



УКРАЇНА

(19) (UA)

(11) 52562 A

(51) 7 C12H1/04

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І
НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

Деклараційний патент на винахід

видано відповідно до Закону України
"Про охорону прав на винаходи і корисні моделі"

Голова Державного Департаменту
інтелектуальної власності

М. Паладій

(21) 2002119014
(22) 12.11.2002
(24) 16.12.2002
(46) 16.12.2002. Бюл. № 12

(72) Мельник Людмила Миколаївна, Мельник Юрій Володимирович, Манк Валерій
Веніамінович, Маринченко Віктор Опанасович, Пістелькорс Вікторія
Олександрівна, Марцік Ігор Іванович
(73) Національний університет харчових технологій

(54) СПОСІБ ОЧИЩЕННЯ ПРОМИСЛОВИХ ВОДНО-СПИРТОВИХ РОЗЧИНІВ



УКРАЇНА

(19) UA (11) 52562 (13) A

(51) 6 C12H1/04

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА ВИНАХІДвидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ОЧИЩЕННЯ ПРОМИСЛОВИХ ВОДНО-СПИРТОВИХ РОЗЧИНІВ

1

2

(21) 2002119014

(22) 12.11.2002

(24) 16.12.2002

(46) 16.12.2002, Бюл. № 12, 2002 р.

(72) Мельник Людмила Миколаївна, Мельник Юрій Володимирович, Манк Валерій Веніамінович, Маринченко Віктор Опанасович, Пістелькорс Вікторія Олександрівна, Марцік Ігор Іванович

(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ХАРЧОВИХ ТЕХНОЛОГІЙ

(57) Спосіб очищення промислових водно-спиртових розчинів, що передбачає адсорбцію сорбентом, який відрізняється тим, що як сорбент використовують палигорскіт в кількості 260-730 кг на 1000 дал для очищення водно-спиртових розчинів міцністю 30-80 об. %.

Спосіб відноситься до спиртової промисловості, а саме до очищення промислових водно-спиртових розчинів від домішок, які формують смак водно-спиртових розчинів і продуктів, що з них виробляються. А саме в лікєро-горілчаній галузі спосіб може бути використаний.

Відомі способи очищення спиртових розчинів активованим вугіллям (Деклараційний патент 35096A. Спосіб очищення висококонцентрованого водно-спиртового розчину. 6 С12Н1/04, опубл. 15.03.2001, Бюл. №2, 2001 р.; Деклараційний патент 35010A. Спосіб очистки водно-спиртового розчину 6 С/12Н 1/04 опубл. 15.03.2001, Бюл. №2, 2001р.).

Відомі способи передбачають використання активованого вугілля фільтросорб та сорбенту меланіну WS 121, які не забезпечують перелік вимог, які висуваються до водно-спиртових розчинів з метою їх подальшого використання для виробництва горілок, настоек.

Найближчим технічним рішенням до заявленого є спосіб очищення водно-спиртового розчину, який передбачає обробку його активованим вугіллям і фільтрацію через пісок (ТР У 18.5084-96. Технолігічний регламент на виробництво горілок і лікєро-горілчанних напоїв К.Концерн "Укрспірт. 1996р. - 328с. - прототип).

Відомі способи очистки водно-спиртових розчинів не забезпечують якісної їх очищення. Це зумовлено тим, що при використанні активованого вугілля відбуваються як сорбція, так і каталігічні процеси, які викликають появу додаткових домішок як головних груп так і хвостових. В кінцевому варіанті це погіршує смакові якості водно-спиртових розчинів і продуктів, які з них виробля-

ються.

В основу винаходу покладено завдання вдосконалити спосіб очищення водно-спиртових розчинів шляхом використання більш ефективного сорбційного матеріалу та технолігічних параметрів процесу.

Технігічний результат від реалізації винаходу полягає в суттєвому зниженні кількості небажаних домішок за рахунок активних сорбційних процесів та послаблення каталігічної активності сорбенту.

Поставлена задача досягається тим, що спосіб очистки промислових водно-спиртових розчинів передбачає адсорбцію сорбентом. Згідно винаходу як сорбент використовують палигорскіт в кількості 260-730кг на 1000дал для очищення водно-спиртових розчинів міцністю 30-80об.%.

Прийчинно-наслідковий зв'язок між запропонованими ознаками і технігічним результатом полягає в наступному.

Палигорскіт відноситься до шаруватострічкових мінералів, адсорбційні властивості якого визначаються з одного боку цеолігітними каналами розмірами 0,37x0,64 та 0,56x1,1нм (первісні пори), з другого, пористим простором комірок, в яких агрегуються гольчасті та волокністі частинки мінералів (вторинні пори). Поверхня і об'єм вторинних пор палигорскіта досить великі, що обумовлює його значну адсорбційну здатність по відношенню до небажаних домішок етілового спирту, а такими є альдегіди (уксусний, пропіоновий, масляний, ізовалеріановий), які навіть в концентрації від 0,1 до 1,0мг/дм³ або погіршують сенсорну оцінку спирту, або посилюють його неприємні відтінки. Наявність сивушного масла в концентрації до 4,0мг/дм³ надає спирту неприємні сивушні відтінки,

(13) A

(11) 52562

(19) UA

в присутність пропілового спирту в концентрації більший ніж 4 мг/дм^3 спонукає до появи в спирті солодкового аромату прілого сіна. Присутність складних ефірів в концентрації від $2,5$ до 30 мг/дм^3 спричиняє у спирті неприсмні відтінки запаху: смолисто-гнилоистий, мильний, прілий, кислотно-творожний і паленої резини.

