

UNIwersYTET GDAŃSKI

WYDZIAŁ CHEMII



TECHNOLOGIE PRZETWARZANIA ODPADÓW

Oznaczenie tłuszczu surowego w produktach spożywczych metodą ekstrakcji w aparacie Soxhleta. Zagospodarowanie popiołów lotnych.

Opracowali: dr inż. Anna Gołąbiewska, mgr inż. Marek Kobylański

1. WSTĘP

Wśród wyselekcjonowanych odpadów można wyróżnić frakcję pochodzenia nieorganicznego np. popioły, oraz frakcję odpadów spożywczych zawierającą względnie dużą ilość tłuszczu np. chipsy, prażynki, nasiona słonecznika i dyni. Tłuszcze pozyskane z odpadów spożywczych mogą być wykorzystywane jako surowiec do produkcji biodiesla. W chwili obecnej nie istnieje skuteczna technologia pozwalająca wykorzystać olej odzyskany z odpadów ze względu na jego różnice jakościowe i trudności podczas przetwarzania. W chwili obecnej wiele grup badawczych stara się znaleźć sposób na wykorzystanie olejów odpadowych z produktów spożywczych.

Wyodrębnienie frakcji olejowych odbywa się na drodze ekstrakcji. Ekstrakcja jest to proces polegający na przeniesieniu składnika jednej fazy (ciekłej, stałej) do drugiej fazy (ciekłej). Ekstrakcja typu ciecz-ciało stałe zwana także ługowaniem służy do wydzielenia z próbki w stanie stałym składnika, który jest rozpuszczalny w danym rozpuszczalniku. Proces ten przeprowadza się w ekstraktorze Soxhleta rys. 1., który zapewnia warunki do przeprowadzania ekstrakcji ciągłej. Aby przeprowadzić ten proces, próbkę należy umieścić w celulozowej gilzie, którą umieszcza się w środkowym zbiorniku aparatu. Rozpuszczalnik z kolby doprowadza się do wrzenia, a jego pary przemieszczają się w górę aparatu. Następnie zostają one skroplone za pomocą wody przepływającej przez chłodnicę. Rozpuszczalnik w formie ciekłej gromadzi się w zbiorniku, w którym znajduje się gilza. Gdy poziom cieczy przekroczy górne kolanko rury przelewowej, rozpuszczalnik zawracany jest do kolby i zachodzi kolejny cykl procesu ekstrakcji [1].

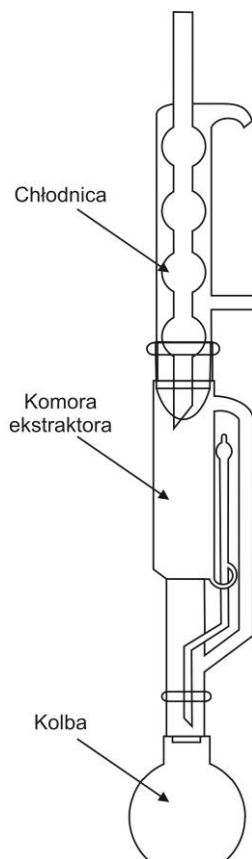
Ekstrakcja za pomocą aparatu Soxhleta ma liczne zalety. Wśród nich wyróżnia się:

- próbka jest wielokrotnie ekstrahowana przez świeżą porcję rozpuszczalnika,
- wykonanie procesu jest proste i nie wymaga specjalistycznego przeszkolenia,
- możliwe jest wyodrębnienie większej ilości próbki niż w przypadku innych technik (np. ekstrakcji w stanie nadkrytycznym, ekstrakcji mikrofalowej).

Wśród wad tej metody wyróżnia się:

- użycie dużej ilości rozpuszczalnika, który nie jest przyjazny środowisku oraz długi czas ekstrakcji,
- możliwość rozkładu próbki poprzez ogrzewanie jej w temperaturze wrzenia rozpuszczalnika [2].

