



УКРАЇНА

(19) UA (11) 44024 (13) A

(51) B C 12H1/04

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА ВИНАХІДВИДАЄТЬСЯ ПІД
ВІДПОВІДАЛЬНІСТЬ
ВЛАСНИКА
ПАТЕНТУ

(54) СПОСІБ ОЧИЩЕННЯ ВИСОКОКОНЦЕНТРОВАНОГО ВОДНО-СПИРТОВОГО РОЗЧИНУ

1

2

(21) 2001020798

(22) 05 02 2001

(24) 15 01 2002

(46) 15 01 2002, Бюл. № 1, 2002 р.

(72) Ковальчук Володимир Петрович, Олійник Світлана Іванівна, Резвіна Лариса Миколаївна, Опанасюк Тетяна Іванівна

(73) УКРАЇНСЬКИЙ НАУКОВО-ДОСЛІДНИЙ ІНСТИТУТ СПИРТУ І БІОТЕХНОЛОГІЇ ПРОДОВОЛЬЧИХ ПРОДУКТІВ

(57) Спосіб очищення висококонцентрованого водно-спиртового розчину, що передбачає попере-

дне механічне фільтрування, оброблення сорбентом - активним вугіллям та кінцеве механічне фільтрування, який відрізняється тим, що як сорбент використовують активне вугілля марки NS-35 з загальним питомим об'ємом пор $1,0-2,8\text{см}^3/\text{г}$, з кількістю поверхневих основних оксидів $0,30 - 1,7\text{мг} \times \text{екв}/\text{дм}^3$, з кількістю поверхневих кислотних оксидів $0,20 - 1,0\text{мг} \times \text{екв}/\text{дм}^3$, адсорбційною активністю за йодом не менше 30%, адсорбційною активністю за оцтовою кислотою не менше 25см^3 і дисперсністю робочої фракції $0,25-1,0\text{мм}^1$

Винахід відноситься до харчової промисловості, зокрема до спиртової та лікєро-горілкової галузей і може бути використаний для очищення висококонцентрованого водно-спиртового розчину при виробництві спирту етилового ректифікованого і горілок

Відомі способи очищення висококонцентрованого водно-спиртового розчину деревним активним вугіллям марки БАУ-А (Патент 2074242 Спосіб виробництва водки, 7С12G3/06, опубл. 27 02 97, Патент 2093559 Спосіб виробництва водки особою "Сичеславская", 6С12G3/08, опубл. 20 10 97, Патент 2095405 Спосіб виробництва водки "Онежская хмельная", 6С12G3/08, опубл. 10 11 97) Використання сорбенту активного вугілля марки БАУ-А за ГОСТ 6217-74, не забезпечує належного очищення висококонцентрованого водно-спиртового розчину, особливо, з об'ємною часткою етилового спирту більше 80%

Найбільш близьким до заявленого технічного рішення є спосіб очищення висококонцентрованого водно-спиртового розчину, який передбачає механічне фільтрування до та після оброблення сорбентом - активним вугіллям марки КАУ-1 (Патент 23530 А Спосіб очищення водно-спиртової рідини, 6С12Н1/04, опубл. 02 06 98) (Прототип)

Причиною, що перешкоджає досягненню технічного результату, є дуже високі каталітичні властивості активного вугілля марки КАУ-1. При очищенні даним сорбентом відбуваються каталітичні процеси окислення вищих спиртів до альдегідів з

наступним окисненням їх до кислот і ненасичених сполук, що негативно впливає на органолептичну оцінку горілок і спирту етилового ректифікованого. Активне вугілля вищевказаної марки має низьку механічну тривкість, високу зольність, дисперсність робочої фракції менше $0,1\text{мм}^1$. Це призводить до зростання пдродинамічного опору і негативно впливає на процес фільтрування водно-спиртової рідини у вугільній колонці. Низькі сорбційні властивості активного вугілля марки КАУ-1 не забезпечують сорбції домішок сивушного масла, метанолу, альдегідів, які погіршують смакові якості горілок та спирту етилового ректифікованого.

В основу винаходу поставлено задачу вдосконалення способу очищення висококонцентрованого водно-спиртового розчину шляхом використання більш ефективного сорбенту та запропонованих характеристик його

Технічний результат від реалізації винаходу полягає в суттєвому зниженні вмісту шкідливих домішок в готовому продукті за рахунок підсилення сорбційних процесів та зниженої каталітичної активності сорбенту

Споживчими властивостями, пов'язаними з технічним результатом, є підвищення якості цільового продукту - висококонцентрованого водно-спиртового розчину та, як наслідок, спирту етилового ректифікованого і горілок

Досягається технічний результат тим, що у відомому способі очищення висококонцентрованого водно-спиртового розчину, що передбачає попе-

(13) A
44024
(11) UA (19)

