



УКРАЇНА

(19) UA (11) 35096 (13) A

(51) 6 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) 99084578

(22) 10.08.1999

(24) 15.03.2001

(46) 15.03.2001, Бюл. № 2, 2001 р.

(72) Ковальчук Володимир Петрович, Олійник Світлана Іванівна, Кравчук Зоя Дмитрівна, 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 обробку сорбентом-активованим вугіллям і фільтрацію через пісочний матеріал, який відрізняється тим, що як сорбент використовують активоване вугілля Фільтросорб з загальним питомим об'ємом пор 0,5-1,2 см³/г і дисперсністю робочої фракції 0,8-1,0 мм при цьому об'ємна витрата висококонцентрованого водно-спиртового розчину з об'ємною часткою спирту більше або менше 80% становить 20-70 дал/год і 80-120 дал/год відповідно.

Винахід відноситься до харчової промисловості, зокрема до спиртової та лікєро-горілкової галузей і може бути використаний для очистки висококонцентрованого водно-спиртового розчину при виробництві харчового спирту, концентратів горілок і горілок.

Відомі способи очистки висококонцентрованого водно-спиртового розчину деревним активованим вугіллям (А.с. СРСР 863634. Спосіб виробництва водки, 3 С12G 3/08, опубл. 15.09.81; А.С. СРСР 1182073. Спосіб очистки водно-спиртової суміші, 4 С12Н 1/04, опубл. 30.09.85; А.с. СРСР 1399339. Спосіб виробництва водки, 4 С12G 3/08, опубл. 30.05.88).

Відомі способи передбачають використання активованого вугілля, переважно БАУ-А за ГОСТ 6217-74, яке не забезпечує належної очистки висококонцентрованого водно-спиртового розчину, особливо з об'ємною часткою етилового спирту більше 80%.

Найбільш близьким до заявленого технічним рішенням є спосіб очистки висококонцентрованого водно-спиртового розчину, який передбачає обробку його активованим вугіллям і фільтрацію через пісок (ТР У 18.5084-96. Технологічний регламент на виробництво горілок і лікєро-горілчанних напоїв. К. Концерн "Укрспирт", 1996 р.- 328 с. - прототип). Відомі способи очистки водно-спиртового розчину не забезпечують технічного результату винаходу, який заявляється, що обумовлено властивостями активованого вугілля з березової або букової деревини, при використанні яких в процесі очистки проходить як сорбція, так і каталітичні процеси окислення вищих спиртів до альде-

гідів, з наступним окисленням їх до кислот і ненасичених сполук, які утворюють зі спиртами складні ефіри. Таким чином, в результаті каталітичних процесів, які протікають в процесі очистки на активованому вугіллі з берези та бука, в водно-спиртовій рідині проходить збільшення вмісту альдегідів, які погіршують смакові якості горілок та спирту.

В основу винаходу поставлено задачу вдосконалення способу очистки висококонцентрованого водно-спиртового розчину шляхом використання більш ефективного сорбційного матеріалу та запропонованих параметрів процесу.

Технічний результат від реалізації винаходу полягає в суттєвому зниженні шкідливих домішок за рахунок підсилених сорбційних процесів та зменшеної каталітичної активності сорбенту.

Споживчими властивостями, пов'язаними з технічним результатом, є підвищення якості цільового продукту.

Досягається технічний результат тим, що у відомому способі очистки висококонцентрованого водно-спиртового розчину, який передбачає обробку сорбентом-активованим вугіллям і фільтрацію через пісочний матеріал, як сорбент використовують активоване вугілля Фільтросорб з загальним питомим об'ємом пор 0,5-1,2 см³/г і дисперсністю робочої фракції 0,8-1,0 мм при цьому об'ємна витрата висококонцентрованого водно-спиртового розчину з об'ємною часткою спирту більше або менше 80% становить 20-70 дал/год і 80-120 дал/год відповідно.

