



УКРАЇНА

(19) UA (11) 30678 (13) C2

(51) 6 G01N31/00, C07C29/74

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІОПИС  
ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

## (54) СПОСІБ ПРИГОТУВАННЯ РОЗЧИНУ ВОДНО-ЕТАНОЛЬНОГО ТИПОВОГО

1

(21) 98041887

(22) 14.04.1998

(24) 15.03.2002

(46) 15.03.2002, Бюл. № 3, 2002 р.

(72) Ковальчук Володимир Петрович, Кравчук Зоя Дмитрівна, Олійник Світлана Іванівна, Резвіна Лариса Миколаївна, Гладких Володимир Георгійович, Опанасюк Тетяна Іванівна

(73) Український науково-дослідний інститут спирту і біотехнології продовольчих продуктів

(56) ТУ 10-00334586-39-93, Растворы типовые, СОП.М, 1993, стр.12

(57) 1. Спосіб приготування розчину водно-етанольного типового, що передбачає очистку спирту етилового та змішування його з водою дистильованою і, за потребою, з відповідними реактивами, який відрізняється тим, що спирт етиловий

2

очищають до вмісту домішок, в перерахунок на безводний спирт: альдегідів 0,1-1,0 мг/дм<sup>3</sup>, сивушного масла 0,1-2,0 мг/д<sup>3</sup>, метилового спирту 0,001-0,01 об.%.  
2. Спосіб за п. 1, який відрізняється тим, що спирт етиловий очищають від сивушного масла хімічним способом при дії порошку алюмінію і їдко-го калію в кількості по 8-10г/дм<sup>3</sup> кожного протягом 50-80 хвилин при температурі 70-90 °С з подальшим фракціонуванням спирту.3. Спосіб за п. 1, який відрізняється тим, що спирт етиловий очищають від альдегідів та метилового спирту хімічним способом при дії оцтовокислого свинцю кількістю 2,5-3 г/дм<sup>3</sup> і їдко-го калію кількістю 4-5 г/дм<sup>3</sup> протягом 10-12 годин при температурі 15-25 °С з подальшим фракціонуванням спирту.

Винахід відноситься до харчової промисловості, зокрема до спиртової та лікєро-горіччаної галузей і може бути використаний при приготуванні розчинів водно-етанольних типових для визначення якості готової продукції.

Відомий спосіб приготування розчину типового / ТУ 18-3-13-84 Растворы типовые. М.: ВНИИПБ, 1984 г.-9 с./ Цей спосіб передбачає малоефективну очистку спирту етилового та змішування його з водою і реактивами.

Найбільш близьким до заявленого технічним рішенням є спосіб приготування розчину водно-етанольного типового шляхом змішування очищеного етилового спирту з дистильованою водою і відповідними реактивами У ТУ 10-00334586-39-93 Растворы типовые - СОП.М., 1993 г.-12 с./ З цього способу очищений етиловий спирт змішують з дистильованою водою та відповідними реактивами. При цьому очистка етилового спирту від домішок проводиться не достатньо /дивись таблицю, спосіб-прототип/ що не дозволяє здійснювати якісну оцінку готової продукції з малим вмістом шкідливих домішок.

В основу винаходу поставлено задачу удосконалення способу приготування розчину водно-

етанольного типового шляхом застосування найбільш ефективних засобів очистки спирту.

Технічний результат, який виникає від реалізації способу, полягає в зниженні до оптимально допустимих концентрацій шкідливих домішок в вихідному спирті, які утворюються при його виробництві, за рахунок хімічних реакцій. Досягається технічний результат тим, що у способі приготування розчину водно-етанольного типового, що передбачає очистку етилового спирту та змішування його з водою дистильованою і, за потребою, з відповідними реактивами, згідно винаходу, спирт етиловий очищають до вмісту домішок, в перерахунок на безводний спирт: альдегідів 0,1 - 1,0мг/дм<sup>3</sup>, сивушного масла 0,1 - 2,0мг/дм<sup>3</sup>, метилового спирту 0,001 - 0,01об.%. Переважно спирт етиловий очищають від сивушного масла хімічним способом дією порошку алюмінію і їдко-го калію в кількості по 8 - 10г/дм<sup>3</sup> кожного протягом 50 - 80 хвилин при температурі 70 - 90°С з подальшим фракціонуванням спирту.

