



УКРАЇНА

(19) UA (11) 52811 (13) U
(51) МПК (2009)
B01D 15/08

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ІМІТОВАНОЇ ДИСТИЛЯЦІЇ ЕФІРНИХ ОЛІЙ ПРЕПАРАТИВНОЮ ГАЗОВОЮ ХРОМАТОГРАФІЄЮ

1

2

(21) u201002692

(22) 10.03.2010

(24) 10.09.2010

(46) 10.09.2010, Бюл.№ 17, 2010 р.

(72) СИЛКА ІРИНА МИКОЛАЇВНА, ФРОЛОВА НАТАЛІЯ ЕПІНЕТІВНА, ЧЕПЕЛЬ НАТАЛІЯ ВАСИЛІВНА, НАУМЕНКО КСЕНІЯ АНДРІЇВНА, УСЕНКО ВІТАЛІЙ ОЛЕКСАНДРОВИЧ

(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ХАРЧОВИХ ТЕХНОЛОГІЙ

(57) Спосіб імітованої дистиляції ефірних олій препаративною газовою хроматографією, який перед-

бачає фракціонування ефірних олій на насадкових колонках, який **відрізняється** тим, що імітовану дистиляцію ефірних олій - фракціонування на окремі компоненти або фракції в порядку зростання їх температур кипіння - проводять на насадкових колонках з використанням градієнта розміру зернин твердого носія та кількості неполярної нерухокої фази з наближенням числа теоретичних тарілок насадкової колонки до числа теоретичних тарілок ректифікаційної колони.

Корисна модель відноситься до способу фракціонування ефірних олій шляхом препаративної газової хроматографії, імітуючи фізичну дистиляцію на ректифікаційній колоні і може бути використана у харчовій та ефіроолійній промисловості.

Фракціонування ефірних олій проводять з метою виділення чистих ароматичних речовин та їх фракцій, визначення їх фізичних та органолептичних властивостей, створення нових ароматичних композицій.

Відомий спосіб фракціонування терпенових вуглеводнів та кисневмісних сполук препаративною газовою хроматографією на насадкових колонках з нерухомими фазами, наприклад, силікон С, капронат натрію (Берчфилд Г. Газовая хроматография в биохимии / Г. Берчфилд, Э. Сторрс; [пер. с англ. М.И. Яновского]. - М.: Изд. «Мир», 1964. - 620с. 383с.). Недоліком цього способу є неефективне розділення за рахунок різних фізико-хімічних властивостей цих сполук та неможливість відтворення такого розділення на промисловій вакуум фракційній установці.

В основу корисної моделі покладено створення способу імітованої дистиляції ефірної олії на препаративній хроматографічній колонці адекватно фізичній дистиляції на ректифікаційній колоні. Це дає можливість фракціонувати ефірну олію з незначними її витратами за малий проміжок часу, визначати органолептичні характеристики одержаних фракцій і перспективність нових видів сиро-

вини, встановлювати режими ефективного фракціонування ефірних олій на вакуум-фракційній установці.

Поставлена задача вирішується тим, що спосіб імітованої дистиляції ефірних олій препаративною газовою хроматографією передбачає фракціонування ефірних олій на насадкових колонках. Згідно корисної моделі, імітована дистиляція ефірних олій - фракціонування на окремі компоненти або фракції в порядку зростання їх температур кипіння, проводиться на насадкових колонках з використанням градієнту розміру зернин твердого носія та кількості неполярної нерухокої фази з наближенням числа теоретичних тарілок насадкової колонки до числа теоретичних тарілок ректифікаційної колони.

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

Процес імітованої дистиляції забезпечується препаративною градієнтною колонкою з числом теоретичних тарілок, що максимально наближається до ректифікаційної колони.

Насадка препаративної колонки розділена на чотири секції в порядку спадання розміру зернин твердого носія від 3,00 до 0,56мм. Нерухома фаза наноситься на секції твердого носія в порядку зменшення її концентрації і становить від 25 до 14%. Колонка заповнюється секціями насадки у відповідному порядку: на початку - максимальний

UA (19) 52811 (11) U

розмір зерен, вкінці - мінімальний. Градієнтний характер колонки забезпечує необхідну ефективність та селективність колонки по відношенню до основних ароматичних компонентів ефірних олій (табл.1).

Таблиця 1

Характеристика препаративної колонки

Твердий носій	Хромосорб А (0,56...3,00)
Нерухома фаза	15...20% ПМС-100
Діаметр колонки, мм	10
Довжина колонки, м	5
Ефективність колонки по лімонену, теоретичні тарілки	50
Висота еквівалентної теоретичної колонки, мм	100
Селективність колонки по лімонену та карвону	2,21
Продуктивність колонки, мл/год	1-1,4

Безпосереднє вловлювання ароматичних компонентів суміші та відокремлення їх від газу-носія забезпечує посуд Дьюара з охолоджуючим середовищем. Фракції збирають у конусоподібні скляні пробірки спеціальної конструкції, яка забезпечує мінімальні втрати летких речовин.

Хроматографічні умови імітованої дистиляції встановлені шляхом експериментального підбору кожного параметру, виходячи з експлуатаційних можливостей приладів та кінцевої температури кипіння ефірних олій (табл.2).

Таблиця 2

Умови імітованої дистиляції на препаративному хроматографі

Швидкість потоку газу-носія, см ³ /хв	70...100
Температура випарника, °С	220
Температура термостата колонки, °С	150...230
Температура збірника фракцій, °С	230
Температура посуду Дьюара, °С	-70
Температура детектора, °С	230

Після встановлення необхідних параметрів роботи хроматографа проводиться імітована дистиляція ефірних олій з отриманням фракцій.

