



УКРАЇНА

(19) (UA)

(11) 72721 A

(51) 7 C07C7/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І
НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

Деклараційний патент на винахід

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

Голова Державного Департаменту
інтелектуальної власності



М. Паладій

(21) 20031212959

(22) 30.12.2003

(24) 15.03.2005

(46) 15.03.2005. Бюл. № 3

(72) Віхорт Володимир Андрійович, Мельник Людмила Миколаївна, Манк Валерій
Веніамінович, Маложик Іван Федорович, Маринченко Віктор Опанасович

(73) Віхорт Володимир Андрійович, Мельник Людмила Миколаївна, Манк Валерій
Веніамінович, Маложик Іван Федорович, Маринченко Віктор Опанасович

(54) СПОСІБ ОЧИЩЕННЯ ЕФІРО-АЛЬДЕГІДНОЇ ФРАКЦІЇ



МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС

ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА ВИНАХІД

видається під
відповідальністю
власника
патенту

(54) СПОСІБ ОЧИЩЕННЯ ЕФІРО-АЛЬДЕГІДНОЇ ФРАКЦІЇ

1

(21) 20031212959
(22) 30.12.2003
(24) 15.03.2005
(46) 15.03.2005, Бюл. № 3, 2005 р.
(72) Віхорт Володимир Андрійович, Мельник Людмила Миколаївна, Манк Валерій Веніамінович, Малежик Іван Федорович, Маринченко Віктор Опанасович

2

(73) Віхорт Володимир Андрійович, Мельник Людмила Миколаївна, Манк Валерій Веніамінович, Малежик Іван Федорович, Маринченко Віктор Опанасович
(57) Спосіб очищення ефіро-альдегідної фракції (ЕАФ), що передбачає адсорбцію домішок сорбентом, який відрізняється тим, що як сорбент використовують палигорськіт в концентрації 10-20%.

Винахід відноситься до спиртової промисловості, зокрема до способів очищення ефіро-альдегідної фракції.

Ефіро-альдегідна фракція представляє собою суміш етилового спирту (94-98 %) і 2-6 % головних домішок (ефірів, альдегідів, діацетила, метанолу, нітратів та сульфатів).

Відомий спосіб очищення ефіро-альдегідної фракції екстрактивною ректифікацією [Цыганков П.С. Ректификационные установки спиртовой промышленности. - М.: Легкая и пищевая промышленность. 1984-с. 215-220], який передбачає оснащення ректифікаційної установки додатковою колоною, на якій проводиться розгонка ефіро-альдегідної фракції, в якій переходять всі головні домішки спирту і водно-спиртову суміш, звільнено від головних домішок, яка направляється в бражну колону.

Недоліками цього способу є великі витрати енергії на проведення процесу, необхідність застосування додаткового обладнання у вигляді розгінної колони, теплообмінника декантатора, системи трубопроводів, додаткові заходи щодо безпеки виробництва.

Найближчим технічним рішенням до заявлено-го способу є спосіб очищення ефіро-альдегідної фракції, що включає адсорбцію домішок сорбентом, де як сорбент використовують активоване вугілля, попередньо обробленого перекисом водню або азотною кислотою [кн.. Н.В. Кельцев. Основы адсорбционной техники. М. Изд. Химик, 1984 гю, С. 439-478].

Недоліком цього способу є великі витрати на адсорбційний процес за рахунок дорогою коштуючого активованого вугілля; а також недоліком цього способу є екологічно не чисте виробництво адсорбційного процесу за рахунок попередньої обробки активованого вугілля перекисом водню або азотною кислотою, що є отруйною та небезпечною для життєдіяльності, та тако., що потребує наявності спеціального обладнання для роботи в кислотному середовищі, що також призводить до збільшення витрат на адсорбційний процес за цим способом.

В основу винаходу покладено завдання очищення ефіро-альдегідної фракції від домішок сорбентом, який би забезпечував високу інтенсивність адсорбційного процесу при зниженні вартості адсорбційного процесу та був би екологічно чистим.

Поставлена задача досягається тим, що спосіб очищення ефіро-альдегідної фракції передбачає адсорбцію домішок сорбенту при кімнатній температурі згідно винаходу використовують палигорськіт концентрації 10-20 %.

