



УКРАЇНА

(19) UA (11) 41094 (13) A

(51) 7 C12H1/04

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ

## ОПИС

ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ  
НА ВИНАХІДвидається під  
відповідальність  
власника  
патенту

## (54) СПОСІБ ОЧИЩЕННЯ ВИСОКОКОНЦЕНТРОВАНОГО ВОДНО-СПИРТОВОГО РОЗЧИНУ

(21) 2001020878

(22) 09.02.2001

(24) 15.08.2001

(46) 15.08.2001, Бюл. № 7, 2001 р.

(72) Ковальчук Володимир Петрович, Олійник  
Світлана Іванівна, Резвіна Лариса Миколаївна,  
Опанасюк Тетяна Іванівна(73) УКРАЇНСЬКИЙ НАУКОВО-ДОСЛІДНИЙ ІНС-  
ТИТУТ СПИРТУ І БІОТЕХНОЛОГІЇ ПРОДОВО-  
ЛЬЧИХ ПРОДУКТІВ

(57) Спосіб очищення висококонцентрованого водно-спиртового розчину, що передбачає попереднє механічне фільтрування, обробку сорбентом та кінцеве механічне фільтрування, який **відрізняється** тим, що як сорбент використовують активне вугілля марки Norit PK (1-3) з загальним питомим об'ємом пор 0,3-2,6 см<sup>3</sup>/г, адсорбційною активністю за йодом не менше 10%, адсорбційною активністю за оцтовою кислотою не менше 30 см<sup>3</sup> і дисперсністю робочої фракції 0,25-1,0 мм<sup>-1</sup>.

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 № 2085577, 6 С12G 3/06, опубл. 27.07.97. Спосіб производства водки; Патент № 2086635, 6 С12Н 1/02, 1/07, опубл. 10.08.97. Спосіб очистки водки; Патент № 2083660, 6 С12G 3/08, опубл. 10.07.97. Спосіб производства водки "Сызранская"). 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 обробки сорбентом - шунгітом (Патент № 2105804, 6 С12G 3/06, опубл. 27.0.98. Спосіб приготовления водки - прототип).

Причиною, що перешкоджає досягненню технічного результату, є низькі сорбційні властивості даного сорбенту. Вищевказаний сорбент має низьку механічну тривкість, високу зольність. Це негативно впливає на процес фільтрування водно-спиртової суміші і призводить до підвищення гідродинамічного опору у вугільній колонці. Невеликий сумарний об'єм пор 0,1-0,2 см<sup>3</sup>/г, який має шунгіт,

не забезпечує сорбцію домішок сивушного масла, метанолу, які погіршують смакові якості горілок та спирту.

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 підсиленних 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 попереднє механічне фільтрування, обробку сорбентом та кінцеве механічне фільтрування, як сорбент використовують активне вугілля марки Norit PK (1-3) з загальним питомим об'ємом пор 0,3-2,6 см<sup>3</sup>/г, адсорбційною активністю за йодом не менше 10%, адсорбційною активністю за оцтовою кислотою не менше 30 см<sup>3</sup> і дисперсністю робочої фракції 0,25-1,0 мм<sup>-1</sup>.

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

Активне вугілля з загальним об'ємом пор менше 0,3 см<sup>3</sup>/г не містить достатньої кількості

сорбційних пор, необхідних для сорбції домішок, тому воно не ефективне. Вугілля з загальним об'ємом пор більше  $2,6 \text{ см}^3/\text{г}$  вилучає з розчину сивушне масло та метанол, але призводить до накопичення альдегідів, складних ефірів та 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 адсорбційною активністю за йодом менше 10% та адсорбційною активністю за оцтовою кислотою менше  $30 \text{ см}^3$  не сорбує з висококонцентрованого водно-спиртового розчину домішки сивушного масла, метанолу, не підвищується окислюваність та дегустаційна оцінка обробленої горілки.

Активне вугілля марки Norit PK (1-3) - сорбент з широкою мезо- та макропористою структурою, яка забезпечує поглинання високо- та низькомолекулярних органічних сполук. Активне вугілля даної марки добре поглинає воду, має невелику зольність, не більше 4%, тривкість при стиранні не менше 50%, реактивується з втратою маси 10-15%.

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 до 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 цільового продукту. Активне вугілля марки Norit PK (1-3) має невисоку каталітичну активність, що є позитивним.

До сорбційних процесів відносяться процеси адсорбції альдегідів, кислот, вищих спиртів (сивушного масла), метанолу. Активне вугілля марки Norit PK (1-3) 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 вказаної марки.

