



Научная статья
4.3.3 – Пищевые системы (технические науки)
УДК665.35

doi: 10.25712/ASTU.2072-8921.2023.04.011

 EDN: FWHVTL

РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ДВУХСТУПЕНЧАТОЙ РАФИНАЦИОННОЙ ОЧИСТКИ РАСТИТЕЛЬНЫХ МАСЕЛ С ПОЭТАПНЫМ ВНЕСЕНИЕМ БЕНТОНИТОВОЙ ГЛИНЫ И АКТИВИРОВАННОГО УГЛЯ

Виталий Николаевич Василенко¹, Максим Васильевич Копылов²,
Александр Николаевич Остриков³, Анастасия Викторовна Терёхина⁴

^{1, 2, 3, 4} ФГБОУ ВО «Воронежский государственный университет инженерных технологий», Воронеж, Россия

¹ vvn_1977@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-1547-9814>

² ostrikov27@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0002-2335-0017>

³ kopylov-maks@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0003-2678-2613>

⁴ gorbatova.nastia@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0003-4433-9615>

Аннотация. Был изучен процесс комбинированной рафинационной очистки растительных масел, позволяющий удалять из растительных масел красящие и одоризирующие вещества, за счет двухступенчатой рециркуляционной очистки с поэтапным внесением адсорбентов: бентонитовой глины Майдан-Бентонитового месторождения, расположенного в Кантемировском районе Воронежской области, и активированного угля (кокс-орешка). Установлено, что активность бентонитов существенно выше, чем активность диатомита после сушки и измельчения в дезинтеграторе. Исследованы пористые структуры бентонита и угля с помощью растрового электронного микроскопа. Определено влияние гранулометрического состава адсорбентов, характеризующихся степенью дисперсности, на его маслосмолемкость и фильтрационные характеристики. Выявлено, что обработка растительного масла бентонитовой глиной и углем позволяет отбелить растительное масло со степенью очистки выше, чем у промышленного, при этом у масла полностью отсутствовал какой-либо запах. Инструментальная оценка запаха рафинированных образцов масел на анализаторе запахов «МАГ-8» с методологией «электронный нос» выявила максимальное удаление летучих соединений сорбентом, состоящим из 0,5 % бентонита и 0,5 % угля к общей массе масла.

Ключевые слова: рафинация, очистка, растительные масла, адсорбенты.

Для цитирования: Василенко В. Н., Копылов М. В., Остриков А. Н., Терёхина А. В. Разработка технологии двухступенчатой рафинационной очистки растительных масел с поэтапным внесением бентонитовой глины и активированного угля // Ползуновский вестник. 2023. № 4, С. 85–93. doi: 10.25712/ASTU.2072-8921.2023.04.011. EDN: <https://elibrary.ru/FWHVTL>.

Original article

DEVELOPMENT OF TECHNOLOGY FOR TWO-STAGE REFINING PURIFICATION OF VEGETABLE OILS WITH STEP-BY-STEP INTRODUCTION OF BENTONITE CLAY AND ACTIVATED CARBON

Vitaliy N. Vasilenko¹, Maxim V. Kopylov²,
Alexander N. Ostrikov³, Anastasiya V. Terekhina⁴

^{1, 2, 3, 4} Voronezh State University of Engineering Technologies, Voronezh, Russia

¹ vvn_1977@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-1547-9814>

© Василенко В. Н., Копылов М. В., Остриков А. Н., Терёхина А. В., 2023

² ostrikov27@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0002-2335-0017>

³ kopylov-maks@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0003-2678-2613>

⁴ gorbatova.nastia@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0003-4433-9615>

Abstract. *The process of vegetable oils combined refining, which makes it possible to remove coloring and odorizing substances from vegetable oils, due to a two-stage recirculation purification with the gradual introduction of adsorbents: bentonite clay from the Maidan-Bentonite deposit located in the Kantemirovskiy district of the Voronezh region, and activated carbon (coke nut), was studied. It has been established that the activity of bentonites is significantly higher than the activity of diatomite after drying and grinding in a disintegrator. The porous structures of bentonite and carbon were studied using a scanning electron microscope. The influence of the granulometric composition of adsorbents, characterized by the dispersion degree, on its oil absorption and filtration characteristics is determined. It was found that the treatment of vegetable oil with bentonite clay and carbon makes it possible to bleach vegetable oil to a clarity level higher than that of industrial oil, while the oil completely lacked any odor. An instrumental assessment of the smell of refined oil samples on the MAG-8 odor analyzer with the “electronic nose” methodology revealed the maximum removal of volatile compounds by a sorbent consisting of 0.5% bentonite and 0.5% carbon to the total oil mass.*

Keywords: *refining, purification, vegetable oils, adsorbents.*

For citation: Vasilenko, V. N., Kopylov, M. V., Ostrikov, A. N., Terekhina, A. V. (2023). Development of technology for two-stage refining purification of vegetable oils with step-by-step introduction of bentonite clay and activated carbon. *Polzunovskiy vestnik*, (4), 85-93. (In Russ.). doi: 10.25712/ASTU.2072-8921.2023.04.011. EDN: <https://elibrary.ru/FWHVTL>.