- Nowe rozwiązania, które rozwinęły ten typ ekstrakcji minimalizują wady procesu. Wśród najnowszych udoskonaleń tej techniki wyróżnia się ekstrakcję Soxhleta wspomaganą ultradźwiękami i mikrofalami. Metody te skracają czas prowadzenia ekstrakcji oraz potrzebę użycia dużej ilości rozpuszczalnika, ponieważ zwiększają szybkość przenoszenia masy z próbki do ekstrahenta [2].



Rys. 1. Schemat przedstawiający aparat Soxhleta

Popioły lotne stałych otrzymywane są w wyniku spalania węgla w zakładach energetycznych (elektrownie i elektrociepłownie), a także w dużych kotłowniach przemysłowych. Odpady powstające w wyniku spalania węgla składają się głównie z odpadów mineralnych tj. popioły i żużle, ale również mieszaniny popiołowo-żużłowe, mikrosfery i inne. Są one zawarte w powstałej po spaleniu węgla mieszaninie pyłowo-gazowej, z której frakcja pyłowa (a więc właśnie popiół lotny lub popiół dymnicowy) jest wytrącana głównie elektrostatycznie (w elektrofiltrach), niekiedy mechanicznie. Odbywa się to na drodze ich przepływu od paleniska kotłów energetycznych do komina. Niestety, w warunkach polskich popioły lotne w dużej części są odprowadzane hydraulicznie wraz z powstającymi także w trakcie spalania żużłami spod kotłów energetycznych, tworząc mieszaniny popiołowo-żużłowe. [3]

Popioły lotne w stanie suchym stanowią bardzo drobny materiał, lekki i łatwo ulegający rozwiewaniu przez wiatr.

Wybrane właściwości popiołów lotnych:

- **Porowatość** - Popiół lotny wykazuje dużą porowatość, która w zależności od jego uziarnienia i sposobu składowania waha się w granicach 45-65%.
- **Wilgotność** - popiołów uzależniona jest przede wszystkim od porowatości i osiąga wartość 1-5% dla suchych odpadów, a ok. 50-80% w przypadku całkowitego wypełnienia porów wodą. Popioły o wilgotności powyżej 18-25% nie wykazują właściwości pylących.
- **Gęstość** - popiołów zależy od gatunku spalanego węgla i wynosi 1,9-2,4 g/cm³. Jest ona mniejsza niż gęstość gruntów piaszczystych i pylastych (2,60-2,75 g/cm³). Gęstość objętościowa zależy od: gęstości, porowatości, wilgotności odpadów i zmienia się w bardzo szerokim zakresie np. dla popiołów usypanych w stanie suchym wynosi 0,8-1,0 g/cm³, a przy pełnym nasyceniu wodą 1,5-1,7 g/cm³.

Popioły lotne ze względu na swoje właściwości znalazły zastosowanie w budownictwie w następujących obszarach:

- Produkcji betonów - konstrukcyjnych, prefabrykowanych elementów betonowych, spoiwo wiążące w betonach komórkowych.
- Produkcji wyrobów ceramiki budowlanej - klinkieru z cementu portlandzkiego.
- Produkcji kruszyw lekkich.
- Dodatek do cementu portlandzkiego [4].

LITERATURA

- [1] Z. M. J. Minczewski, Chemia analityczna. Chemiczne metody analizy ilościowej, Warszawa: Wydawnictwo naukowe PWN, 2008.
- [2] F. P.-C. M.D. Luque de Castro, „Soxhlet extraction: Past and present panacea,” *Journal of Chromatography A*, p. 2383–2389, (2010) .
- [3] C. Rosik-Dulewska, „ Mineralne surowce odpadowe przemysłu energetycznego,cz. I – Metody zagospodarowania,” *Materiały konferencyjne - inicjatywy gospodarcze i legislacyjne w zakresie zarządzania środowiskiem w aspekcie jego ochrony*, Kraków, 1996.
- [4] H. J. Chudek M., „Węgiel brunatny – utylizacja surowców towarzyszących i odpadów elektrownianych,” *Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice 1999.*, Gliwice, 1999.

