



УКРАЇНА

(19) UA (11) 24780 (13) C2

(51) 7 C12H1/04

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС

ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) СПОСІБ ОЧИСТКИ ВИСОКОКОНЦЕНТРОВАНОГО ВОДНО-СПИРТОВОГО РОЗЧИНУ

(21) 97073986

(22) 28 07 1997

(24) 15 10 2001

(46) 15 10 2001, Бюл. № 9, 2001 р.

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

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

(56) 1 Патент RU 94026331, МПК6 C12H1/04, 1996

2 Технологічний регламент на виробництво горілок і лікєро-горілочаних напоїв К. Концерн "Укрспирт", 1996, стор. 328

(57) Спосіб очистки висококонцентрованого водно-спиртового розчину, що передбачає очистку активованим вугіллям і фільтрацію через пісочний матеріал, який відрізняється тим, що очистку розчину проводять кісточковим активованим вугіллям з загальним питомим об'ємом пор 0,3–1,5 см³/г і дисперсністю робочої фракції 0,5–5 мм при об'ємній витраті 30–60 дал/год і 80–100 дал/год висококонцентрованого водно-спиртового розчину з об'ємною часткою спирту більше і менше 80% відповідно.

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

Відомі способи очистки висококонцентрованого водно-спиртового розчину деревним активованим вугіллям (А с СРСР 863634 Спосіб виробства водки, 3 С 12 G 3/08, опубл. 15 09 81, А с СРСР 1182073 Спосіб очистки водно-спиртової суміші, 4С 12 Н 1/04, опубл. 30 09 85, А с СРСР 1399339 Спосіб виробства водки, 4 С 12 G 3/08, опубл. 30 05 88).

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

Найбільш близьким 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-горілочаних напоїв К. Концерн "Укрспирт", 1996 р. – 328 с.) Березове активоване вугілля для очистки висококонцентрова-

ного водно-спиртового розчину від шкідливих ненасичених сполук малоефективне.

В основу винаходу поставлено задачу удосконалення способу очистки висококонцентрованого водно-спиртового розчину шляхом використання більш ефективного сорбенту при запропонованих параметрах процесу.

Технічний результат, який виникає від реалізації способу, виявляється в зниженні шкідливих домішок (альдегідів, метанолу, сивушного масла, ненасичених сполук) за рахунок підсилення сорбційних та зменшення каталітичних процесів, які властиві кісточковому активованому вугіллю.

Споживчі властивості об'єкту винаходу, які зв'язані з технічним результатом, полягають в поліпшенні якості кінцевого продукту.

Досягається технічний результат тим, що у відомому способі очистки висококонцентрованого водно-спиртового розчину, який передбачає очистку активованим вугіллям і фільтрацію через пісочний матеріал, згідно винаходу, очистку розчину проводять кісточковим активованим вугіллям з загальним питомим об'ємом пор 0,3–1,5 см³/г і дисперсністю робочої фракції 0,5–5 мм при об'ємній витраті 30–60 дал/год і 80–100 дал/год висококонцентрованого водно-спиртового розчину з об'ємною часткою спирту більше і менше 80% відповідно.

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.

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

До сорбційних процесів відносяться процеси адсорбції альдегідів, кислот, вищих спиртів (сивушного масла), метанолу, ефірів. Кісточкове активоване вугілля має більш високі сорбційні характеристики, ніж березове. Тому для зниження вмісту альдегідів, сивушного масла, метанолу, ненасичених сполук, підвищення показника окислюваності висококонцентрованого водно-спиртового розчину, та поліпшення смаку і аромату продукту ефективним є застосування кісточкового активованого вугілля. При цьому вміст небажаних домішок в готовому продукті зменшується на 10–30%, а дегустаційна оцінка підвищується на 0,4–0,6 бали.

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

Кісточкове активоване вугілля з загальним питомим об'ємом пор менше $0,3 \text{ см}^3/\text{г}$ не містить достатньої кількості сорбційних пор, необхідних для сорбції домішок, тому воно не ефективне. Вугілля з загальним питомим об'ємом пор більше $1,5 \text{ см}^3/\text{г}$ вилучає з розчину сивушне масло та метанол, але спричиняє накопиченню альдегідів, складних ефірів та сильному окисленню спирту. При дисперсності робочої фракції кісточкового активованого вугілля менше 0,5 мм, воно ущільнюється, зростає гідродинамічний опір шару вугілля та знижується продуктивність процесу. При дисперсності більше 5 мм погіршується ступінь очистки висококонцентрованого водно-спиртового розчину. При об'ємній витраті менше 30 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 60 дал/год для висококонцентрованого водно-спиртового розчину з об'ємною часткою спирту більше 80% і більше 100 дал/год для розчину з об'ємною часткою спирту менше 80% не зменшується вміст сивушного масла та ненасичених сполук і погіршується якість готового продукту. Сукупність вказаних заходів дозволяє одержати технічний результат очистки висококонцентрованого водно-спиртового розчину та споживчі властивості об'єкту винаходу, які при цьому виникають.

Запропонований спосіб здійснюють таким чином. Очищення висококонцентрованого водно-спиртового розчину кісточковим активованим ву-

гіллям здійснюють динамічним способом, суть якого – безперервна фільтрація розчину через нерухомий шар вугілля. Процес очистки проходить в вугільно-очисній (фільтраційній) батареї, яка складається з пісочних фільтрів попередньої та кінцевої очистки, вугільних колонок, кожна з яких завантажується кісточковим активованим вугіллям. Це вугілля одержують з шкаралупи кісточок плодів (абрикосів, слив, вишень тощо), горхів (волоського, кокосового) з загальним питомим об'ємом пор $0,3\text{--}1,5 \text{ см}^3/\text{г}$ і дисперсністю робочої фракції 0,5–5 мм. Процес очистки висококонцентрованого водно-спиртового розчину з об'ємною часткою спирту більше 80% проводять таким чином. Розчин подають в напірний збірник, а звідти його потік самопливом надходить в нижню частину вугільної колонки. Пройшовши крізь шар кісточкового активованого вугілля, очищений водно-спиртовий розчин під тиском стовпа рідини поступає в збірник. Об'ємну витрату розчину встановлюють 30–60 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.