ВВЕДЕНИЕ

Авторским коллективом установлено [1], что рафинация подсолнечных масел по традиционным технологическим режимам не обеспечивает заданных потребительских свойств получаемых продуктов, а также определяет высокий уровень отходов и потерь. Переработка растительного масла, произведенного из семян различных климатических зон и по различным технологиям, создают проблемы, обусловленные повышенной устойчивостью липидов (фосфолипиды, гликолипиды, неомыляемые липиды, углеводороды, воски, пигменты, стеролы, стериды, спирты, токоферолы и т.д.). Неочищенные растительные масла содержат липиды сложного состава (в т. ч. фосфорсодержащие), воски, красящие вещества, свободные жирные кислоты, высокомолекулярные спирты и др., а также продукты окисления глицеридов: низкомолекулярные жирные кислоты, кетоны, альдегиды, оксикислоты и т. д. (изменяющиеся в процессе хранения и извлечения масла, а также образующиеся из различных веществ под воздействием внешних факторов). В процессе рафинационной очистки растительных масел происходит выделение из природных масел и жиров триацилглицеринов, свободных от других групп липидов и примесей [2, 3]. Эти вещества имеют различную полярность и растворимость, поэтому в триацилглицеринах они образуют истинные или коллоидные растворы различной стабильности [4, 5].

Выбор метода рафинации зависит от состава и количества примесей, их свойств и назначения масла.

Mounst [3] исследовал обработку растительных масел как химическими, так и физическими методами рафинирования.

Rich [6] и др. установили, что традиционные химические методы состоят из стадий кислотной дегуммации, щелочной очистки, отбеливания, дезодорации и утепления.

Исследования кинетики отбеливания растительных масел, проведенные Таксиарчу и Дуни [7], показали, что каталитический эффект отбеливающей земли вызывает длительное хемосорбирование β -каротина. Поскольку это разложение вызывает изменение цвета с белого на серо-голубой, отбеливающую способность удобнее измерять по адсорбции хлорофилла, а не β -каротина.

Котова Е. М. [4], рассматривая разработку эффективных приемов адсорбционной рафинации с использованием новых высокоэффективных адсорбентов, определила критерии выбора наиболее эффективных адсорбентов для процесса отбеливания масел и жиров. В частности, ею разработана научно-обоснованная методика для расчета необходимого количества адсорбента для достижения заданной степени отбеливания с позиции теории специфичности адсорбции и определена основополагающая характеристика процесса отбеливания – изотерма адсорбции, что позволило иллюстрировать правильность выбора адсорбента для данного масла и рассчитать необходимые технологические параметры процесса.

ПОЛЗУНОВСКИЙ ВЕСТНИК № 4 2023

РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ДВУХСТУПЕНЧАТОЙ РАФИНАЦИОННОЙ ОЧИСТКИ РАСТИТЕЛЬНЫХ МАСЕЛ С ПОЭТАПНЫМ ВНЕСЕНИЕМ БЕНТОНИТОВОЙ ГЛИНЫ И АКТИВИРОВАННОГО УГЛЯ

В работе [2] предложена технология адсорбентов на основе диатомита и бентонита месторождений Ростовской области для очистки подсолнечного масла. Впервые доказана возможность получения на основе диатомита Мальчевского и бентонита Тарасовского месторождений адсорбентов для очистки подсолнечного масла. Определены закономерности изменения состава, физико-химических и адсорбционных свойств диатомита и бентонита в зависимости от метода и условий модифицирования. Установлена эффективность кислотного модифицирования для получения адсорбентов на основе диатомита и бентонита. Получены данные о влиянии технологических параметров на процесс очистки подсолнечного масла контактным способом с использованием разработанных адсорбентов.

Алванян К. А. [8], изучая характер изменения физико-химических свойств бентонитовой глины, установила закономерность изменения гранулометрического состава бентонитовой глины под воздействием давления. Она дала оценку формирования дефектности структурных элементов бентонитовой глины, обработанной давлением, и исследовала формирование адсорбционной способности бентонитовой глины, обработанной давлением, в зависимости от состава и структуры.

Стрыженко А. А. [5] на основании изучения химического состава и структуры различных адсорбентов теоретически обосновала и экспериментально доказала, что диатомит Инзенского месторождения может быть использован в качестве сырья для производства отбельных земель, применяемых при адсорбционной рафинации растительных масел. Она установила, что обработка предварительно измельченного и высушенного диатомита серной кислотой при установленных режимах позволяет повысить его адсорбционную активность в 3 раза. Ею была выявлена зависимость скорости фильтрации и маслосъемности от гранулометрического состава диатомитовой отбельной земли.

МЕТОДЫ

Исследование процесса комбинированной рафинации растительных масел с поэтапным внесением адсорбентов проводили на экспериментальной установке, позволяющей удалять из растительных масел красящие и одорирующие вещества и достигать требуемой степени отбеливания растительных масел по цветному числу.

В качестве адсорбента использовались бентонитовые глины Майдан-Бентонитового

месторождения, расположенного в Кантемировском районе Воронежской области (п. Охрового завода). Также было установлено, что кроме бентонитовых глин, хорошим адсорбентом являются древесный активированный уголь. Анализируя структуру углей различного происхождения, было установлено, что кокс-орешек содержит поры с эффективным радиусом 7–200 нм. Были взяты образцы кокс-орешка с ОАО «Алтай-Кокс» (Камышенское месторождение) и ООО «Разрез Пермьяковский» (Караканское каменноугольное месторождение).

Большая часть подсолнечных масел подвергается переработке методом «физической» рафинации с дистилляционным удалением свободных жирных кислот. В связи с этим в качестве модельных образцов для проведения отбеливания использовали масла после стадии первичного прессования (форпрессования), выработанные из производственной смеси семян подсолнечника различных сортов на ГК «ЭФКО» («Слобода») и на ООО «ЮГ Руси» («Золотая семечка»). Физико-химические показатели масел приведены в таблице 1.

