



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **114210** (13) **C2**
(51) МПК

C12G 3/07 (2006.01)

C12H 1/22 (2006.01)

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

<p>(21) Номер заявки: а 2015 05683</p> <p>(22) Дата подання заявки: 09.06.2015</p> <p>(24) Дата, з якої є чинними права на винахід: 10.05.2017</p> <p>(41) Публікація відомостей про заявку: 25.12.2015, Бюл.№ 24</p> <p>(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 10.05.2017, Бюл.№ 9</p>	<p>(72) Винахідник(и): Кузьмін Олег Володимирович (UA), Мирончук Валерій Григорович (UA), Топольник Віра Григорівна (UA), Шендрік Тетяна Георгіївна (UA), Тамаркіна Юлія Володимирівна (UA)</p> <p>(73) Власник(и): НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ХАРЧОВИХ ТЕХНОЛОГІЙ, вул. Володимирська, 68, м. Київ-33, 01601 (UA)</p> <p>(56) Перелік документів, взятих до уваги експертизою: UA 58648 A, 15.08.2003 US 2004/0096568 A1, 20.05.2004 AM 2750 A, 25.06.2013, реферат LV 11627 B, 20.04.1997 UA 8046 U, 15.07.2005 UA 7012 U, 15.06.2005 RU 2359997 C1, 27.06.2009 FR 2864965 A1, 15.07.2005</p>
--	---

(54) СПОСІБ ВИРОБНИЦТВА КОНЬЯКУ

(57) Реферат:

Винахід належить до способу виробництва коньяку, що включає попередню витримку коньячного спирту у присутності подрібненої світлої, яка є натуральною, та темної, що є термообробленою, деревини дуба у співвідношенні від 1:5 до 5:1 дозою від 0,1 до 10 г/дм³, відокремлення її та подальшу витримку спирту у бочці, купажування, обробку, фільтрування, відпочинок та розлив у пляшки, причому як темну термооброблену подрібнену деревину дуба використовують піролізовані деревні відходи, що є продуктами переробки дубової тріски розміром 6×12×3 мм з початковою вологістю 8-12 %, яку звожують до 35-65 %, піролізують при температурі 300-500 °С протягом 0,5-48,0 год. та отримують піролізат з коефіцієнтом виходу 30-40 %, який послідовно обробляють водними розчинами з рівнем рН 2,0-3,0, 9,5-11,0, 6,5-7,5, протягом 5-10 хв. кожним, потім висушують протягом 2-3 тижнів на відкритому повітрі та досушують при температурі 100-110 °С до вологості 4-8 %, та фракціонують на ситах з відбором робочої фракції на ситі з отворами діаметром 5 мм.

UA 114210 C2

Винахід належить до виноробної промисловості, а саме до виробництва коньяку.

За найближчий аналог (прототип) прийнятий спосіб виробництва коньяку (Патент України № 58648, МПК C12G 3/07, C12H 1/02, опубл. 15.08.2003, Бюл. № 8), що включає попередню витримку молодого коньячного спирту у присутності подрібненої деревини дуба, відокремлення її та подальшу витримку спирту у бочці, після цього операції, які передбачені технологією виробництва коньяку - купажування, при необхідності - обробку, фільтрування, відпочинок та розлив у пляшки, як подрібнена деревина дуба використовується попередньо оброблена подрібнена деревина дуба двох типів: натуральна (світла), оброблена ферментними препаратами цитолітичної дії, висушена при температурі 75-108 °С протягом 10-15 год. до кінцевої вологості не більше 10 ± 2 %, та термооброблена (темна), оброблена ферментними препаратами цитолітичної дії, висушена при температурі 150-170 °С протягом 24-36 год. до кінцевої вологості не більше 6 ± 2 %, як окремо, так і у співвідношенні від 1:5 до 5:1 дозою від 0,1 до 10 г/дм³.

Даний спосіб має такі недоліки: складність отримання термообробленої (темної) деревини дуба, яка передбачає сушіння деревини при високих температурах, що призводить до збільшення енергоємності процесу підготовки деревини та підвищення собівартості готової продукції.

В основу винаходу поставлена задача створення способу виробництва коньяку при застосуванні спеціально підготовлених піролізованих деревних відходів із дуба для прискорення процесу дозрівання коньячних спиртів, зменшення енергоємності процесу підготовки деревини та зниження собівартості готової продукції.