Причинно-наслідковий зв'язок між запропонованими знаками і технічним результатом полягає у наступному:

палигорськіт - мінерал, що складається зі здвоєних в стрічки одномірних піроксенових ланцюжків. Сусідні стрічки об'єднуються вздовж основ тетраєдрів так, що вершини їх в кожній стрічці спрямовані в протилежні сторони. Дякуючи цьому через кожну наступну стрічку повторюється простір або канал, що йде строго паралельно стрічці. Для палигорськіта активна поверхня буде

пов'язана з розірваними зв'язками на ребрах і торцях кристалів. Ненасичений заряд розірваного зв'язку компенсується протоном, переводячи О в ОН. Ребра кристалів палигорськиту насичені однорідними ОН - групами будуть схильні активно утворювати водневі зв'язки з малою частинкою, що несе негативний заряд.

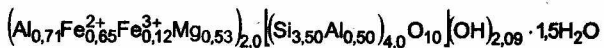
Значна частина поверхні пов'язана з кисневими основами тетраедрів одномірних стрічок в целіто подібних каналах. Ця поверхня має активні центри з найбільш вираженим негативним зарядом. Слід врахувати тільки розмір часточок, які будуть адсорбуватися поверхнею палигорськита. Для крупних молекул активною поверхнею будуть тільки „розірвані зв'язки, для невеликих - цеолітні канали”.

Враховуючи дисперсність палигорськита його природу активних центрів можна без перебільшення сказати, що цей сорбент можна застосовувати для очищення ефіро-альдегідної фракції від домішок.

Гідрослюда являє собою гідратизовану форму шаруватих мінералів з лускуватою будовою. Ці мінерали здебільшого утворюються при екзогенних процесах у корі вивітрювання, а також в останній стадії гідротермальних процесів, коли розчини близькі до холодноводних.

Гідрослюди найчастіше утворюються при розкладанні та гідратації парагоніту, мусковіту та інших мінералів групи слюд і відповідають певним стадіям їх зміни. Поклади цих мінералів розташовуються у верхніх шарах земної поверхні.

Формула гідрослюди така:



По кристалохімічній формулі гідрослюда є диоктаедричне утворення з жорсткою ґраткою. Октаедричні її положення заповнені, в основному, катіонами алюмінію і заліза. Частина катіонів кремнію в тетраедричних положеннях заміщена алюмінієм, а в октаедрах катіони алюмінію та трьохвалентного заліза заміщені двухвалентними залізом і магнієм. Катіонний дефіцит цих замінів компенсується гідроксонієм і калієм.

Гідрослюди характеризуються наявністю тільки зовнішньої адсорбуючої поверхні, а її пористість зумовлена щільними між контактуючими частинками. Величина питомої поверхні і розмір перехідних пор визначається дисперсністю частинок, яка в свою чергу залежить від досконалості кристалічної структури мінералу. Саме цими обставинами можна пояснити підвищене значення питомої поверхні, яка майже в рівній мірі доступна молекулам води й вуглеводням. Для гідрослюди характерні високі значення ємності обміну і теплоємності змочування, які є наслідком присутності негативного заряду на кисневій поверхні, що зумовлює наявність утворення місткого між шарового простору.

Для підвищення адсорбційної здатності гідрослюди необхідно звільнити адсорбуючу поверхню від води. Цього можна досягти шляхом нагріву природного мінералу до певної температури.

Спосіб полягає в наступному:

Якості об'єктів досліджень були взяті представники глинистих мінералів таких як палигорськит, гідрослюда, сапоніт, клиноптилоліт, глауконіт.

Очищені розчини ефіро-альдегідної фракції піддавалися хроматографічному аналізу. Результати представлені в таблиці 1.