2.1.Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia 1. jest ekstrakcja tłuszczu wchodzących w skład odpadów spożywczych stosując ekstrakcję w aparacie Soxhleta oraz wyznaczenie zawartości procentowej tłuszczu w próbce spożywczej.

Celem ćwiczenia 2. jest oznaczenie aktywności popiołów lotnych i oszacowanie wartości wolnego CaO oraz wykonanie próbki betonu domieszkowanego popiołem lotnym.

2.2. Procedura eksperymentu

2.2.1. Ćwiczenie 1. Ekstrakcja tłuszczu w aparacie Soxhleta

Próbkę odpadów spożywczych (słonecznika i prażynek) o masie 20 g zmielić za pomocą młynka lub moździerza. Zważyć pustą gilzę ekstrakcyjną, następnie do gilzy przenieść zmielone odpady i całość zważyć. Wylot gilzy zatkać watą, a następnie włożyć ją do komory ekstraktora. Suchą kolbę kulistą należy zważyć, zanotować jej masę i umieścić w płaszczy grzejnym. Następnie do ekstraktora należy wlać około 250 ml cykloheksanu (do momentu aż rozpuszczalnik przeleje się do kolby kulistej). Nałożyć chłodnicę na komorę ekstraktora, włączyć przepływ wody i ogrzewanie. Proces prowadzić przynajmniej przez 5 cykli przemywania (około 1,5 godziny). Po tym czasie należy wyłączyć ogrzewanie i poczekać, aż zawartość kolby ostygnie. W tym czasie gilzę wstawić do suszarki i suszyć w 80 °C. Następnie oddestylować rozpuszczalnik z kolby. W tym celu należy zmontować aparaturę do destylacji i prowadzić proces do momentu całkowitego odparowania rozpuszczalnika – w kolbie powinien pozostać jedynie olej. Następnie kolbę należy wysuszyć w suszarce w 80 °C. Wysuszoną gilzę i kolbę należy zważyć, a masy zanotować w protokole laboratoryjnym.

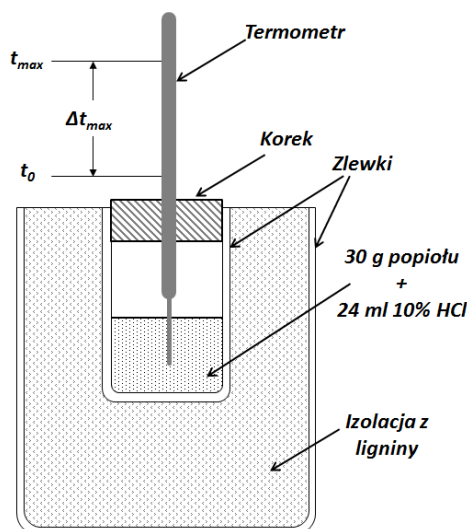
2.2.2. Ćwiczenie 2.

2.2.2.1. Oznaczenie aktywności popiołów lotnych.

1. Oznaczanie aktywności popiołów lotnych i przybliżonej zawartości wolnego CaO

Oznaczanie polega na określeniu ciepła rozpuszczania próbki popiołów lotnych w 10% kwasie solnym.

Oznaczanie ciepła rozpuszczania metodą przybliżoną wykonywane jest w naczyniu termostatowanym (Rys. 2).



Rys. 2. Naczynie termosowe do pomiaru ciepła rozpuszczania popiołów

Wykonanie ćwiczenia:

1. Umieścić w termosie 30g próbki popiołów lotnych i dodać 24 ml 10% kwasu solnego
2. Natychmiast zamknąć termos i mierzyć przyrost temperatury

Początkowy pomiar temperatury należy po wyrównaniu się temperatury próbki popiołów lotnych w termosie, a następnie pomiary – co 5 s- począwszy od momentu dodania HCl i narastania temperatury, aż do wyraźnego zmniejszenia się temperatury. Maksymalny przyrost temperatury następuje zwykle po 40÷80 s, a czas pomiarów trwa 2÷5 minut.