Активоване вугілля Фільтросорб - сорбент з широкою мікро-, мезопористою структурою, яка за-

(19) UA (11) 35096 (13) A

безпечує поглинання високо- та низькомолекулярних органічних сполук. Активоване вугілля добре змочується, багаторазово реактивується з незначною втратою маси (5-10%).

При обробці висококонцентрованого водно-спиртового розчину активованим вугіллям мають місце дві групи процесів - каталітичні та сорбційні.

До каталітичних процесів відносяться процеси окислення вищих спиртів до альдегідів та альдегідів, які є в розчині, до кислот, а також ненасичених сполук. Кислоти зі спиртами утворюють складні ефіри. Тобто, в результаті каталітичних процесів при обробці висококонцентрованого водно-спиртового розчину активованим вугіллям в ньому збільшується вміст альдегідів та складних ефірів. Збільшення вмісту альдегідів знижує смакові якості готового продукту.

Активоване вугілля Фільтросорб має нижчі каталітичні властивості, ніж березове активоване вугілля, що є позитивним.

До сорбційних процесів відносяться процеси адсорбції альдегідів, кислот, вищих спиртів (сивушного масла), метанолу. Активоване вугілля Фільтросорб має більш високі сорбційні характеристики, ніж березове. 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 активованого вугілля Фільтросорб. При цьому вміст небажаних домішок в готовому продукті зменшується на 10-40%, а дегустаційна оцінка підвищується на 0,3-0,6 бали.

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

Активоване вугілля з сумарним об'ємом пор менше $0,4 \text{ см}^3/\text{г}$ не містить достатньої кількості сорбційних пор, необхідних для сорбції домішок, тому воно не ефективне. Вугілля з сумарним об'ємом пор більше $1,2 \text{ см}^3/\text{г}$ вилучає з розчину сивушне масло та метанол, але спричиняє накопиченню альдегідів, складних ефірів та сильному окисленню спирту. При дисперсності робочої фракції активованого вугілля менше 0,7 мм воно ущільнюється, зростає гідродинамічний опір шару вугілля та знижується продуктивність процесу. При дисперсності 1,1 мм погіршується ступінь очистки висококонцентрованого водно-спиртового розчину. При об'ємній витраті 20 дал/год для висококонцентрованого водно-спиртового розчину з об'ємною часткою спирту більше 80% і менше 80 дал/год для висококонцентрованого водно-спиртового розчину з об'ємною часткою спирту менше 80% зростає вміст альдегідів в розчині, знижуються продуктивність процесу та дегустаційна оцінка готового продукту. При об'ємній витраті більше 70 дал/год для висококонцентрованого водно-спиртового розчину з об'ємною часткою спирту більше 80% і більше 120 дал/год для розчину з об'ємною часткою спирту менше 80% не зменшується вміст сивушного масла та ненасичених сполук і погіршується якість готового продукту. Саме сукупність заявленого сорбенту і запропонованих параметрів процесу дозволяє досягти технічного результату винаходу.

Запропонований спосіб здійснюють таким чином. Очистку висококонцентрованого водно-

спиртового розчину активованим вугіллям Фільтросорб здійснюють динамічним способом, суть якого - безперервна фільтрація розчину через нерухомий шар вугілля. Процес очистки проходить у вугільно-очисній (фільтраційній) батареї, яка складається з пісочних фільтрів попередньої і кінцевої очистки, вугільних колонок, кожна з яких завантажується активованим вугіллям Фільтросорб.

Процес очистки висококонцентрованого водно-спиртового розчину з об'ємною часткою більше 80% проводять таким чином. Розчин подають в напірний збірник, а звідти його потік самопливом надходить в нижню частину вугільної колонки. Пройшовши через шар активованого вугілля Фільтросорб з загальним питомим об'ємом пор $0,5-1,2 \text{ см}^3/\text{г}$ і дисперсністю робочої фракції 0,8-1,0 мм, очищений водно-спиртовий розчин під тиском стовпа рідини надходить в збірник. Об'ємну витрату розчину встановлюють 20-70 дал/год, регулюючи краном на ротаметрі. В процесі очистки в водно-спиртовому розчині знижується вміст ненасичених сполук, сивушного масла, метанолу, підвищується показник окислюваності та дегустаційна оцінка готового продукту.