редне механічне фільтрування, оброблення сорбентом - активним вугіллям та кінцеве механічне фільтрування, як сорбент використовують активне вугілля марки NS-35 з загальним питомим об'ємом пор $1,0 - 2,8 \text{ см}^3/\text{г}$, з кількістю поверхневих основних оксидів $0,30 - 1,7 \text{ мг екв}/\text{дм}^3$, з кількістю поверхневих кислотних оксидів $0,20 - 1,0 \text{ мг екв}/\text{дм}^3$, адсорбційною активністю за йодом не менше 30%, адсорбційною активністю за оцтовою кислотою не менше 25 см^3 і дисперсністю робочої фракції $0,25 - 1,0 \text{ мм}^1$

Заявлені параметри процесу є оптимальними і встановлені шляхом експериментальних досліджень, які показали таке

Активне вугілля з загальним об'ємом пор менше $1,0 \text{ см}^3/\text{г}$ не містить достатньої кількості сорбційних пор, необхідних для сорбції домішок, тому воно не ефективне. Вугілля з загальним об'ємом пор більше $2,8 \text{ см}^3/\text{г}$ вилучає з розчину сивушне масло та метанол, але призводить до накопичення альдегідів, складних ефірів та до сильного окислення спирту. При дисперсності робочої фракції активного вугілля менше $0,25 \text{ мм}^1$ воно ущільнюється, зростає гідродинамічний опір шару вугілля та знижується продуктивність процесу. При дисперсності більше $1,0 \text{ мм}^1$ погіршується ступінь очищення висококонцентрованого водно-спиртового розчину. Активне вугілля з кількістю поверхневих основних оксидів менше $0,30 \text{ мг екв}/\text{дм}^3$, кількістю кислотних оксидів менше $0,20 \text{ мг екв}/\text{дм}^3$, з адсорбційною активністю за йодом менше 30% та адсорбційною активністю за оцтовою кислотою менше 25 см^3 не сорбує з висококонцентрованого водно-спиртового розчину домішки сивушного масла, метанолу, не підвищується окислюваність та дегустаційна оцінка обробленої горілки. Активне вугілля з кількістю основних оксидів більше $1,7 \text{ мг екв}/\text{дм}^3$, кількістю кислотних оксидів більше $1,0 \text{ мг екв}/\text{дм}^3$ сорбує з водно-спиртового розчину домішки сивушного масла, метанолу, але при цьому збільшується масова концентрація альдегідів та складних ефірів, не підвищується окислюваність та дегустаційна оцінка обробленої горілки.

Активне вугілля марки NS-35 - сорбент з широкою мікро-, мезо- та макропористою структурою, яка забезпечує поглинання високо- та низькомолекулярних органічних сполук. Активне вугілля даної марки добре поглинає воду, має невелику зольність, не більше 3%, механічну міцність не менше 90%, реактивується з втратою маси 10 - 20%.

При обробленні висококонцентрованого водно-спиртового розчину активним вугіллям мають місце дві групи процесів - каталітичні та сорбційні. До каталітичних процесів відносяться процеси окислення вищих спиртів, які є в розчині, до альдегідів, а далі до кислот та ненасичених сполук. Кислоти зі спиртами утворюють складні ефіри. Таким чином, в результаті каталітичних процесів при обробленні висококонцентрованого водно-спиртового розчину активним вугіллям в ньому збільшується вміст альдегідів та складних ефірів. Збільшення вмісту альдегідів знижує смакові якості готового продукту. Активне вугілля марки NS-35 має невисоку каталітичну активність, що є позитивним

До сорбційних процесів відносяться процеси

адсорбції альдегідів, кислот, вищих спиртів (сивушного масла), метанолу. Активне вугілля марки NS-35 має достатньо високі сорбційні характеристики. Тому для зниження вмісту альдегідів, сивушного масла, метанолу, ненасичених сполук, підвищення показника окислюваності висококонцентрованого водно-спиртового розчину, поліпшення смаку і аромату продукту ефективним є застосування активного вугілля марки NS-35.

Запропонований спосіб здійснюють таким чином

Висококонцентрований водно-спиртовий розчин з об'ємною часткою більше або менше 80% подають в напірний збірник, а звідти його потік самопливом надходить на фільтр попереднього механічного фільтрування. Після попереднього механічного фільтрування водно-спиртовий розчин надходить в нижню частину вугільної колонки (одну або декілька послідовно з'єднаних), заповнену активним вугіллям марки NS-35. Проїшовши через шар активного вугілля з загальним питомим об'ємом пор $1,0 - 2,8 \text{ см}^3/\text{г}$, з кількістю поверхневих основних оксидів $0,30 - 1,7 \text{ мг екв}/\text{дм}^3$, з кількістю поверхневих кислотних оксидів $0,20 - 1,0 \text{ мг екв}/\text{дм}^3$, адсорбційною активністю за йодом не менше 30%, адсорбційною активністю за оцтовою кислотою не менше 25 см^3 і дисперсністю робочої фракції $0,25 - 1,0 \text{ мм}^1$, очищений водно-спиртовий розчин під тиском стовпа рідини надходить в верхню частину фільтра остаточного механічного фільтрування, а далі в збірник. Об'ємну витрату розчину встановлюють $50 - 250 \text{ дал}/\text{м}^2 \cdot \text{год}$, регулюючи краном на ротаметрі. В процесі очищення в водно-спиртовому розчині знижується вміст ненасичених сполук, сивушного масла, метанолу, підвищується показник окислюваності та дегустаційна оцінка цільового продукту.

