

6-28-2018

Receiving selective carbon adsorbents for selective cleaning of the distilled glycerin

D.D Savriyeva

Doctoral student lab. "Colloid chemistry" of the Institute of General and Inorganic Chemistry, Tel .: (94) 638-25-33 (m), salihanova79@mail.ru

D.S Salikhanova

Doctor of Technical Sciences, Chief Researcher, Colloid Chemistry Laboratory, Institute of General and Inorganic Chemistry Tel .: (99) 819-79-20 (m),

I.D Eshmetov

Doctor of Technical Sciences, prof., head. lab. "Colloid chemistry" of the Institute of General and Inorganic Chemistry, Tel .: (97) 448-28-56 (m), buntik81@mail.ru

A.A Abdurakhimov

Head teacher of TashHTI, Tel .: (90) 903-22-00 (m), ahror_86_249@mail.ru

F.N. Agzamova

junior researcher of lab. "Colloid chemistry" at the Institute of General and inorganic chemistry of Uzbekistan Academy of Sciences, mob.tel.+99897 447-97-62, SL.tel. 262-46-13, 100170: Republic of Uzbekistan, Tashkent, Mirzo Ulughbek District, M. Ulughbek Avenue, 77a, agzamova.feruza@mail.ru
Follow this and additional works at: <https://uzjournals.edu.uz/ijctcm>

 Part of the [Engineering Commons](#)

Recommended Citation

Savriyeva, D.D; Salikhanova, D.S; Eshmetov, I.D; Abdurakhimov, A.A; and Agzamova, F.N. (2018) "Receiving selective carbon adsorbents for selective cleaning of the distilled glycerin," *Chemical Technology, Control and Management*: Vol. 2018 : Iss. 2 , Article 3.

DOI: <https://doi.org/10.34920/2018.3.15-19>

Available at: <https://uzjournals.edu.uz/ijctcm/vol2018/iss2/3>

This Article is brought to you for free and open access by 2030 Uzbekistan Research Online. It has been accepted for inclusion in Chemical Technology, Control and Management by an authorized editor of 2030 Uzbekistan Research Online. For more information, please contact sh.erkinov@edu.uz.

Receiving selective carbon adsorbents for selective cleaning of the distilled glycerin

Cover Page Footnote

Tashkent State Technical University, SSC «UZSTROYMATERIALY», SSC «UZKIMYOSANOAT», JV «SOVPLASTITAL», Agency on Intellectual Property of the Republic of Uzbekistan



ISSN 1815-4840

Himičeskaâ tehnologiâ. Kontrol' i upravlenie

**CHEMICAL TECHNOLOGY.
CONTROL AND MANAGEMENT**2018, №3 (81) pp.15-19. <https://doi.org/10.34920/2018.3.15-19>International scientific and technical journal
journal homepage: <https://uzjournals.edu.uz/ijctcm/>

Since 2005

УДК 664.3

**Д.Д.САВРИЕВА, Д.С.САЛИХАНОВА, И.Д.ЭШМЕТОВ,
А.А.АБДУРАХИМОВ, Ф.Н.АГЗАМОВА (ИОНХ АН РУз)****ПОЛУЧЕНИЕ ИЗБИРАТЕЛЬНЫХ УГОЛЬНЫХ АДсорбЕНТОВ ДЛЯ СЕЛЕКТИВНОЙ
ОЧИСТКИ ДИСТИЛЛИРОВАННОГО ГЛИЦЕРИНА**

Маҳаллий кўмирлардан дистилланган глицеринни селектив тозалаш учун танловчи адсорбентларни олиш имкони аниқланган. Маҳаллий кўмирларнинг ацетон бўйича говакликнинг ўзгаришини ҳароратга боғлиқлиги аниқланган. Энг юқори говаклик 300 °С ҳароратда ҳавосиз шароитда куйдирилган кўмир адсорбентида, яъни 49,9% га ацетон бўйича говакликка эришилиши аниқланган. Адсорбентнинг говакликига вақтнинг таъсири ўрганилди ва 180 минут давомида ҳавосиз шароитда куйдиришнинг оптимал шароити аниқланган.