Добываемый в карьере открытым способом диатомит имеет влажность 25–30 % и представляет собой уплотненную комкообразную массу. Для получения сыпучего порошкообразного продукта диатомит подвергают сушке до влажности 5–15 % и последующему измельчению в дезинтеграторе.

Для оценки адсорбционной активности высушенного и измельченного диатомита проводили отбелку подсолнечного масла. Для сравнения проводили лабораторную отбелку с использованием бентонитовых глин при таких же условиях.

Активность адсорбента A определяли по уравнению:

$$A = [(C_{\text{нач}} - C_{\text{кон}}) / C_{\text{нач}}] \times 100, \%$$

где $C_{\text{нач}}$ – цветность масла до отбеливания, $C_{\text{кон}}$ – цветность масла после отбеливания.

Бентониты представляют собой глинистые минералы (рис. 1), а угли (ООО «Разрез Пермьяковский» – рис. 2) и (ОАО «Алтай-Кокс» – рис. 3) представляют собой органическое вещество, подвергшееся медленному разложению под действием биологических и геологических процессов.

Исследование структуры бентонита и угля проводили с помощью растрового электронного микроскопа JSM-6380LV JEOL с системой микроанализа INCA 250 (рис. 3) в ЦКП ФГБОУ ВО «ВГУ».

Инструментальная оценка запаха масла проведена на лабораторном анализаторе

запахов «МАГ-8» и его модификациях с методологией «электронный нос» (Россия) [9].

Пробы объемом 10,0 мл помещали на стеклянный носитель, выдерживали при комнатной температуре (20 ± 1 °С) не более 30 с и вносили в ячейку прибора. Фиксировали сигналы сенсоров в течение 200 с. Исследования повторяли в течение 4 дней в рандомной последовательности. Результаты усредняли. Применяли 3 варианта обработки сигналов сенсоров для того, чтобы максимально зафиксировать все летучие соединения в пробах. Оптимальный алгоритм представления откликов – по максимальным откликам отдельных сенсоров и с учетом кинетических особенностей сорбции (кинетические «визуальные отпечатки»). Погрешность измерения – 10 %. Отклики сенсоров зафиксированы, обработаны и сопоставлены в программном обеспечении анализатора «MAG Soft». Органолептические испытания запаха проведены дважды в разные дни тремя обученными сотрудниками лаборатории [10].

Первичный анализ масел проводили по стандартной методике путем отбора запаха (воздуха над маслом) и вкалывания в закрытую ячейку детектирования с 8-ью различными сенсорами. По такой методике различить пробы всех масел не удалось. Необходимо изменить и методику подачи летучих соединений к сенсорам и массив сенсоров.

На втором этапе заменены все сенсоры (массив 2) с высокочувствительными наноструктурированными фазами. Летучие соединения не отбирали, а непосредственно подносили пробы масел к открытой ячейке (имитация носа человека). Сигналы сенсоров низкие и малоинформативные.

РЕЗУЛЬТАТЫ

Результаты проведенных экспериментов показали, что активность бентонитов существенно выше, чем активность диатомита после сушки и измельчения в дезинтеграторе, которая составила 20 %, что недостаточно для эффективного проведения процесса отбелики.

Анализ структуры бентонита и угля по полученным фотографиям на микроскопе показал, что структура бентонита имеет пористую структуру, что отчетливо видно на рис. 1, а. Пористость структуры угля, полученного с ООО «Разрез Пермьяковский»), слабо выражена (рис. 2, в, е), что может говорить о произошедшем спекании угольной породы. На рис. 3, б, г отчетливо прослеживается сильно развитая пористая структура, что положительно сказывается на адсорбционных характеристиках данного вида угля.

Активность адсорбента определяется площадью поверхности адсорбции и количеством активных центров, находящихся на ней. Известно, что более 90 % поверхности адсорбции находится в порах, а, следовательно, гранулометрический состав, определяющий наружный размер частиц, не оказывает существенного влияния на активность адсорбента. В связи с этим, адсорбенты, используемые для отбелики растительных масел, должны иметь низкую маслосъемность (до 25 %), а осадок адсорбента должен иметь хорошие дренажные свойства для обеспечения высокой скорости фильтрации (не менее $0,4$ (мл·см²) / мин).

Известно [5], что маслосъемность и дренажные свойства осадка во многом определяются его гранулометрическим составом, характеристика которого обусловлена режимами измельчения природного бентонита. В связи с этим, изучали влияние гранулометрического состава адсорбента, характеризуемого степенью дисперсности, на его маслосъемность и фильтрационные характеристики. Разделение бентонитовых глин на фракции осуществлялся при помощи набора сит с размером ячеек 25 мкм, 50 мкм, 100 мкм, 200 мкм, 750 мкм.

Как показали исследования, обработка растительного масла бентонитовой глиной позволяет отбелить растительное масло со степенью очистки выше, чем у промышленного. При очистке бентонитовой глиной у масла появляется землянистый запах. Очистка масла углем с бентонитом показала степень очистки, равную промышленной очистке, при этом у масла полностью отсутствовал какой-либо запах [1].

Дренажные свойства осадка оценивали по объему масла, прошедшему при фильтровании через определенную поверхность слоя осадка высотой 1 мм за единицу времени. Маслосъемность адсорбента оценивали по методике, рекомендованной ВНИИЖ.

