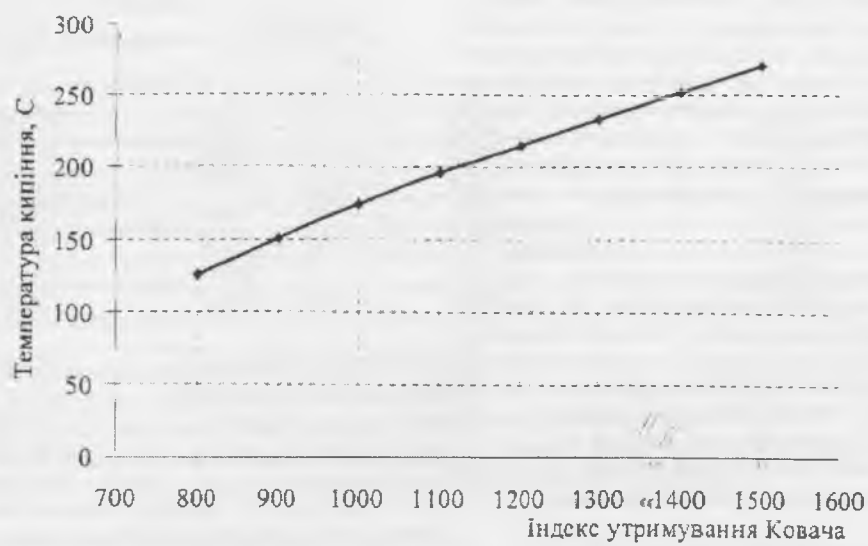
Таблиця 5

Хроматографічні величини утримування та температури кипіння компонентів ефірної олії коріандру

Номер компоненту	Абсолютний час утримування ($t_{\text{утр}}$), с	Виправлений час утримування ($t'_{\text{утр}}$), с	Індекс Ковача	Температура кипіння, °C
1	102,9	60,6	942	155
2	111,9	69,6	951	161
3	123,1	80,8	979	163
4	126	83,7	992	168
5	131,5	89,2	1017	171
6	163,8	121,5	1032	177
7	211,4	169,1	1080	183
8	230,4	188,1	1089	185
9	261,3	219	1108	197
10	320	277,7	1157	199
11	369,8	327,5	1165	204
12	383,8	341,5	1205	220
13	396,5	354,2	1258	230

Технічний результат полягає у встановленні значення температур кипіння компонентів ефірної олії, що дають можливість планувати температурні

режими проведення фракційної перегонки ефірної олії з отриманням фракцій заздалегідь спланованих ароматичних властивостей.



Фіг. 1