Калит сўзлар: *дистилланган глицерин, адсорбент, кўмир, кўмир адсорбенти, говаклик, пиролиз.*

Установлена возможность получения избирательных адсорбентов из местных углей для селективной очистки дистиллированного глицерина. Определена зависимость изменения пористости по ацетону местных углей от температуры нагрева. Установлено, что без доступа воздуха при 300 °С можно получить избирательный адсорбент, т.е. с пористостью по ацетону 49,9%. Исследовано влияние времени на пористость адсорбента и установлено оптимальная время пиролиза 180 минут.

Ключевые слова: *дистиллированный глицерин, адсорбент, уголь, угольный адсорбент, пиролиз, пористость.*

It is identified that on the basis of local coal, it is possible to obtain high-carbon coal adsorbents for the treatment of distilled glycerin. It was determined that the change in the porosity of local coal at the acetone dependence on the temperature. The highest porosity at 300°C in the burned coal adsorbent in vacuum was achieved 49.9%. The effect of time on the porosity of the adsorbent has been studied and the optimal conditions have been created for 180 minutes in vacuum.

Keywords: *distilled glycerol, adsorbent charcoal, coal, carbonic adsorbent, pyrolysis, porosity.*

В настоящее время глицерин является одним из важных реагентов в производствах взрывчатых веществ, лекарств, поверхностно-активных веществ (ПАВ) и многих других ценных продуктов. Поэтому его качеству, особенно чистоте, уделяется внимание, что диктует необходимость его многократной тонкой очистки с использованием избирательных адсорбентов. В этом аспекте заслуживает внимание угольные адсорбенты, избирательно сорбирующие примеси глицерина. Известны работы [1,2] по адсорбционной очистке дистиллированных глицеринов, полученных из различного сырья по известной технологии.

Дальнейшее повышение эффективности производства глицерина и улучшение его качества может осуществляться за счет усовершенствования технологических процессов. Одним из таких направлений является разработка рациональных методов и оптимальных режимов адсорбционной очистки и высокопроизводительных процессов наиболее полного отделения отработанного угля с адсорбированными примесями от глицерина [3].

Дистиллированный глицерин по сравнению с сырым, имеет более высокую концентрацию (до 98%) и качество, обусловленное малым содержанием в нём примесей. Известны два способа получения дистилляционного глицерина: дистилляция сырого глицерина и ионообменная очистка

глицериновых вод с последующим их концентрированием. Очистку сырого глицерина от примесей осуществляют перегонкой его с водяным паром под вакуумом [2,3].

Для получения глицерина высшего сорта и I сорта дистиллированный глицерин подвергают отбеливанию активированным углем с целью улучшения цвета и запаха, а также незначительного снижения содержания жирных кислот, сложных эфиров, нелетучего органического остатка и минеральных примесей [4,5].

В производстве глицерина широко используют углеродные адсорбенты – активные угли, которые обладают относительной доступностью и избирательно адсорбционными свойствами при многократном проведении циклов адсорбции и десорбции.

В настоящее время основным сырьем для получения активных углей является каменный уголь, торф, древесина, скорлупа орехов, косточки плодов и которые имеют различные избирательные свойства [6].

Количество активированного угля зависит от качества исходного глицерина и составляет 0,25...0,75% к его общей массе. На практике процесс очистки проводят при температуре около 80⁰С и непрерывном перемешивании в течение 2-3 ч с последующим отделением угля на фильтр-прессе. При необходимости в мешалку добавляют расчетное количество конденсата для разбавления глицеринового раствора до 94%-ой концентрации, соответствующей требованиям стандарта на дистиллированный глицерин высшего и I сорта. Активный уголь промывают водой (в отдельной мешалке или на фильтр-прессе), которую направляют на выпаривание. При этом отработавший активный уголь не должен содержать более 2% глицерина. Повторно уголь можно использовать лишь после регенерации, заключающейся в тщательной промывке его, сушке при 100-110⁰С и измельчении [7].