Спосіб здійснюється наступним чином. Збірник фракцій (індивідуальних речовин) підключається на виході з хроматографічної колонки через катарометр.

До збірника приєднуються конусоподібні скляні пробірки - вловлювачі фракцій, які занурюються в посуд Дьюара, наповнений сумішшю сухого льоду з ацетоном. Це забезпечує температуру -70 °С.

Включається хроматограф і встановлюються робочі режими згідно таблиці 2. В інжектор вводиться 0,7...0,8см³ ефірної олії.

При появі на хроматограмі початку піку індивідуальної речовини тумблером відкривається вхід у вловлювач фракцій.

Виділення продовжується до кінця піку індивідуальної речовини на хроматограмі і закривається тумблером вхід до вловлювача фракцій.

Встановлюється час виходу основних ароматичних компонентів та підбираються межі відбору фракцій. Напрацювання необхідних кількостей фракцій проводиться шляхом однотипних розгонок ефірних олій, збільшивши об'єм зразку до 1мл.

Приклад 1

Для отримання фракцій із ефірної олії кмину, розділяли 0,7мл ефірної олії кмину за встановленими умовами способу імітованої дистиляції препаративною газовою хроматографією в режимі лінійного програмування температури термостату колонки.

Оптимальні умови збору виділених окремих компонентів та фракцій ефірної олії кмину становлять: температури термостату колонки програмується від 170 до 230°С зі швидкістю 5°С/хв, температура корпусу вловлювача - 260°С, температура в посуді Дьюара -70°С. Приймальник фракцій занурюють в посуд Дьюара наповнений сумішшю сухого льоду з ацетоном. При оптимальних умовах вдається досягти повноти збору 80%.

У результаті отримують хроматографічний профіль ефірної олії кмину (Фіг.1).

На Фіг.1 зображена хроматограма імітованої дистиляції ефірної олії кмину. Відповідність піків: 1- β-мірцен, 2 - лімонен, 3 - α-терпінеол, 4 - карвон.

Хроматографічний профіль умовно розділяють на фракції за часом утримання основних компонентів, який становить: β-мірцен - 13хв., лімонен - 20хв., α-терпінеол - 27хв., карвон - 40хв. Встановлено чіткі межі відбору кожної фракції та зміну аромату фракції залежно від часу її відбору, що показано у табл.3.

Таблиця 3

Фракції ефірної олії кмину, отримані імітованою дистиляцією

Номер фракції	Межі відбору фракції, хв.	Напрямок аромату
Фракція 1	9,2-14,8	Аромат трав'яний
Фракція 2	16,8-22	Лимонний аромат
Фракція 3	24,8-30	Квітковий аромат із тоном кмину
Фракція 4	36-52	Насичений терпко-пряний аромат

При такому звуженні меж відбору аромати фракцій мають більш виражені відмінності.

Приклад 2

Для отримання фракцій із ефірної олії лимону, розділяють 0,7мл ефірної олії лимону за встановленими умовами способу імітованої дистиляції препаративною газовою хроматографією в режимі лінійного програмування температури термостату колонки.

Оптимальні умови збору виділених окремих компонентів та фракцій ефірної олії лимону становлять: температура термостату колонки програмується від 170 до 200°C зі швидкістю 5°C/хв.; температура корпусу вловлювача - 260°C, температура в суді Дьюара -70°C. Приймальник

фракцій занурюють в посуд Дьюара наповнений сумішшю сухого льоду з ацетоном. При оптимальних умовах вдається досягти повноти збору 80%.

У результаті отримують хроматографічний профіль ефірної олії лимону (Фіг.2).

На Фіг.2 зображена хроматограма імітованої дистиляції ефірної олії. Відповідність піків: 1 - α -пінен, 2 - лімонен, 3 - цимол.

Хроматографічний профіль умовно розділяють на фракції за часом утримування основних компонентів, який становить: α -пінен - 10,5хв., лімонен - 20хв., цимол - 32хв. Встановлено чіткі межі відбору кожної фракції та зміну аромату фракції залежно від часу її відбору, що показано у таблиці 5.

Таблиця 5

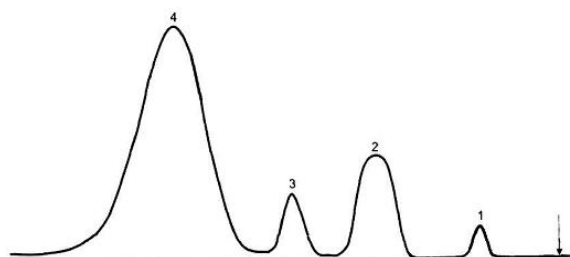
Фракції ефірної олії лимону, отримані імітованою дистиляцією

Номер фракції	Межі відбору фракції, хв.	Напрямок аромату
Фракція 1	8,3-13,4	Аромат пряний
Фракція 2	15,4-25	Лимонний аромат
Фракція 3	27,7-40	Квітковий аромат

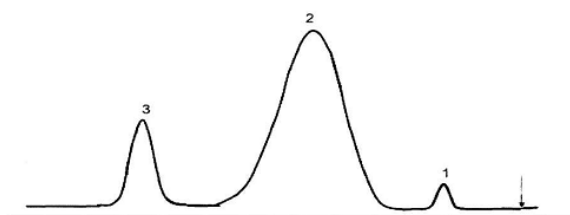
Такі межі відбору фракцій (табл.5) мають більш виражені відмінності, а чистий лімонен відбирається у максимальній кількості.

Технічний результат полягає в одержанні фракцій ефірних олій, або окремих їх компонентів за

короткий проміжок часу з максимальною адекватністю фізичній дистиляції на ректифікаційній колоні, визначати їх фізичні та органолептичні властивості.



Фіг. 1



Фіг. 2