Таблиця 1

Компонент	ісх.	Па	Сапоніт	Гідросл.	Клин	Глауконіт
діетиловий еф.	0,016	0,0083	0,016	0,016	0,016	0,007
метил ацетат	0,013	0,0057	0,010	0,010	0,011	0,006
етил ацетат	0,610	0,44	0,60	0,60	0,60	0,47
пропил ацетат	0,016	0,015	0,0155	0,016	0,016	0,014
етил пропіонат	0,101	0,101	0,104	0,099	0,099	0,098
і. бутил ацетат	0,0063	0,0063	0,0060	0,0060	0,0063	0,0060
н. бутил ацетат	0,0021	0,0021	0,0020	0,0021	0,0021	0,0020
і. амил ацетат	0,0023	0,0023	0,0023	0,0023	0,0023	0,0020
Альдегіди - кетони						
ацеталь альдегід пропіоновий альд.	0,036	0,0187	0,0194	0,0130	0,00180	0,0140
ацетон	0,022	0,0150	0,0156	0,0195	0,0190	0,0070
метил етил кетон	0,0017	0,0012	0,0014	0,0016	0,0015	0,00093
оцтова кислота	0,0150	0,0082	0,0019	0,0150	0,0137	0,0138
Спирти						
метиловий	0,0147	0,0145	0,0119	0,0133	0,0135	0,0124
н.пропиловий	0,0063	0,0060	0,0060	0,0060	0,0060	0,0060
і.бутиловий	0,0061	0,0060	0,0060	0,0060	0,0059	0,0060
і. аміловий	0,0035	0,0020	0,0018	0,0020	0,0019	0,0020

Дані в таблиці 1 свідчать, що палигорськит, гідрослюда та глауконіт адсорбують домішки, покращуючи якість ефіро-альдегідної фракції.

Враховуючи, що добування палигорськиту та слуди налагоджено краще на території України, то за адсорбційного очищення ЕАФ слід рекомендувати палигорськит, гідрослюда, або комбінований

сорбент, що складається з алигорськіту і гідрослюди.

Спосіб полягає в наступному. Адсорб емністю 1,5 л засипали 100 г палигорськіту і пропускали і

пропускали ЕАФ. Очищені розчини піддавали хімічному аналізу, результати яких представлені в таблиці 2.

Таблиця 2

Назва адсорбенту, величина фракції	Кислоти/л б. с.	Естери (ефіри) г/л б. с.	Альдегідг/л	Вищі спирти% об.
Вихідна	0,70	5,62	2,81	0,65
Па, фракц. 0,5 мм	0,57	4,68	2,34	0,76
Па, фракц. 0,5 мм	0,51	5,24	2,81	0,674
ГС, фракц. 3-2 мм	1,28	4,12	1,4	1,1
ГС+Па	0,51	5,24	2,81	0,83

Із табл. 2 видно, що кислоти краще адсорбуються палигорськітом, естери та альдегіди - палигорськітом та гідрослюдою.

На основі експериментальних даних встановлена степінь насичення сорбенту домішками. Ця величина варіюється 400-420 кг адсорбенту на 1000 дал ЕАФ.

Технологічна схема адсорбційного очищення ЕАФ природними мінералами представлена на кресленні, де 1 - збірник ЕАФ; 2 - насадка; 3 - насос; 4 - абсорбери; 5 - тканинний фільтр; 6 - збірник промивних вод; 7 - збірник очищеної ефіро-альдегідної фракції.

Спосіб очищення ефіро-альдегідної фракції здійснюється наступним способом: із емності 1 ЕАФ надходить через насос 3 у перший абсорбер 4 знизу вгору. Очищений розчин через тканинний фільтр 5 збирається у емності 7, вода, що промиває відпрацьований сорбент надходить у емність 6, забирає частину домішок і спирту, які знаходилися у каналах сорбенту і може використовуватися за призначенням, оскільки на попередньо порахо-

ваному кількість ЕАФ, яка осіла в адсорбенті, подіється така кількість води, до 40-42 % об.

Очищаючий розчин подається знизу через розподільні елементи, що забезпечує рівномірний його розподіл по висоті шару адсорбенту. Подача ЕАФ знизу сприяє розривленню адсорбенту, що позитивно впливає на процес адсорбції.

Піддавати адсорбційному очищенню ЕАФ економічно вигідно. Витрати електроенергії базуються тільки на подачі продукту в адсорбер та подачу води на промивку відпрацьованого сорбенту. Втрати ЕАФ мізерні. Для виробництва лаків спирт, фарб, миючих засобів використовуються не тільки спирт, а й домішки, що робить виробництво безвідходним. Низька собівартість сорбенту, розроблені родовища на території України підтверджують економічну доцільність використання природних дисперсних мінералів для адсорбційного очищення.

Винахід може знайти широке використання в харчовій промисловості, а саме, в спиртовій для очищення ефіро-альдегідної фракції.