Запропонований спосіб очищення висококонцентрованого водно-спиртового розчину ілюструється такими прикладами.

Приклад 1. Очищення висококонцентрованого водно-спиртового розчину - спирту етилового ректифікованого з об'ємною часткою етанолу 96,3%.

Спирт подають в напірний збірник, а звідти його потік самопливом надходить на фільтр попереднього механічного фільтрування - мембранний фільтр. Після мембранного фільтра спирт надходить в нижню частину вугільної колонки. В колонку завантажують активне вугілля марки NS-35 з загальним об'ємом пор $2,0 \text{ см}^3/\text{г}$, з кількістю поверхневих основних оксидів $0,55 \text{ мг екв}/\text{дм}^3$, з кількістю поверхневих кислотних оксидів $0,35 \text{ мг екв}/\text{дм}^3$, адсорбційною активністю за йодом 50%, адсорбційною активністю за оцтовою кислотою 70 см^3 , середньою дисперсністю робочої фракції $0,25 \text{ мм}^1$. Встановлюють об'ємну витрату спирту $50 \text{ дал}/\text{м}^2 \cdot \text{год}$. Висота шару сорбенту 4000 мм . Діаметр вугільної колонки 700 мм . При цьому очищення триває 200 хвилин. Очищений спирт виходить з верхньої частини вугільної колонки і під тиском стовпа рідини надходить в верхню частину фільтра остаточного механічного фільтрування - мембранний фільтр, а далі в збірник.

Очищений таким чином спирт етиловий ректифікований має об'ємну частку метанолу $0,006\%$, масову концентрацію сивушного масла $1,6 \text{ мг}/\text{дм}^3$.

б с, масову концентрацію альдегідів 2,2мг/дм³
б с, масову концентрацію складних ефірів 5,5мг/дм³ б с, окислюваність 25 хвилин та дегустаційну оцінку 9,5 бали. Спирт за органолептичними та фізико-хімічними показниками відповідає вимогам ГОСТ 5962-67 "Спирт этиловый ректификованный Технические условия"

Приклад 2 Очищення висококонцентрованого водно-спиртового розчину - сортировки для одержання горшки міцністю 40%

Сортировку подають в напірний збірник самопливом, а звідти його потік самопливом надходить на фільтр попереднього механічного фільтрування - механічний пісочний фільтр. Після попереднього механічного фільтрування водно-спиртовий розчин надходить в нижню частину вугільної колонки. В колонку завантажують активне вугілля марки NS-35 з загальним об'ємом пор 2,2 см³/г, адсорбційною активністю за йодом 90%, адсорбційною активністю за оцтовою кислотою 150 см³ і середньою дисперсністю робочої фракції 0,8мм¹. Встановлюють об'ємну витрату сортировки 300дал/м²

*год Очищення триває 10 хвилин. Висота шару сорбенту 4000мм. Діаметр вугільної колонки 1000мм. Сортировка проходить крізь шар активно-вугілля, виходить з верхньої частини вугільної колонки і під тиском стовпа рідини надходить в верхню частину фільтра остаточного механічного фільтрування - мембранний фільтр, а далі в збірник готової продукції.

Очищена таким чином горілка має об'ємну частку метанолу 0,008%, масову концентрацію сивушного масла 1,3мг/дм³ б с, масову концентрацію альдегідів 1,7мг/дм³ б с, масову концентрацію складних ефірів 2,5мг/дм³ б с, окислюваність 16 хвилин та дегустаційну оцінку 9,6 бали.

Горілка за органолептичними та фізико-хімічними показниками відповідає вимогам ГОСТ 12712-80 "Водки и водки особые Технические условия"

Дані, що характеризують досягнення технічного результату за заявленим способом в порівнянні зі способом-прототипом, наведені в таблиці:

Таблиця

Найменування показника	За заявленим способом		За способом –прототипом	
	Спирт	Горілка	Спирт	Горілка
Проба на окислюваність, хв	25	16	20	10
Об'ємна частка метилового спирту в перерахунку на безводний спирт, %	0,006	0,008	0,010	0,012
Масова концентрація сивушного масла, в перерахунку на суміш ізоамілового та ізобутилового спиртів (3:1), в безводному спирті, мг/дм ³	1,6	1,3	2Д	1,9
Масова концентрація альдегідів, в перерахунку на оцтовий, в безводному спирті, мг/дм ³	2,2	1,7	3,5	2,6
Масова концентрація складних ефірів, в перерахунку на оцтово-етилівий в безводному спирті, мг/дм ³	5,5	2,5	7,2	3,7
Масова концентрація вільних кислот (без CO ₂), в безводному спирті, мг/дм ³	3,2	-	4,1	-
Дегустаційна оцінка, бали	9,5	9,6	9,3	9,3

Як видно з показників, наведених в таблиці, в спирті та горілці вміст шкідливих домішок за за-

пропонованим способом нижчий, ніж за відомим, а дегустаційна оцінка вища.