Степень дисперсности D рассчитывали по формуле:

$$D = 1/a,$$

где a – средний размер частиц, с определяемый по интегральной кривой распределения частиц по размерам.

Для оценки влияния гранулометрического состава адсорбентов проводили исследования степени дисперсности на маслосъемность и скорость фильтрации. Адсорбент измельчали с использованием молотковой мельницы (где получали фракции менее 2,5 мм), а затем производили дополнительное измельчение на лабораторной мельнице ВЬЮГА-3М.

РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ДВУХСТУПЕНЧАТОЙ РАФИНАЦИОННОЙ ОЧИСТКИ РАСТИТЕЛЬНЫХ МАСЕЛ С ПОЭТАПНЫМ ВНЕСЕНИЕМ БЕНТОНИТОВОЙ ГЛИНЫ И АКТИВИРОВАННОГО УГЛЯ

Степень дисперсности получаемых адсорбентов (угля и бентонитовой глины) при различной интенсивности помола представлена на рисунке 4.

Маслоемкость традиционно используемых бентонитовых отбелных земель составляет 20–24 %, при этом для лучших образцов отбелных земель этот показатель не превышает 22 %. Скорость фильтрации масла через слой осадка бентонитовых отбелных земель в лабораторных условиях составила 0,4 (мл·см²)/мин. В связи с этим были установлены следующие требования к характеристикам адсорбента: маслоемкость не более 22 % и

скорость фильтрации – не менее 0,4 (мл·см²)/мин. Для каждого из образцов измеряли скорость фильтрации и маслоемкость. Результаты исследований приведены на рисунке 5, из которого видно, что требуемая скорость фильтрации и требуемая маслоемкость обеспечивается при использовании адсорбента, характеризуемого степенью дисперсности 1000 см⁻¹.

Методом лазерной дифракции был исследован гранулометрический состав измельченного до требуемой степени дисперсности (1000 см⁻¹) образца бентонитовой глины и активированного угля [1].

Таблица 1 – Физико-химические показатели качества подсолнечного масла

Table 1 – Physico-chemical indicators of sunflower oil quality

Наименование показателя	Значение показателя
Цветность, ед. J ₂	10–15
Массовая доля хлорофиллов, ppm	0,15–0,18
Кислотное число, мг КОН/г	1,0–2,0
Перекисное число, ммоль активного кислорода/кг	3,0–3,7
Массовая доля мыла, %	Менее 0,001

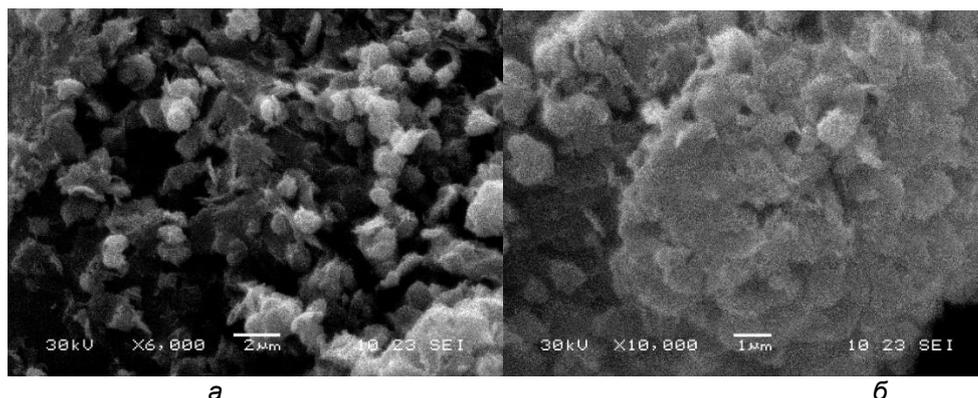


Рисунок 1 – Бентонит под микроскопом с различной степенью увеличения (АО «Журавский охровый завод»): а – ×6000; б – ×10000

Figure 1 – Bentonite under a microscope with varying degrees of magnification (JSC "Zhuravsky ochre Plant"): а – ×6000; б – ×10000

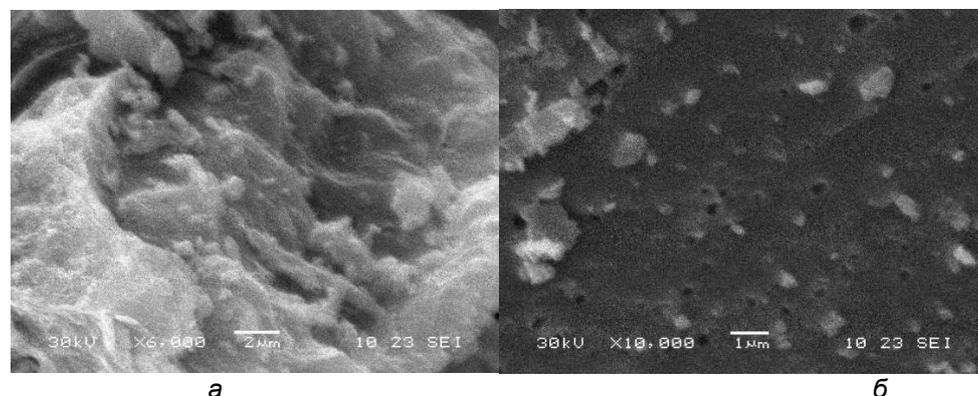
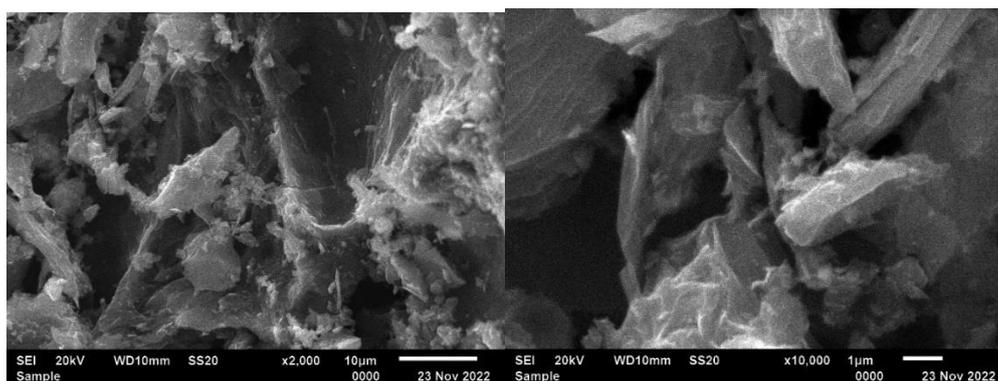