Поставлена задача вирішується тим, що у способі виробництва коньяку, який передбачає попередню витримку коньячного спирту у присутності подрібненої деревини дуба двох типів: натуральної (світлої) та термообробленої (темної) як окремо, так і у співвідношенні від 1:5 до 5:1 дозою від 0,1 до 10 г/дм³, відокремлення її та подальшу витримку спирту у бочці, після цього операції, які передбачені технологією виробництва коньяку - купажування, при необхідності - обробку, фільтрування, відпочинок та розлив у пляшки, причому замість термообробленої (темної) подрібненої деревини дуба використовують спеціально підготовлені піролізовані деревні відходи - продукти переробки дубової тріски розміром 6×12×3 мм з початковою вологістю 8-12 %, яку зволожують до 35-65 % та піролізують при температурі 300-500 °С протягом 0,5-48,0 год., отриманий піролізат з коефіцієнтом виходу 30-40 % послідовно обробляють водними розчинами з рівнем рН 2,0-3,0, 9,5-11,0, 6,5-7,5, протягом 5-10 хв. кожну, потім висушують протягом 2-3 тижнів на відкритому повітрі та досушують при температурі 100-110 °С до вологості 4-8 %, та фракціонують на ситах з відбором робочої фракції на ситі з отворами діаметром 5 мм.

Причинно-наслідковий зв'язок між запропонованими ознаками і очікуваним технічним результатом полягає у наступному.

Утворення піролізованих деревних відходів в процесі генерування повітряно-димової суміші при обсмажуванні з димом та копченні передбачає використання деревної тріски твердолистяних порід, а також кісточкові породи. Одною з найбільш поширених порід є дуб, який позитивно впливає на склад та концентрацію активних копильних агентів при димному копченні та призводить до зниження смолоутворення та підвищення органолептичних показників м'ясних, ковбасних виробів, сиру, риби та інших харчових продуктів, з отриманням піролізованих деревних відходів при неповному згоранні деревини.

Тріску отримують подрібненням деревини у формі косокутних паралелепіпедів з гострим кутом у діапазоні 30-60°, заданих розмірів фракцій: великого розміру - 6×12×3 мм; середнього розміру - 4×6×3 мм; дрібного розміру - 1-3 мм; дуже дрібного розміру 0,3-1 мм. Використання технологічної тріски великого розміру фракцій 6×12×3 мм, з масовою часткою залишку тріски на ситах з отворами діаметром 30 мм - не більше 3,0 %, 20 та 10 мм - не менше 86,0 %, 5 мм - не більше 10,0 %, на піддоні - не більше 1,0 %, позитивно впливає на утворення рідких і газоподібних речовин - 60-70 % при отриманні піролізованої тріски 30-40 %. Розмір фракцій тріски впливає на профіль її застосування, в залежності від температури копчення - холодного (6-22 °С), гарячого (30-50 °С), високотемпературного (80-100 °С), а також методу генерації повітряно-димової суміші за температурою піролізу - дим-тління (300-500 °С); дим-тертя (320-380 °С); дим-конденсат (320-380 °С); дим-дистиллят (від 300 °С).

Дим-тління - найбільш поширений метод генерації повітряно-димової суміші, яка утворюється при безполуменовому спалюванні товстого шару тріски з початковою масовою часткою вологості 8-12 %, зволоженої перед піролізом питною водою за ГОСТ 2874-82 до величини 35-65 %, при температурі піролізу 300-500 °С, при подачі невеликої кількості повітря та постійному перемішуванні.

Тріска повинна мати початкову вологість 8-12 %, тому що при вологості більше 12 % у деревині утворюється патогенна мікрофлора та продукти її метаболізму, а використання тріски з вологістю менше 8 % економічно недоцільно, що призводить до додаткових енергозатрат при її сушінні та зберіганні.

5 Перед піролізом тріску зволожують питною водою до 35-65 %. При вологості більше ніж 65 % відбувається зниження масової концентрації фенолів та збільшення масової концентрації альдегідів і кислот у повітряно-димової суміші, які призводять до появи кислуватого присмаку у готовому продукті. При вологості тріски менше ніж 35 % відбувається низьке димоутворення при одночасному збільшенні температури піролізу.

10 Нагрівання деревини до температури вище 300 °C призводить до її руйнування - піролізу. При температурі тління нижче 350 °C у складі диму недостатньо виділяється фенолів та альдегідів, що призводять до слабо вираженого смаку, аромату та кольору продуктів після копчення.

15 Температура тління більше 500 °C призводить до розпаду копильних речовин, збільшення вмісту 3,4-бензпірену, що спотворює смак і запах готового виробу, а також призводить до токсикологічної небезпеки. Тому температура тління повинна підтримуватися на рівні 300-500 °C.

20 Подача повітря призводить до збільшення продуктів горіння та взагалі до поліпшенню смаку кінцевого продукту, а відсутність перемішування тріски при піролізі призводить до ущільнення поверхневого шару піролізату та нерегульованому температурному режиму всередині; в результаті може виникнути вогнища відкритого полум'я з температурою до 1000 °C.