Від альдегідів та метилового спирту спирт етиловий очищають хімічним способом при дії оцтовокислого свинцю р кількості 4 - 5 г/дм<sup>3</sup> протягом іи-12 годин при температурі 15 - 25°С з подальшим

(13) C2

(11) 30678

(19) UA

фракціонуванням спирту.

Розчин водно-етанольний типовий використовують в якості розчину порівняння при визначенні якості спирту і горілки. Він передбачає визначення альдегідів, сивушного масла та метилового спирту колориметричним методом в горілці за ГОСТ 5363-93 і в спирті за ГОСТ 5364-93.

Заявлені параметри очистки спирту етилового від домішок є оптимальними і встановлені шляхом експериментальних досліджень. Очистка етилового спирту нижче вказаних мінімальних меж  $0,1\text{мг/дм}^3$  для альдегідів і сивушного масла,  $0,001\text{об.}\%$  для метилового спирту недоцільна з економічних міркувань - веде до невиправданих витрат реактивів /оцтового альдегіду, сивушного масла, метанолу/. Верхня межа вмісту домішок в спирті  $1\text{мг/дм}^3$  для альдегідів,  $2\text{мг/дм}^3$  для сивушного масла,  $0,01\text{об.}\%$  для метилового спирту є тою мінімальною концентрацією компонентів, яка не потребує введення в типовий розчин реактивів.

Запропонований спосіб здійснюють таким чином. Для приготування розчину водно-етанольного типового спирт етиловий очищають хімічним способом від його природних домішок /альдегідів, до  $0,1 - 1,0\text{мг/дм}^3$  сивушного масла до  $0,1 - 2,0\text{мг/дм}^3$  метилового спирту до  $0,001 - 0,01\text{об.}\%$ / які утворились при виробництві спирту. З метою очистки від сивушного масла в спирт задасть по  $8 - 10\text{г/дм}^3$  алюмінію і їдкою калію. Суміш витримують протягом  $50 - 80$  хвилин при температурі  $70 - 90^\circ\text{C}$ , після чого спирт фракціонують перегонкою. Далі спирт етиловий очищають від альдегідів та метилового спирту. Для цього в спирт задають  $2,5 - 3\text{г/дм}^3$  оцтовокислого свинцю і  $4 - 5\text{г/дм}^3$  їдкою калію. Суміш витримують протягом  $10 - 12$  годин при температурі  $15 - 25^\circ\text{C}$  з подальшим фракціонуванням спирту.

Для приготування розчину водно-етанольного типового очищений спирт етиловий змішують з водою дистильованою та, за потребою, з відповідними реактивами /оцтовим альдегідом, сивушним маслом, метанолом/. Приготовлені розчини водно-етанольні типові використовуються для порівняльного визначення шкідливих домішок при оцінці якості горілок та спирту.

Запропонований спосіб приготування розчину водно-етанольного типового ілюструється прикладами.

Приклад 1. Для приготування розчину водно-етанольного типового для визначення альдегідів в горілці спирт етиловий очищають до вмісту домішок, вперерахунку на безводний спирт: альдегідів  $0,1\text{мг/дм}^3$ , сивушного масла  $0,1\text{мг/дм}^3$ , метилового спирту  $0,001\text{об.}\%$ .

Від сивушного масла спирт етиловий очищають хімічним способом при дії порошку алюмінію і їдкою калію в кількості по  $10\text{г/дм}^3$  кожного протягом  $50$  хвилин при температурі  $90^\circ\text{C}$  з подальшим фракціонуванням спирту. Далі спирт етиловий очищають від альдегідів та метилового спирту хімічним способом при дії оцтовокислого свинцю в кількості  $3\text{г/дм}^3$  і їдкою калію  $5\text{г/дм}^3$  протягом  $10$  годин при температурі  $20^\circ\text{C}$  з подальшим фракціонуванням спирту.

Для приготування  $1\text{дм}^3$  розчину водно-етанольного типового з об'ємною часткою етанолу

$40\%$  і масовою концентрацією альдегідів  $3\text{мг/дм}^3$  безводного спирту змішують  $415,8\text{см}^3$  очищеного спирту з об'ємною часткою етанолу  $96,2\%$  з  $3,3\text{см}^3$  робочого розчину оцтового альдегіду, з масовою концентрацією оцтового альдегіду  $0,85\text{мг/см}^3$  та  $610,4\text{см}^3$  дистильованої води.