На сегодняшний день в АООТ «Ургенч ёғ - мой» для очистки дистиллированного глицерина в основном используют импортные угольные адсорбенты. Они снижают зольность дистиллированного глицерина с 0,02 до 0,009%. Импортный индийский угольный адсорбент снижает зольность глицерина, однако он очень дорогой. В Узбекистане имеются много марок Ангрениских бурых и каменных Шаргунских углей. Однако Шаргунский каменный уголь считается высокозольным, поэтому для дальнейших исследований нами выбран Ангрениский бурый уголь. К сожалению в республике не имеется производство активированных и модифицированных углей. Лабораторные исследования выявили необходимость придания углю гидрофобных свойств, например, путём термического пиролиза. В процессе пиролиза, содержащиеся в угле карбоксильные и гидроксильные группы разрушаются, что приводит к гидрофобизации его органической массы. Учитывая это, нами были проведены исследования влияния температуры пиролиза на физико-химические свойства Ангрениского бурого угля при разных температурах [1]. Отсеянный измельченный Ангрениский уголь размером 2 мм подвергали термическому пиролизу без доступа воздуха при температурах 200, 300,...и 600⁰С на специальной установке. Опыты проводили следующим образом: воздушно-сухую навеску весом 50 г засыпали в реактор, представляющий собой емкость цилиндрической формы из жаропрочного материала, закрытую с одного конца. Реактор с исследуемой пробой нагревали до заданной температуры без доступа воздуха. Предварительно высушенный до постоянного веса уголь высыпали во взвешенный мерный цилиндр емкостью 100 мл (диаметр 25 мм). Наполнение цилиндра до 100 мл метки осуществляли порциями по 15-20г, уплотняя уголь встряхиванием цилиндра после засыпания каждой порции. Цилиндр с углем взвешивали с точностью до 0.01 г и наполняли ацетоном до постоянного уровня ацетона над слоем угля. Через 30 мин избыток ацетона сливали, и цилиндр с углем взвешивали. Пористость угля по ацетону x (в объем. %) рассчитывали по формуле [8]:

$$x = \frac{(G''_{ц.у} - G'_{ц.у}) * 100}{\rho V} = \frac{(G''_{ц.у} - G'_{ц.у})}{\rho}$$

где: $G'_{ц.у}$ - вес цилиндра с углем до пропитывания ацетоном, г; $G''_{ц.у}$ - вес цилиндра с углем, после пропитки ацетоном, г; ρ - плотность ацетона при температуре опыта, г/см³; $V = 100$ см³ - объем активного угля.

Полученные результаты приведены в табл 1.

Таблица 1.

Изменение пористости активированных углей в зависимости от марки и температуры пиролиза

Марка угля	Температура, °С	Пористость, % по ацетону
2БПК (Ангренский уголь)	исходный	33,1
2БПК (Ангренский уголь)/ 2 мм	200	42,2
2БПК (Ангренский уголь)/ 2 мм	300	49,9
2БПК (Ангренский уголь)/ 2мм	400	39,0
2БПК (Ангренский уголь)/ 2мм	500	26,7
2БПК (Ангренский уголь)/ 2мм	600	20,7
Индийский уголь (контроль)	исходный	52,7

Как видно из табл. 1. оптимальной температурой пиролиза для достижения максимальной пористости - 49,9%, считается 300 °С, т.к., близка к контрольному образцу. Дальнейшее повышение температуры приводит к снижению пористости. Следовательно, оптимальной температурой пиролиза считается 300 °С. Далее, нами исследована зависимость пористости угля от дисперсности сырья при 300°С. Полученные результаты приведены в табл.2.

Таблица 2.

Изменение пористости угля в зависимости от размера его частиц

Размер частиц угля, мм	Пористость, % по ацетону
1-2	53,35
2-3	49,92
3-4	41,2
4-5	35,9
5-10	29,5

Из табл.2. видно, что пористость угля сильно зависит от его дисперсности. Установлено, что, чем меньше размер частиц, тем больше увеличивается пористость угольного адсорбента.