Рисунок 2 – Уголь под микроскопом с различной степенью увеличения (ООО «Разрез Пермьяковский»): а – ×6000; б – ×10000

Figure 2 – Coal under a microscope with varying degrees of magnification (LLC "Permyakovsky Section"): а – ×6000; б – ×10000



а

б

Рисунок 3 – Уголь под микроскопом с различной степенью увеличения (ОАО «Алтай-Кокс»): а – $\times 2000$; б – $\times 10000$

Figure 3 – Coal under a microscope with varying degrees of magnification (JSC "Altai-Coke"): a – $\times 2000$; b – $\times 10000$

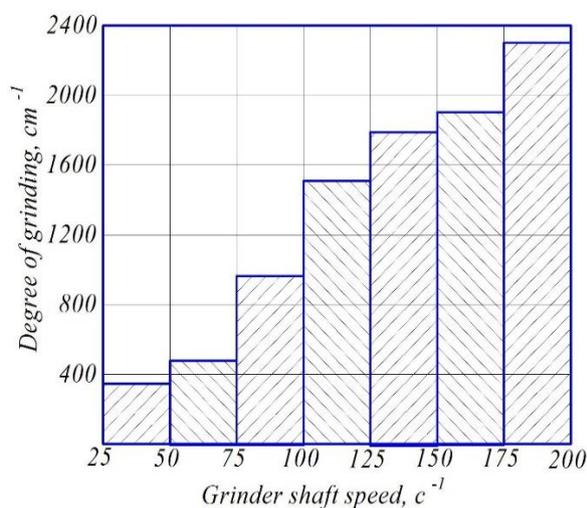


Рисунок 4 – Степень измельчения D при частоте вращения вала измельчителя (мельница «Вьюга-3М»)

Figure 4 – The degree of grinding D at the speed of rotation of the chopper shaft (shoal "Blizzard-3M")

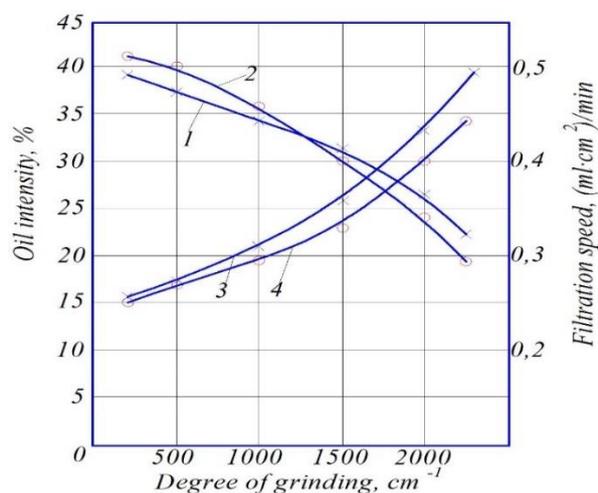


Рисунок 5 – Влияние степени измельчения адсорбента на маслосодержание (1 – глина, 2 – уголь) и скорость фильтрации (3 – глина, 4 – уголь)

Figure 5 – The effect of the degree of grinding of the adsorbent on the oil capacity (1 – clay, 2 – coal) and filtration rate (3 – clay, 4 – coal)

Таблица 2 – Значения суммарных сигналов электронного носа в разные дни по разным алгоритмам расчета и органолептическая оценка запаха проб (обоняние)

Table 2 – Values of the total signals of the electronic nose on different days according to different calculation algorithms and organoleptic evaluation of the smell of samples (olfaction)

Пробы	S_{max} , Гц ²			$S_{кин.}$ (без 3-х сенсоров), Гц.с			S_{Σ} (полная), Гц.с			Органолептика
	23.12	26.12	27.12	23.12	26.12	27.12	23.12	26.12	27.12	
Проба 1	21,2	34,3	33,6	1,8	9,5	36,8	42,0	116,0	220,7	3
Проба 2	17,7	17,0	11,3	3,1	14,2	2,42	56,3	25,8	40,4	1
Проба 3	28,3	33,6	27,6	24,9	23,9	30	59,8	93,6	20,6	3
Проба 4	38,9	43,1	19,5	14,6	32,8	12,1	101,7	127,4	240,3	5 иной
Проба 5	23,0	33,2	15,9	14,2	11,2	2,8	50,9	391,8	312,6	1
Проба 6	64,4	75,3	83,1	73,8	87,8	91,7	113,2	265	165	4
Проба 7	115,6	41,7	44,6	155,4	34,6	55,5	290,1	80,9	203,6	2
Проба 8	84,2	178,2	60,1	86,8	222,8	65,6	145,8	416	170,7	2
Проба 9	71,4	154,9	86,6	84,1	178,1	74,5	106,5	477,1	201,0	5

РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ДВУХСТУПЕНЧАТОЙ РАФИНАЦИОННОЙ ОЧИСТКИ
РАСТИТЕЛЬНЫХ МАСЕЛ С ПОЭТАПНЫМ ВНЕСЕНИЕМ БЕНТОНИТОВОЙ
ГЛИНЫ И АКТИВИРОВАННОГО УГЛЯ

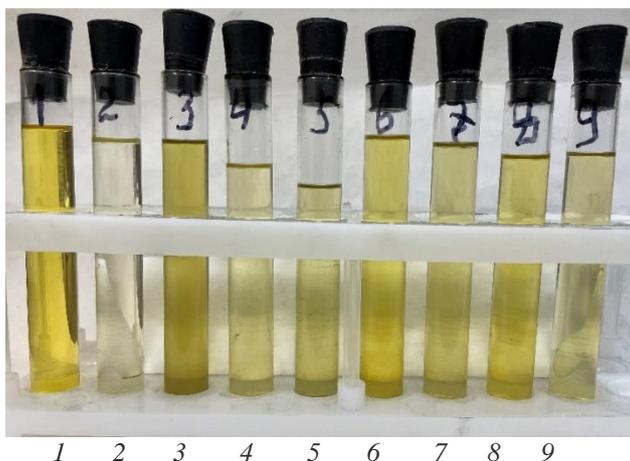


Рисунок 6 – Образцы подсолнечных масел: 1 – исходный нерафинированный (промышленный), 2 – исходный рафинированный (промышленный), 3 – очищенный с добавлением 1 % угля, 4 – очищенный с добавлением 1 % бентонит, 5 – очищенный с добавлением 0,5 % бентонита и 0,5 % угля, 6 – очищенный с добавлением 0,6 % бентонита и 0,4 % угля, 7 – очищенный с добавлением 0,7 % бентонита и 0,3 % угля, 8 – очищенный с добавлением 0,8 % бентонита и 0,2 % угля, 9 – очищенный с добавлением 0,9 % бентонита и 0,1 % угля

Figure 6 – Sunflower oil samples: 1 – raw unrefined (industrial), 2 – raw refined (industrial), 3 – purified with the addition of 1 % coal, 4 – purified with the addition of 1 % bentonite, 5 – purified with the addition of 0.5% bentonite and 0.5 % coal, 6 – purified with the addition of 0.6 % bentonite and 0.4 % coal, 7 – purified with the addition of 0.7 % bentonite and 0.3 % coal, 8 – purified with the addition of 0.8 % bentonite and 0.2 % coal, 9 – purified with the addition of 0.9 % bentonite and 0.1 % coal

В ходе экспериментальных исследований на установке для комбинированной очистки растительных масел были получены образцы растительных масел с различной степенью воздействия на них адсорбирующими материалами (рис. 6).

Пробы с минимальным содержанием летучих соединений из пяти изученных – 2 и 4. Далее – 5, 3. Наиболее интенсивно пахнущая – 1. Такое распределение соответствует первичному описанию, определенному органолептически. Но при повторении эксперимента получить надежные результаты не удастся. Сенсоры требуют длительного восстановления после каждого измерения. Из-за низкой воспроизводимости (повторяемости) сигналов сенсоры заменены полностью на полимерные (массив 3).

Установлено, что так же, как и в предыдущих экспериментах, минимальные сигналы сенсоров характерны для пробы 2, 5. При выдерживании на воздухе практически исчезает запах пробы 3. Наибольшие сигналы характерны для проб 8, 6 (близкий состав), максимальный – для пробы 9.

По результатам трех дней установлено, что пробы 6, 8, 9 имеют отличительный состав от проб 2, 5, 3. Этот результат воспроизводится на разных массивах и при разной методике измерений.

Закономерности распределения проб

относительно друг друга с минимальным и максимальным содержанием разных по природе веществ воспроизводится на всех массивах и при разных методиках измерений.

Для повышения надежности трактования результатов и сделанных выводов рассчитаем в программном обеспечении интегральные сигналы массива сенсоров по всем без исключения сигналам сенсоров в процессе измерения, а не только наибольших.

Для установления различий в составе и содержании летучих соединений в пробах сравним величины количественного интегрального аналитического сигнала «электронного носа» – площади «визуального отпечатка» откликов сенсоров по трем алгоритмам (табл. 2).

Проанализируем полученные данные для выбора наиболее устойчивого набора данных, учитывая, что результаты измерения для пробы 2 должны быть устойчивым стандартом (ориентир на промышленное масло) – таблица 2.

При первичной органолептической оценке для проб 2, 5 отмечена минимальная оценка неприятного и какого-либо запаха, что соответствует «Эталону», так и совпадает с первично полученными данными электронного носа, по которым проба 5 также имеет малое содержание летучих соединений. Пробы 7 и 8 оцениваются дегустаторами незначительно хуже, при

этом сенсоры электронного носа классифицируют и относят их в совершенно иную группу. Это может объясняться изменением химического состава запаха в результате очистки, при котором запах обогащается более легкими, но резко пахнущими соединениями. Максимально неприятный запах выделен дегустаторами для проб 6 и 9. Проба 4 оценивается дегустаторами как имеющая сильный, но другой, чем остальные пробы запах.