25 Час піролізу деревної тріски залежить від умов термічної обробки м'ясних, ковбасних виробів, сиру, риби та інших харчових продуктів, які завдяки обсмажуванню з димом або копченню тривають протягом 0,5-48,0 год. Так варені ковбасні вироби обсмажують з димом впродовж 30-70 хв. (ТУ У 15.1-31406979-001-2002), а сирокочені та сиро в'ялені ковбасні вироби копять впродовж 1-2 діб (ТУ У 15.1-31406979-003-2003).

30 Тому в якості сировини використовують піролізовані деревні відходи - продукти переробки дубової тріски з розміром фракцій 6×12×3 мм при початковій вологості 8-12 %, яку додатково зволожують питною водою до 35-65 %, піролізують при температурі 300-500 °C протягом 0,5-48,0 год. та отримують піролізат з коефіцієнтом виходу 30-40 %, а також рідкі і газоподібні речовини при генеруванні повітряно-димової суміші для копчення та обсмажування з димом харчових продуктів - 60-70 %.

35 Підготовку піролізованих деревних відходів починають з того, що піролізат з підвищеною вологістю (35-65 %), яка може призвести до появи патогенної мікрофлори та продуктів її метаболізму, перед сушінням обробляють водним розчином з рівнем рН 2,0-3,0 (сильно кисле середовище) протягом 5-10 хв., а потім для нейтралізації кислого середовища обробляють водним розчином з рівнем рН 9,5-11,0 (сильно лугове середовище) протягом 5-10 хв., для вирівнювання рівня рН промивають підготовленою водою з рівнем рН 6,5-7,5 (нейтральне середовище) протягом 5-10 хв. Отриманий піролізат просушують протягом 2-3 тижнів на відкритому повітрі з подальшим сушінням при температурі 100-110 °C до повітряно-сухого стану з вологістю 4-8 %. Визначають фракційний склад завдяки масової долі залишку на ситах із отворами діаметром: 5,00 мм - не менше 60 %; 3,60 мм - не менше 20 %; 1,00 мм - не більше 15 %; на піддоні - не більше 5 %.

45 З використанням найменших часток піролізату - фракцій діаметром $d < 3,60$ мм у технології виробництва коньячних спиртів існують певні труднощі, - пилоподібна структура піролізату ускладнює процес фільтрування, тому унеможлиблює використання цих фракцій. Використання середніх фракцій з діаметром $5,00 > d \geq 3,60$ мм також унеможлиблює їх використання, тому що в структурі піролізату деревних часток, які беруть участь в екстракції - до 10 %, при цьому повністю піролізованих часток, які беруть участь в окислювально-відновних реакціях та адсорбції - до 90 %. Використання фракцій з діаметром $d < 5,00$ мм може бути перспективним при виробництві пористих вуглецевих матеріалів та активного вугілля із піролізованих деревних відходів.

50 Використання найбільших часток - фракцій з діаметром $d > 5,00$ мм з масовою часткою залишку на ситах - від 60 % перспективно у виноробній промисловості, а саме у технології виробництва коньяку. В структурі піролізованої тріски деревних часток, які беруть участь в екстракції - до 60 %, при цьому повністю піролізованих часток, які беруть участь в окислювально-відновних реакціях та адсорбції до 40 %. Її слід використовувати одноразово, тому що після першої закладки коньячних спиртів відбувається збіднення її поверхневого шару ароматичними та фенольними речовинами, тому подальше використання тріски стає неефективним. У порівнянні із традиційною технологією витримки коньячних спиртів у дубовій

тарі або емальованих цистернах з дубовими клепами, а також при використанні подрібненої деревини дуба у вигляді мікроклепки, тріски, стружки, які використовуються багаторазово, піролізовану тріску можна використовувати тільки як додаткову сировину при відокремленні від основної сировини. Підприємство індивідуально підбирає співвідношення піролізованої тріски до деревної тріски при поліпшенні органолептичних показників та стабілізації фізико-хімічних показників готової продукції.

Таким чином, сукупність запропонованих ознак дозволяє забезпечити в повному об'ємі очікуваний технічний результат.

Запропонований спосіб здійснюється таким чином.