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 Norit PK (1-3). Проїшовши через шар активного вугілля з загальним питомим об'ємом пор  $0,3-2,6 \text{ см}^3/\text{г}$ , адсорбційною активністю за йодом не менше 10%, адсорбційною активністю за оцтовою кислотою не менше  $30 \text{ см}^3$  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  $50-250 \text{ дал}/\text{м}^2/\text{год}$ , регулюючи краном на ротаметрі. В процесі очищення в водно-спиртовому розчині знижується вміст ненасичених сполук, сивушного масла, метанолу, підвищується показник окислюваності та дегустаційна оцінка готового 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 поступає в нижню частину вугільної колонки. В колонку завантажують активне вугілля марки Norit PK (1-3), з загальним об'ємом пор  $1,2 \text{ см}^3/\text{г}$ , адсорбційною активністю за йодом 40%, адсорбційною активністю за оцтовою кислотою  $40 \text{ см}^3$ , середньою дисперсністю робочої фракції  $0,15 \text{ мм}^{-1}$ . Встановлюють об'ємну витрату спирту  $50 \text{ дал}/\text{м}^2/\text{год}$ . 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 0,015%, масову концентрацію сивушного масла  $2,2 \text{ мг}/\text{дм}^3$  б.с., масову концентрацію альдегідів  $2,5 \text{ мг}/\text{дм}^3$  б.с., масову концентрацію складних ефірів  $7,5 \text{ мг}/\text{дм}^3$  б.с., окислюваність 22 хвилини та дегустаційну оцінку 9,5 бали. Спирт за органолептичними та фізико-хімічними показниками відповідає вимогам ГОСТ 5962-67 "Спирт етиловий ректифікований. Технические условия".

**Приклад 2.** Очищення висококонцентрованого водно-спиртового розчину - сортировки для одержання горілки 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 Norit PK (1-3) з загальним об'ємом пор  $2,2 \text{ см}^3/\text{г}$ , адсорбційною активністю за йодом 95%, адсорбційною активністю за оцтовою кислотою  $130 \text{ см}^3$  і середньою дисперсністю робочої фракції  $0,7 \text{ мм}^{-1}$ . Встановлюють об'ємну витрату сортировки  $300 \text{ дал}/\text{м}^2/\text{год}$ . Очищення триває 10 хвилин. Висота шару сорбенту 4000 мм. Діаметр вугільної колонки 1000 мм. Сортировка проходить крізь шар активного вугілля, виходить з верхньої частини вугільної колонки і під тиском стовпа рідини надходить в верхню частину фільтра остаточного ме-

ханічного фільтрування - мембранний фільтр, а далі в збірник готової продукції.

Очищена таким чином горілка має об'ємну частку метанолу 0,010%, масову концентрацію сивушного масла 1,7 мг/дм<sup>3</sup> б.с., масову концентрацію альдегідів 2,3 мг/дм<sup>3</sup> б.с., масову концентрацію складних ефірів 9,5 мг/дм<sup>3</sup> 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.

Як видно з показників, наведених в таблиці, в спирті та горілці вміст шкідливих домішок за запропонованим способом нижчий, ніж за відомим, а дегустаційна оцінка вища.

Найменування показника	За заявленим способом		За способом-прототипом	
	спирт	горілка	спирт	горілка
Проба на окислюваність, хв.	22	16	18	11
Об'ємна частка метилового спирту в перерахунку на безводний спирт, %	0,015	0,010	0,021	0,015
Масова концентрація сивушного масла, в перерахунку на суміш ізоамілового та ізобутилового спиртів (3:1), в безводному спирті, мг/дм <sup>3</sup>	2,2	1,7	2,6	2,2
Масова концентрація альдегідів, в перерахунку на оцтовий, в безводному спирті, мг/дм <sup>3</sup>	2,5	2,3	3,3	3,6
Масова концентрація складних ефірів, в перерахунку на оцтово-етилловий в безводному спирті, мг/дм <sup>3</sup>	7,5	9,5	10,0	12,5
Масова концентрація вільних кислот (без CO <sub>2</sub> ), в безводному спирті, мг/дм <sup>3</sup>	5,5	-	8,0	-
Дегустаційна оцінка, бали	9,5	9,6	9,3	9,3

Тираж 50 екз.

Відкрите акціонерне товариство «Патент»  
Україна, 88000, м. Ужгород, вул. Гагаріна, 101  
(03122) 3 – 72 – 89 (03122) 2 – 57 – 03