Установлено, что 3 и 4 пробы в равной степени часто встречаются в рядах относительно пробы 2. То есть оба сорбента эффективны, но удерживают летучие соединения по-разному (разные соединения). Из-за сложности образцов не представляется возможным идентифицировать микропримеси из-за низких сигналов сенсоров и нестабильности запаха этих проб. Наиболее эффективно приближает пробы к стандарту состав 5 (0,5 бентонитовой глины + 0,5 % угля).

Установлено, что масла – сложные образцы для органолептической оценки, данные плохо воспроизводятся дегустаторами. Однако пробы 4 и 6 устойчиво отмечены как максимально неприятно пахнущие. Пробы 7, 5, 3, 2 вызывают минимальное раздражение у дегустаторов. Пробы 9, 8 – неустойчивые для оценки. Установлена корреляция распределения проб по запаху человеческим и электронным обонянием для проб с минимальным содержанием веществ 2, 5 и максимальным – 6, 9. Так же, как и у дегустаторов, состав летучих соединений масел сильно меняется при выдержке на воздухе в открытом состоянии. Значит, пробы 4, 6, 9 содержат легко летучие примеси, которые попадают в пробы масла в процессе обработки.

По этой методике также можно выделить пробы с максимально большим и близким составом запаха 6, 8 и 9. Пробы 7 и 1 также объединяются повторно в одну группу. Минимальное содержание веществ в группах 2, 3, 4, 5.

По совокупности всех экспериментов из всех сорбентов максимально удаляет летучие соединения сорбент 5.

ОБСУЖДЕНИЕ

Сравнительный анализ представленных данных позволяет сделать вывод о том, что образец отбеленной глины отличается большим содержанием мелкодисперсной фракции. Процесс отделения отбеленной земли от масла осуществляется фильтрованием при постоянном увеличении высоты слоя осадка. При этом наличие мелкодисперсной фракции адсорбента может существенно ухудшить дренажные свойства осадка и скорость фильтро-

вания. Поскольку процесс фильтрования осуществляется циклически, это может привести к уменьшению времени одного цикла и уменьшенного объема фильтрата за один цикл.

Количественные оценки электронным носом рассчитаны в программе прибора и по смыслу пропорциональны количеству соединений, которые выделяются из проб и фиксируются сенсорами. При этом возможно выделить разные участки на выходных кривых и соответственно некоторые группы соединений – быстро летящих и быстро салящихся на сенсоры, и напротив – тяжелые вещества, которые долго держатся на сорбентах сенсора. Эти группы выделяются отдельными расчетными алгоритмами, которые выражаются числом. Как бы ни проводился расчет, пробы с большим содержанием веществ будут иметь большие числа для суммарных сигналов электронного носа (идентично дегустационной оценке).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Проведенные исследования структуры отбеленной глины (ООО «Рамонь-Кварц») и угля (ОАО «Алтай-Кокс») показали, что они имеют сильно развитую пористую структуру, что положительно сказывается на их адсорбционных характеристиках. Определено влияние гранулометрического состава адсорбентов, характеризуемых степенью дисперсности, на его маслосъемность и фильтрационные характеристики.

Выявлено, что двухступенчатая рафинированная очистка растительных масел с поэтапным внесением адсорбентов: бентонитовой глины Майдан-Бентонитового месторождения (Воронежская область) и активированным углем (кокс-орешком) позволяет практически полностью удалять из масел красящие и одорирующие вещества.

Инструментальная оценка запаха рафинированных образцов масел на анализаторе запахов «МАГ-8» с методологией «электронный нос» выявила максимальное удаление летучих соединений сорбентом, состоящим из 0,5 % бентонита и 0,5 % угля к общей массе масла.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Kleymenova N.L., Bolgova I.N., Kopylov M.V., Nazina L.I. Clarification of sunflower oil with nanocarbon sorbent and analysis of product quality indicators. IOP Conference Series : Earth and Environmental Science, 2021, 659(1), № 012–124. doi: 10.1088/1755-1315/659/1/012124.
2. Пономарев В.В. Технология адсорбентов для очистки растительных масел на основе диатомита и бентонита Ростовской области : автореф. дис. ... канд. техн. наук : 05.17.01 / Пономарев Владимир Владимирович. Новочеркасск, 2011. 16 с.
3. Mounts T.L. Chemical and physical effects of processing fats and oils. Journal of the American Oil Chemists' Society, 1981, 58, 51A–54A.

РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ДВУХСТУПЕНЧАТОЙ РАФИНАЦИОННОЙ ОЧИСТКИ РАСТИТЕЛЬНЫХ МАСЕЛ С ПОЭТАПНЫМ ВНЕСЕНИЕМ БЕНТОНИТОВОЙ ГЛИНЫ И АКТИВИРОВАННОГО УГЛЯ

4. Котова Е.М. Разработка эффективных приемов адсорбционной рафинации растительных масел : автореф. дис. ... канд. техн. наук : 05.18.06. Москва, 2008. 25 с.

5. Сtryженко А.А. Совершенствование технологии адсорбционной рафинации растительных масел : автореф. дис. ... канд. техн. наук : 05.18.06 / Сtryженко Альбина Анатольевна. Краснодар, 2015. 24 с.

6. Rich A.D. Some basic factors in the bleaching of fatty oils. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 1964, 41, 315–321.