Палигорскіт, як адсорбент, - це світло-сірі з чорними включеннями частинки неправильної форми густиною 2700 кг/м^3 , загального об'єму пор - $0,6 \cdot 10^{-3} \text{ м}^3/\text{кг}$, питомої поверхні $300 \text{ м}^2/\text{г}$, насипної густини 520 кг/м^3 .

Формула палигорскіта $(\text{Al}, \text{Mg})_{2,3} \text{Si}_4\text{O}_{18,2} \text{Si}_4\text{O}_{18,2} \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. У ньому міститься наближено: Al - 5,9%, Ca - 0,6%, CaO - 0,7%, Fe - 4,6%, K - 0,75%, Mg - 3,3%, Si - 27,3%, H_2O - 18%.

При контакті палигорскіта зі спиртовим розчином мають місце також сорбційні та каталітичні процеси. До каталітичних відносяться процеси окислення вищих спиртів до альдегідів, які в свою чергу розкладаються до кислот і далі - до ненасичених сполук. На поверхні палигорскіту мають місце реакції етерифікації, внаслідок яких утворюються складні ефіри.

Поява додаткових груп домішок може негативно вплинути на якість готового продукту. Тому треба підібрати такі технологічні параметри очищення спиртових розчинів палигорскітом, щоб каталітичні процеси були зведені до мінімуму.

Сорбційні процеси включають адсорбцію альдегідів, складних ефірів, сивушних масел. Задача повного видалення домішок з етилового спирту не стоїть перед спиртовою промисловістю. Вважається, що домішки в обмежених кількостях формують приємний звичний смак і аромат готового

продукту. Так оцтова кислота в невеликих кількостях надає спирту приємного присмаку, вугільна кислота пом'якшує смак. Енантовий альдегід сприяє появі приємного аромату, мурашиноетиловий і оцтоетиловий ефіри в невеликих кількостях пом'якшують смак спирту.

Палигорскіт має більш високі сорбційні властивості до вищих спиртів та альдегідів, ніж активоване вугілля Фільтросорб та меланін WS 121.

Тому цим пояснюється доцільність використання палигорскіту для очищення спиртових розчинів і продуктів, що з нього виробляють ефективним є застосування природного адсорбенту палигорскіту. Великі поклади палигорскітів є в

Черкаській області. Вартість цього адсорбента низька, що підсилює доцільність його використання. Палигорскіт поглинає від 30 до 50% небажаних домішок у водно-спиртових розчинах, підвищуючи дегустаційну оцінку на 2 бала.

Проведені нами дослідження показали. Що аалигорскіт, який має об'єм пор $0,4 \text{ м}^3/\text{г}$ і питомої поверхню близько $300 \text{ м}^2/\text{г}$, вилучає зі спиртового розчину вищі спирти, ефіри, альдегіди. При дисперсності робочої фракції від 0,5 до 2 мм палигорскіту ущільнюється, що викликає зниження продуктивності апарату (адсорберу $h=2000 \text{ мм}$, $d=330 \text{ мм}$), в якому відбувається очищення, та збільшується час контакту адсорбату (етилового спирту) з адсорбентом. Оптимальні технологічні параметри процесу адсорбції в сукупності з робочою фракцією палигорскіту та низькою його вартістю дозволили досягти технічного результату винаходу.

Спосіб полягає у наступному.

Очищення сортівок палигорскітом здійснюють динамічним способом таким чином: водно-спиртовий розчин з напірної ємкості самопливом надходить у верхню частину адсорбер, заповненого адсорбентом палигорскітом. Очищений водно-спиртовий розчин накопичується у збірнику.

Процес адсорбції молекул вуглеводнів здійснюється, в основному, на зовнішній поверхні адсорбента або в гирлах деяких цеолітних каналів із-за високих енергетичних і геометричних бар'єрів в структурі палигорскіту. Адсорбційні властивості палигорскіта по відношенню до неполярних адсорбатів визначаються головним чином його дисперсністю і особливостями його субмікроскопічної структури.

Запропонований спосіб очищення водно-спиртового розчину ілюструється прикладами.

Водно-спиртові розчини концентраціями 30-85 об.%, з напірної ємкості надходять на фільтрацію через пісочний фільтр у адсорбер, заповнений палигорскітом. Очищені водно-спиртові розчини направляються в збірник, в який додають передбачені інструкцією компоненти для отримання готового продукту - горілки, настоек.

Результати хроматографічного аналізу проб водно-спиртових розчинів, очищених палигорскітом, показали зниження вмісту вищих спиртів, альдегідів, складних ефірів та підвищення дегустаційної оцінки.

Таблиця

№ прикладу	Показники		Висновки
	Кількість полигорскіту кг/дал	Концентрація розчину, об. %	
1	0,26	30	Хороше очищення
2	0,27	40	Дуже добре очищення
3	0,35	50	Повільне очищення
4	0,7	80	Незначне очищення
5	0,73	85	Незначне очищення

Результати досліджень, занесені в таблицю, свідчать, що найефективніше очищення відбува-

ється при концентрації розчину 30-40 об.%, що пояснюється більшою активністю води в області ни-

жчих концентрацій водно-спиртових розчинів. В області високих концентрацій молекули домішок міцно утримуються етанолом і активність води при цьому дуже низька.