У випадку очистки висококонцентрованого водно-спиртового розчину з об'ємною часткою менше 80% проводять попередню фільтрацію на пісочному фільтрі для вилучення механічних домішок. Ця операція захищає активоване вугілля від забруднення і збільшує термін його використання. Фільтрація розчину після вугільних колонок через фільтри з кварцевим піском забезпечує затримку дрібнодисперсних часток вугілля, які утворюються в результаті його тертя при обробці розчину і надає готовому продукту необхідну прозорість і характерний блиск. Для забезпечення постійної якості готового продукту, відповідно вимог, очистку розчину здійснюють при об'ємній витраті розчину 80-120 дал/год, регулюючи краном на ротаметрі.

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

Приклад 1. Очистка висококонцентрованого водно-спиртового розчину - спирту етилового ректифікованого з об'ємною часткою етанолу 96,2%.

Спирт подають в напірний збірник, а звідти його потік самопливом надходить на очистку в вугільні колонки. В колонки завантажують активоване вугілля Фільтросорб, з загальним об'ємом пор $0,8 \text{ см}^3/\text{г}$ і середньою дисперсністю робочої фракції 0,9 мм. Встановлюють об'ємну витрату спирту 20 дал/год. При цьому очистка триває 200 хвилин. Пройшовши крізь шар вугілля та пісочний фільтр, очищений спирт під тиском стовпа рідини надходить в збірник.

В спирті знижується вміст метанолу, сивушного масла, ненасичених сполук, підвищується показник окислюваності та дегустаційна оцінка. Ці показники наведені в таблиці. Спирт за органолептичними та фізико-хімічними показниками відповідає вимогам ГОСТ 5962-67 "Спирт етиловий ректифікований. Технические условия".

Приклад 2. Очистка висококонцентрованого водно-спиртового розчину - сортировки з одержанням горішки міцністю 40%.

Сортировка з напірного збірника самопливом надходить на фільтрацію через пісочний фільтр і на очистку в вугільні колонки. В колонки завантажують активоване вугілля Фільтросорб з загальним об'ємом пор $0,8 \text{ см}^3/\text{г}$ і середньою дисперсністю робочої фракції $0,9 \text{ мм}$. Встановлюють об'ємну витрату сортировки 120 дал/год . Очистка триває 10 хвилин. Пропущену крізь шар вугілля та пісочний фільтр горілку направляють в збірник, а звідти на розлив.

В горілці знижується вміст метанолу, сивушного масла, ненасичених сполук, підвищується показник окислюваності та дегустаційна оцінка. Ці показники наведені в таблиці.

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.

Найменування показника	За заявленим способом		За способом прототипом	
	спирт	горілка	спирт	горілка
Проба на окислюваність	45	29	26	16
Об'ємна частка метилового спирту в перерахунку на безводний спирт, %	0,014	0,012	0,019	0,019
Масова концентрація сивушного масла, в перерахунку на суміш ізоамілового та ізобутилового спиртів (3:1), в безводному спирті, мг/дм^3	2,1	2,3	3,8	3,2
Масова концентрація альдегідів, в перерахунку на оцтовий, в безводному спирті, мг/дм^3	2,4	1,8	2,8	2,2
Масова концентрація складних ефірів, в перерахунку на оцтово-етиловий в безводному спирті, мг/дм^3	7,5	21,5	9,5	23,5
Масова концентрація вільних кислот (без CO_2), в безводному спирті, мг/дм^3	4,1	-	5,5	-
Дегустаційна оцінка, бали	9,6	9,6	9,2	9,0

Як видно з показників, наведених в таблиці, за відомим способом і за заявленим спирт та горілка відповідають стандартам, але вміст

шкідливих домішок за запропонованим способом нижчий, ніж за відомим, а дегустаційна оцінка вища.

Тираж 50 екз.

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