Oznaczenie maksymalnego przyrostu temperatur Δt_{max} (°C):

$$\Delta t_{max} = t_{max} - t_0$$

w którym:

t_{max} – maksymalna temperatura stwierdzona w czasie rozpuszczania próbki popiołu lotnego w 10% kwasie solnym;

t_0 - początkowa temperatura próbki popiołu lotnego w termosie przed dodaniem 10% kwasu solnego;

Aktywność popiołów lotnych:

$t_{max} < 30^{\circ}\text{C}$ – Nieaktywne lub bardzo mało aktywne (wolnego CaO mniej niż 3,5%)

- $30 \leq t_{max} < 40^{\circ}\text{C}$ – Mało aktywne (wolnego CaO co najmniej 3,5%, lecz mniej niż 7%)
 $40 \leq t_{max} < 50^{\circ}\text{C}$ – Bardzo aktywne (wolnego CaO co najmniej 7%, lecz mniej niż 14%)
 $t_{max} \geq 50^{\circ}\text{C}$ – Bardzo aktywne (wolnego CaO co najmniej 14%)

2.2.2.2. Wykonanie próbki betonu domieszkowanych popiołem lotnym

- a) Wykonać masę betonową o stosunku wagowym: 1: 3: 0,5 (cement, żwir, woda) – próbka odniesienia
- b) Wykonać mieszankę zastępując kolejno 25 % i 50 % cementu popiołem z elektrociepłowni
- c) Wykonać mieszankę zastępując kolejno 25 % i 50 % cementu popiołem z pieca „domowego”
- d) wlać mieszanki do przygotowanych form
- e) pozostawić do zastygnięcia

3. Sprawozdanie

Sprawozdanie powinno zawierać:

- 1. Opis i schemat ideowy przeprowadzonego ćwiczenia.
- 2. Obserwacje.
 - a) porównanie betonu otrzymanego z popiołu z elektrociepłowni i popiołu „domowego”
- 3. Obliczenia:
 - a) zawartość procentowa tłuszczu w próbce produktów spożywczych
 - b) oszacowanie aktywności popiołów
- 4. Krytyczną analizę wyników i wnioski.
- 5. Protokół laboratoryjny podpisany przez prowadzącego ćwiczenia.

Protokół laboratoryjny z ćwiczenia

Oznaczenie tłuszczu surowego w produktach spożywczych metodą ekstrakcji w aparacie Soxhleta. Zagospodarowanie popiołów lotnych.

Data wykonania ćwiczenia:

Grupa:

.....

.....

.....

.....

(Imię i Nazwisko)

Masa suchej kolby kulistej

Masa pustej gilzy ekstrakcyjnej

Masa odpadów w gilzie ekstrakcyjnej.....

Masa wysuszonych odpadów po ekstrakcji.....

Masa kolby z tłuszczem po destylacji i suszeniu.....

Tab. 1. Surowce odważone do wykonania próbki betonu

	próbka 1	próbka 2	próbka 3	próbka 4	próbka 5
Cement					
Żwir					
Woda					
Popiół z elektrowni					
Popiół „domowy”					

Maksymalna temperatura stwierdzona podczas wyznaczania aktywności popiołów:.....

Podpis prowadzącego

.....

- WZÓR sprawozdania –

Grupa

.....

.....

.....

.....

Data wykonania ćwiczenia:

Data oddania sprawozdania:

Technologie przetwarzania odpadów – Sprawozdanie z ćwiczenia 5

„ Oznaczenie tłuszczu surowego w produktach spożywczych metodą ekstrakcji w aparacie Soxhleta. Zagospodarowanie popiołów lotnych ”

Cel ćwiczenia:

Krótki opis przebiegu doświadczenia:

Obliczenia:

Wnioski:

Uwaga – podczas wykonywania każdego z ćwiczeń należy uzupełniać dane w protokole laboratoryjnym, który musi zostać podpisany przez prowadzącego zajęcia i dołączony do sprawozdania.