7. Taxiarchou M. & Douni I. The effect of oxalic acid activation on the bleaching properties of a bentonite from Milos Island, Greece. *Clay Minerals*, 2014, 49, 541–549. doi: 10.1180/claymin. 2014.049.4.04.

8. Алванян К.А. Закономерности изменения физико-химических свойств бентонитовой глины, обработанной высоким давлением : автореф. дис. ... канд. геолого-минералогических наук : 25.00.08, Алванян Карине Антоновна. Пермь, 2021. 25 с.

9. Kuchmenko T.A. Electronic nose based on nanowires, expectation and reality // *Pure and Applied Chemistry*, 2016, Volume 89, Issue 10, Pages 1587–1601.

10. Kuchmenko T.A., Lvova L.B. A Perspective on Recent Advances in Piezoelectric Chemical Sensors for Environmental Monitoring and Foodstuffs Analysis // *Chemosensors*, 2019, Volume 7, Issue 3, p. 39–45. doi: 10.3390/chemosensors7030039.

Информация об авторах

В. Н. Василенко – доктор технических наук, заведующий кафедрой «Машины и аппараты пищевых производств» ФГБОУ ВО «Воронежский государственный университет инженерных технологий».

М. В. Копылов – кандидат технических наук, доцент кафедры «Технологии жиров процессов и аппаратов химических и пищевых производств» ФГБОУ ВО «Воронежский государственный университет инженерных технологий».

А. Н. Остриков – доктор технических наук, заведующий кафедрой «Технологии жиров процессов и аппаратов химических и пищевых производств» ФГБОУ ВО «Воронежский государственный университет инженерных технологий».

А. В. Терёхина – кандидат технических наук, доцент кафедры «Технологии жиров процессов и аппаратов химических и пищевых производств» ФГБОУ ВО «Воронежский государственный университет инженерных технологий».

REFERENCES

1. Kleimenova, N.L., Bolgova, I.N., Kopylov, M.V., Nazina, L.I. (2021). Clarification of sunflower oil with a nanocarbon sorbent and analysis of product quality indicators. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 659(1), № 012-124. (In Russ.) doi: 10.1088/1755-1315/659/1/012124.

*Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.
The authors declare that there is no conflict of interest.*

Статья поступила в редакцию 17 мая 2023; одобрена после рецензирования 18 сентября 2023; принята к публикации 20 ноября 2023.

The article was received by the editorial board on 17 May 2023; approved after editing on 18 Sep 2023; accepted for publication on 20 Nov 2023.

2. Ponomarev, V.V. (2011). Technology of adsorbents for purification of vegetable oils based on diatomite and bentonite of the Rostov region: *abstract of the dissertation of the Candidate of Technical Sciences* : 05.17.01 / Ponomarev Vladimir Vladimirovich. Novochoerkassk. 16 p. (In Russ.).

3. Mounts, T.L. (1981). Chemical and physical effects of processing fats and oils. *Journal of the American Society of Petrochemicals*, 58, 51A-54A. (In USA.).

4. Kotova, E.M. (2008). Development of effective methods of adsorption refining of vegetable oils: *abstract of the dissertation of the Candidate of Technical Sciences*: 05.18.06. Moscow. 25 p. (In Russ.).

5. Stryzhenok, A.A. (2015). Improving the technology of adsorption refining of vegetable oils: *abstract of the dissertation of Candidate of Technical Sciences*: 05.18.06 / Stryzhenok Albina Anatolyevna. Krasnodar. 24 p. (In Russ.).

6. Rich, A.D. (1964). Some of the main factors of bleaching fatty oils. *Journal of the American Society of Petrochemicals*, 41, 315-321. (In Russ.).

7. Taxiarchou, M. and Douni, I. (2014). The effect of oxalic acid activation on the bleaching properties of bentonite from the island of Milos. *Clay Minerals*, 49, 541-549. (In Greece.) doi: 10.1180/claymin. 2014.049.4.04.

8. Alvanyan, K.A. (2021). Regularities of changes in the physico-chemical properties of bentonite clay treated with high pressure: *abstract of the dissertation of the Candidate of Geological and mineralogical sciences*: 25.00.08, Alvanyan Karine Antonovna. Perm. 25 p. (In Russ.).

9. Kuchmenko, T.A. (2016). Electronic nose based on nanowires: expectations and reality // *Pure and Applied Chemistry*. Vol. 89, Issue 10, pages 1587-1601. (In Russ.).

10. Kuchmenko, T.A., Lvova, L.B. (2019). A look at the latest achievements in the field of piezoelectric chemical sensors for environmental monitoring and food analysis // *Chemosensors*, Vol. 7, issue 3, pp. 39-45. (In Russ.) doi: 10.3390/chemosensors7030039.

Information about the authors

V. N. Vasilenko - Doctor of Technical Sciences, Head of the Department "Machines and apparatuses of food production", Voronezh State University of Engineering technologies.

M. V. Kopylov - Candidate of Technical Sciences, Associate Professor of the Department of Technology of Fats Processes and Devices of Chemical and Food Production, Voronezh State University of Engineering technologies.

A. N. Ostrikov - Doctor of Technical Sciences, Head of the Department "Technologies of fat processes and devices of chemical and food production", Voronezh State University of Engineering technologies.

A. V. Terekhina - Candidate of Technical Sciences, Associate Professor of the Department of Technology of Fats Processes and Devices of Chemical and Food Production, Voronezh State University of Engineering Technologies.