З метою очистки висококонцентрованого водно-спиртового розчину з об'ємною часткою спирту менше 80% від механічних включень проводять попередню фільтрацію на пісочному фільтрі. Ця операція охороняє кісточкове активоване вугілля від забруднення і збільшує строк 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 до вимог, очистку розчину здійснюють при об'ємній витраті розчину 80–100 дал/год, регулюючи краном на ротаметрі.

Запропонований спосіб очистки висококонцентрованого водно-спиртового розчину ілюструється прикладами.

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

Очистка спирту етилового ректифікованого застосовується в тому випадку, коли спирт для приготування горілок відповідає по фізико-хімічним показникам нормативній документації, але разом з тим має низьку дегустаційну оцінку. Спирт подають в напірний збірник, а звідти його потік самопливом надходить на очистку в вугільні колонки. В колонки завантажують кісточкове активоване вугілля, одержане з шкаралупи кокосових горхів, з загальним питомим об'ємом пор $0,3 \text{ см}^3/\text{г}$ і середньою дисперсністю робочої фракції 0,5 мм. Встановлюють об'ємну витрату спирту 30 дал/год. При цьому очистка триває 180 хвилин. Пройшовши крізь шар вугілля та пісочний фільтр, очищений спирт під тиском стовпа рідини направляється в збірник.

В спирті знижується вміст метанолу, сивушного масла, ненасичених сполук, підвищується показник окислюваності та дегустаційна оцінка. Ці показники наведені в таблиці 3. Спирт за органо-

лептичними та фізико-хімічними показниками відповідає вимогам ГОСТ 5962–67 "Спирт этиловый ректификованный Технические условия"

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

Сортировку з напірного збірника самопливом направляють на фільтрацію через пісочний фільтр і на очистку в вугільні колонки. В колонки завантажують кісточкове активоване вугілля, одержане з шкаралупи сливових кісточок з загальним питомим об'ємом пор 0,5 см³/г і середньою

дисперсністю робочої фракції 4 мм. Встановлюють об'ємну витрату сортировки 100 дал/год. Очистка триває 10 хвилин. Пропущену крізь шар вугілля та пісочний фільтр горілку направляють в збірник, а звідти на розлив.

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

Приклади 3–6. Спосіб здійснюють аналогічно прикладам 1 і 2. В таблиці 1 наведені технологічні параметри способу.

Таблиця 1

Приклад	Кісточкове активоване вугілля			Висококонцентрований водно-спиртовий розчин	
	одержане з шкаралупи	загальний питомий об'єм пор, см ³ /г	середня дисперсність робочої фракції, мм	об'ємна витрата, дал/год	об'ємна частка спирту, %
3	Абрикос	1,5	5	60	95
4	Вишня	0,9	2	80	75
5	Волоський горіх	1,2	1	90	70
6	Черешня	0,7	2,5	45	96,2

Результати експериментів, щодо очистки висококонцентрованого водно-спиртового розчину кісточко-

вим активованим вугіллям при параметрах процесу, що виходять за межі заявлених, наведені в таблиці 2.

Таблиця 2

Приклади	Технологічні параметри очистки кісточковим активованим вугіллям					Дегустаційна оцінка, бал
	загальний питомий об'єм пор, см ³ /г	дисперсність робочої фракції, мм	термін очистки, хв.	об'ємна витрата розчину, дал/год	об'ємна частка спирту в розчині, %	
7	0,2	0,4	4	70	96,2	9,3
8	1,6	0,2	200	15	95	9,2
9	1,8	6	3	110	75	9,2
10	0,1	5,5	185	75	40	9,1

За органолептичними та фізико-хімічними показниками висококонцентровані водно-спиртові розчини за прикладами 7–10 відповідають вимогам нормативної документації, але дегустаційна оцінка нижча в порівнянні з заяв-

леними параметрами, наведеними в прикладах 1–6.

Дані, що характеризують досягнення технічного результату за заявленим способом в порівнянні зі способом-прототипом, наведені в таблиці 3.

Таблиця 3

Найменування показника	За заявленим способом		За способом-прототипом	
	спирт	горілка	спирт	горілка
1	2	3	4	5
Проба на окислюваність при 20°C, хв	45	19	26	15
Об'ємна частка метилового спирту, в перерахунку на безводний спирт, %	0,021	0,019	0,026	0,022
Масова концентрація сивушного масла, в перерахунку на суміш ізоамілового та ізобутилового спиртів (3 1), в безводному спирті, мг/дм ³	2,3	2,6	4,0	2,8

1	2	3	4	5
Масова концентрація альдегідів, в перерахунку на оцтовий, в безводному спирті, мг/дм ³	2,1	0,9	2,3	1,2
Масова концентрація ефірів, в перерахунку на оцтово-етиловий, в безводному спирті, мг/дм ³	8,9	23,6	13,1	25,1
Масова концентрація вільних кислот (без CO ₂) в безводному спирті, мг/дм ³	3,8	–	4,7	–
Дегустаційна оцінка, бали	9,6	9,5	9,2	9,1

Як видно з показників, наведених в таблиці 3 за відомим способом і за заявленим, спирт та горілка відповідають стандартам, але вміст

шкідливих домішок за запропонованим способом нижче, 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

24780