Однако размер частиц угля также влияет на другие показатели, т.е. фильтруемость, маслоёмкость адсорбента и выход очищенного масла. Нами изучено, влияние дисперсности на фильтруемость глицерина который приведен в табл. 3. Для этого проведена очистка дистиллированного глицерина с зольностью 0,14. При очистке дистиллированного глицерина зольность играет важную роль – при оценке его качества. Учитывая это очистку проводили при 70 °С в течение 30 минут.

Из табл. 3. видно, что применение угольных адсорбентов размером 1-2 мм, осложняет процесс фильтрования, поэтому оптимальным размером угля выбрано - 2-3мм, а дальнейшее повышение размера частиц угля повышает фильтруемость, однако отрицательно влияют на качество очищаемого глицерина. Высокую зольность очищенного глицерина с углем размером 1-2мм, можно объяснить тем, что мелкие частицы угля легко проходя через фильтр, остаются в очищенном глицерине.

Таблица 3.

Изменения фильтруемости и зольности глицерина в зависимости от размера частиц угля

Размер частиц угля, мм	Фильтруемость мл/5сек.	Зольность очищенного глицерина, %
1-2	4,8	0,18
2-3	8,6	0,02
3-4	10,3	0,06
4-5	13,6	0,09
5-10	16,5	0,11

Также при термическом пиролизе время играет немаловажную роль. Изучено влияние времени пиролиза на пористость получаемых углей при 300⁰С. Полученные результаты приведены табл.4.

Таблица 4.

Изменение пористости адсорбента в зависимости от времени пиролиза угля

Номера образцов	Время пиролиза, мин	Пористость, % по ацетону
1	15	35,4
2	30	41,2
3	45	49,9
4	60	49,9
5	75	49,8

Из табл.4 видно, что продолжительность времени пиролиза до 45 минут положительно влияет на увеличение пористости получаемого адсорбента, а дальнейшее повышение времени обработки отрицательно влияет на его пористость. Поэтому целесообразно проводить пиролиз Ангреноского бурого угля марки 2БПК при 300⁰С с размером частиц в пределах 2-3 мм и при продолжительности времени обработки 45 минут.

Известно, что в процессе получения глицерина в его состав переходит определенное количество свободных жирных кислот, образовавшихся при расщеплении триацилглицеридов. Их присутствие в составе глицерина не желательно т.к. они отрицательно влияют в процессах получения пороха, лекарств и др. Поэтому при оценке избирательности угольных адсорбентов учитывают сорбционные характеристика по данному показателю. На практике для косвенной оценки содержания свободных жирных кислот в маслах, жирах и глицерине используют показатель их кислотного числа [9], который определяется по формуле:

$$K_ч = 5,11 \cdot V/a;$$

где: V-объем (в мл) 0,1н спиртового раствора КОН пошедшего на титрование; a – навеска вещества (в г).

Используя данный показатель нами изучена, избирательность угольных адсорбентов, разработанных в лабораторных условиях. При этом в качестве контроля также использован индийский активированный уголь, применяемый в глицериновом производстве.

В табл.4 представлены результаты исследования избирательной сорбции свободных жирных кислот разработанными угольными адсорбентами.

Из табл.4 видно, что предлагаемый адсорбент, полученный из Ангреноского бурого угля марки 2БПК по избирательной сорбции свободных жирных кислот из глицерина не уступает дорогостоящему индийскому адсорбенту. При этом пиролиз угля целесообразно проводить при 300⁰С т.к. дальнейшее повышение данного показателя до 500⁰С отрицательно влияет на сорбцию свободных жирных кислот из глицерина.

Таблица 4

Изменение кислотного числа (к.ч.) глицеринов в зависимости от вида и температуры пиролиза угольного адсорбента

Вид угольного адсорбента	Температура пиролиза °С	Содержание свободных жирных кислот в глицерине (к.ч) мг КОН/г	
		до очистки	после очистки
Ангренский уголь марки 2БПК	300	0,24	0,05
Ангренский уголь марки 2БПК	500	0,20	0,06
Индийский уголь активированный	550	0,22	0,06

Таким образом, проведенные исследования показали, что из Ангреного угля марки 2БПК можно получить избирательно углеродные адсорбенты для очистки дистиллированного глицерина, которые по своим структурным характеристикам не уступают индийскому адсорбенту.