У резервуар (бочку) з коньячним спиртом вносять натуральну (світлу) подрібнену деревину дуба та спеціально підготовлені піролізовані деревні відходи (продукти переробки дубової тріски розміром 6×12×3 мм при початковій вологості 8-12 %, яку додатково зволожують питною водою до 35-65 %, піролізують при температурі 300-500 °С протягом 0,5-48,0 год. та отримують піролізат з коефіцієнтом виходу 30-40 %, далі проводять послідовну обробку піролізату водними розчинами з рівнем рН 2,0-3,0, 9,5-11,0, 6,5-7,5, протягом 5-10 хв. кожену, при цьому сушіння проводять впродовж 2-3 тижнів на відкритому повітрі при подальшому досушуванні з температурою 100-110 °С до повітряно-сухого стану з вологістю піролізату 4-8 %, а фракціонування піролізованої тріски проводять з відбором робочої фракції на ситі з отворами діаметром 5 мм) як окремо, так і у співвідношенні від 1:5 до 5:1 дозою від 0,1 до 10 г/дм³, які витримують впродовж певного часу, після чого їх відокремлюють при подальшій витримки спирту у резервуарі (бочці), після цього проводять операції, які передбачені технологією виробництва коньяку - купажування, при необхідності - обробку, фільтрування, відпочинок та розлив у пляшки.

Приклад здійснення способу.

Піролізовані деревні відходи отримують в процесі виробництва напівкопчених ковбасних виробів (ТУ У 15.1-31406979-002-2002) після обсмажування з димом при температурі 70 °С впродовж 60 хв. та копчення при температурі 50 °С впродовж 368 хв. Піроліз проводять при температурі 360 °С впродовж 428 хв. В якості сировини використовують дубову тріску (6*12*3 мм) з масовою часткою залишку на ситах з отворами діаметром: 30 мм - 0,8 %, 20 мм - 14 %, 10 мм - 80 %, 5 мм - 4,9 %, на піддоні - 0,3 %, з масовою часткою вологи 9,42 %, яку додатково зволожують питною водою до 49,08 %. Після піролізу отримують піролізат з масовою часткою вологи 43,01 % та коефіцієнтом виходу 38,3 %, який обробляють водним розчином з рівнем рН=2,4 впродовж 5 хв., нейтралізують водним розчином з рівнем рН=9,84 впродовж 5 хв., відмивають водним розчином з рівнем рН=6,91 впродовж 5 хв. Піролізат з масовою часткою вологи 63,50 % висушують протягом 2 тижнів на відкритому повітрі, а потім - у сушарній шафі при 100 °С до повітряно-сухого стану з масовою часткою вологи - 6,58 %. Фракціонують піролізат на ситах з отворами діаметром із масовою часткою залишку: 5,00 мм - 63,8 %; 3,60 мм - 20,8 %; 1,00 мм - 11,9 %; на піддоні - 3,5 % та проводять відбір робочої фракції з діаметром 5,00-63,8 %.

У дубову бочку з молодим коньячним спиртом віком 1 рік вносять натуральну (світлу) подрібнену деревину дуба та спеціально підготовлені піролізовані деревні відходи з дуба у співвідношенні 1:5 дозою 5,0 г/дм³, які витримують протягом 6 місяців, по закінченні цього терміну подрібнену деревину дуба та піролізовані деревні відходи відокремлюють від коньячного спирту, отриманий спирт залишають на подальшу витримку та проводять операції, які передбачені технологією виробництва коньяку - купажування, при необхідності - обробка, фільтрування, відпочинок та розлив у пляшки.

Спосіб виробництва коньяку при застосуванні спеціально підготовлених піролізованих деревних відходів із дуба дозволяє прискорити процес дозрівання коньячних спиртів, зменшити енергоємність процесу підготовки деревини та знизити собівартість готової продукції.

ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

Спосіб виробництва коньяку, що включає попередню витримку коньячного спирту у присутності подрібненої світлої, яка є натуральною, та темної, що є термообробленою, деревини дуба у співвідношенні від 1:5 до 5:1 дозою від 0,1 до 10 г/дм³, відокремлення її та подальшу витримку спирту у бочці, купажування, обробку, фільтрування, відпочинок та розлив у пляшки, який **відрізняється** тим, що як темну термооброблену подрібнену деревину дуба використовують піролізовані деревні відходи, що є продуктами переробки дубової тріски розміром 6×12×3 мм з початковою вологістю 8-12 %, яку зволожують до 35-65 %, піролізують при температурі 300-500 °С протягом 0,5-48,0 год. та отримують піролізат з коефіцієнтом виходу 30-40 %, який

послідовно обробляють водними розчинами з рівнем рН 2,0-3,0, 9,5-11,0, 6,5-7,5, протягом 5-10 хв. кожним, потім висушують протягом 2-3 тижнів на відкритому повітрі та досушують при температурі 100-110 °С до вологості 4-8 %, та фракціонують на ситах з відбором робочої фракції на ситі з отворами діаметром 5 мм.

5

Комп'ютерна верстка О. Рябко

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Василя Липківського, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут інтелектуальної власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601