Приклад 2. Для приготування розчину водно-етанольного типового для визначення сивушного масла в спирті очищають спирт етиловий до вмісту домішок в перерахунку на безводний спирт: альдегідів  $0,5\text{мг/дм}^3$ , сивушного масла  $1,0\text{мг/дм}^3$ , метилового спирту  $0,005\text{об.}\%$ .

Від сивушного масла спирт етиловий очищають хімічним способом при дії порошку алюмінію і їдкою калію в кількості по  $9\text{г/дм}^3$  кожного протягом  $65$  хвилин при температурі  $80^\circ\text{C}$  з подальшим фракціонуванням спирту. Далі спирт етиловий очищають від альдегідів та метилового спирту хімічним способом при дії оцтовокислого свинцю  $2,7\text{г/дм}^3$  і їдкою калію  $4,5\text{г/дм}^3$  протягом  $2$  годин при температурі  $18^\circ\text{C}$  з подальшим фракціонуванням спирту.

Для приготування  $5\text{дм}^3$  розчину водно-етанольного типового з об'ємною часткою етанолу  $96\%$  і масовою концентрацією сивушного масла  $4\text{мг/дм}^3$  безводного спирту змішують  $4,974\text{дм}^3$  очищеного спирту з об'ємною часткою етанолу  $96,5\%$  з  $15,6\text{см}^3$  робочого розчину сивушного масла з масовою концентрацією сивушного масла  $0,92\text{мг/см}^3$  та  $26,0\text{см}^3$  дистильованої води.

Приклад 3. Для приготування розчину водно-етанольного типового для визначення метилового спирту в горілці спирт етиловий очищають до вмісту домішок, в перерахунку на безводний спирт: альдегідів  $1\text{мг/дм}^3$ , сивушного масла  $2\text{мг/дм}^3$ , метилового спирту  $0,01\text{об.}\%$ .

Від сивушного масла спирт етиловий очищають хімічним способом при дії порошку алюмінію і їдкою калію в кількості по  $8\text{г/дм}^3$  кожного протягом  $80$  хвилин при температурі  $70^\circ\text{C}$  з подальшим фракціонуванням спирту. Далі спирт етиловий очищають від альдегідів та метилового спирту хімічним способом при дії оцтовокислого свинцю  $2,5\text{г/дм}^3$  і їдкою калію  $4\text{г/дм}^3$  протягом  $12$  годин при температурі  $15^\circ\text{C}$  з подальшим фракціонуванням спирту.

Для приготування  $2\text{дм}^3$  розчину водно-етанольного типового з об'ємною часткою етанолу  $50\%$  і метилового спирту  $0,03\%$  в перерахунку на безводний спирт змішують  $1,039\text{дм}^3$  очищеного спирту з об'ємною часткою етанолу  $96,2\%$  з  $0,2\text{см}^3$  робочого розчину метанолу та  $1,023\text{дм}^3$  дистильованої води.

Розчини водно-етанольні типові, приготовлені за вищеприведеними прикладами відповідають вимогам технічних умов ТУ У 18.426-97 "Розчини водно-етанольні типові".

Дані, які характеризують досягнення технічного результату по заявляемому способу в порівнянні зі способом-прототипом, приведені в таблиці.

Як видно з даних таблиці розчин водно-етанольний типовий, приготовлений за запропонованим способом має нижні межі вмісту домішок значно менші, ніж за відомим способом. Це дозволяє використовувати розчини водно-етанольні типові в більш широкому діапазоні /в тому числі

5

30678

6

для оцінки якості продукції з досить низьким вмістом шкідливих домішок, що підлягають визначенню/ для здійснення контролю якості і сертифікації

спирту і горілок в спиртовій і лікєро-горілочаній промисловості у відповідності з міжнародними вимогами.

Таблиця

Найменування показника	Розчин водно-етанольний типовий			
	За запропонованим способом		За способом-прототипом	
	для горілки	для спирту	для горілки	для спирту
Масова концентрація альдегідів, в перерахунку на оцтовий, в безводному спирті, мг/дм <sup>3</sup>	0,5 - 15	0,5 - 50	3 - 15	2 - 50
Масова концентрація сивушного масла, в перерахунку на суміш ізоамілового та ізобутилового спиртів /3:1/, - в безводному спирті, мг/дм <sup>3</sup>	0,5 - 4	0,5-25	2-4	2-25
Об'ємна частка метилового спирту, в перерахунку на безводний спирт, %	0,005 - 0,2	35-0,2	0,03 - 0,2	