Список литературы:

1. D.D.Savrieva, D.S.Salihanova, I.D.E`shmetov, S.A.Abdurahimov, "Adsorbicinnaya ochistka distillirovannogo glicerina poluchennogo iz hlopkovogo soapstoka" [Adsorption purification of distilled glycerol obtained from cotton soap], *Universum: Tehnicheskie nauki*, no. 9 (39), 2017 (in Russian).
2. N.S.Arutyunyan, E.A.Arisheva, L.I.Yanova, I.I.Zaharova, N.L.Melamud, *Tehnologiya pererabotki jirov [The technology of processing of fats]*, Moskva, 2001, 62 p. (in Russian).
3. S.I.Bochkin, *Proizvodstvo glicerina [The production of glycerol]*, Leningrad, 2008, 64 p. (in Russian).
4. L.V.Begun, V.M.Kisarov, A.I.Subbotin, V.M.Trachenko, "Adsorbciya promy'shlenny'h uglevodorodov k nizshim alifaticeskikh spirtov na aktivnom ugle AR-3" [Adsorption of industrial hydrocarbons to lower aliphatic alcohols or mathematical and computational angle AR-3], *Himicheskaya promy'shlennost'*, no. 3, pp. 196-198, 1973 (in Russian).
5. A.G.Kasatkin, *Osnovny'e processy' i apparaty' himicheskoy tehnologii [Basic processes and devices of chemical technology]*. Moskva: Himiya, 1973, 753 p. (in Russian).
6. N.F.Lesch'enko, "Issledovanie i razrabotka tehnologii adsorbicinnoy ochistki distillirovannogo glicerina i otdeleniya adsorbenta" [Research and development of technology for adsorption purification of distilled glycerol and adsorbent separation], Dis. na sois. kandidata tehn. nauk., Krasnodar, 1979, 125 p. (in Russian).
7. V.A.Litvinova, V.I.Kasatochkin, *Sbornik struktury'. Himiya ugleroda i ugley [Collection of structures". Carbon chemistry for coal processing]*. Moskva: Nauka, 1969, 46 p. (in Russian).
8. D.A.Koly'shkin, K.K.Mihaylova, *Aktivny'e ugli. Spravochnik [Active coals. Handbook]*. Moskva: Himiya, 1969, 284 p. (in Russian).
9. Rukovodstvo po metodam issledovaniya, tehnologicheskomu kontrolyu i uchetu v maslojirovoy promy'shlennosti [Guidelines for research methods, technological control and accounting in the fat and oil industry], *VNIIG*, 1967, T2 (in Russian).

Савриева Дилафруз Даутовна – докторант лаб. «коллоидной химии» Института Общей и неорганической химии,
Тел.: (94) 638-25-33 (м), E-mail: salihanova79@mail.ru;

Салиханова Дилноза Саидакбаровна – доктор технических наук, главный научный сотрудник лаборатории
«Коллоидной химии» Института Общей и неорганической химии
Тел.: (99) 819-79-20 (м), E-mail: salihanova79@mail.ru;

Эшметов Иззат Дусимбатович – доктор технических наук, проф., зав. лаб.
«Коллоидной химии» института общей и неорганической химии,
Тел.: (97) 448-28-56 (м), E-mail: buntik81@mail.ru;

Абдурахимов Ахрор Анварович – стар. преподаватель ТаиХТИ,
Тел.: (90) 903-22-00 (м), E-mail: ahror_86_249@mail.ru;

Агзамова Феруза Набиевна – младший научный сотрудник лаборатории «Коллоидной химии»
института общей и неорганической химии,
Тел.: (97)447-97-62 (м.), E-mail: agzamova.feruza@mail.ru.