



УКРАЇНА

(19) UA (11) 49414 (13) A

(51) B C 12H1/04

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ**ОПИС**
ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА ВИНАХІДВидається під
відповідальність
власника
патенту**(54) СПОСІБ ОЧИЩЕННЯ ВОДНО-СПИРТОВОГО РОЗЧИНУ**

1

2

(21) 2001128255

(22) 03 12 2001

(24) 16 09 2002

(46) 16 09 2002, Бюл. № 9, 2002 р.

(72) Ковальчук Володимир Петрович, Олійничук Сергій Тимофійович, Олійник Світлана Іванівна, Резвіна Лариса Миколаївна, Опанасюк Тетяна Іванівна, Шавров Олександр Анатолійович

(73) УКРАЇНСЬКИЙ НАУКОВО-ДОСЛІДНИЙ ІНСТИТУТ СПИРТУ І БІОТЕХНОЛОГІЇ ПРОДОВОЛЬЧИХ ПРОДУКТІВ

(57) Спосіб очищення водно-спиртового розчину,

що включає попереднє фільтрування, сорбційне очищення та кінцеве фільтрування, який відрізняється тим, що сорбційне очищення здійснюють вуглецевим адсорбентом Silcarbon K 48 Aktivkohle з дисперсністю робочої фракції 250-1000 м¹, загальним питомим об'ємом пор 0,1-3,0 см³/г, з кількістю поверхневих основних оксидів 0,1-2,5 ммоль/дм³ та поверхневих кислотних оксидів 0,1-1,5 ммоль/дм³ при інтенсивності потоку водно-спиртового розчину 0,1-5,0 м³/(м²год), при цьому вуглецевий адсорбент додатково модифікують хімічними реагентами

Винахід відноситься до харчової промисловості, зокрема до лікєро-горілчаної галузі і може бути використаний для очищення водно-спиртового розчину при виробництві горілок і лікєро-горілчаних напоїв

Відомі способи очищення водно-спиртового розчину адсорбентом -модифікованим крохмалем (Патент 2159278 Спосіб виробництва водки особою, МПК⁷ C12G 3/06, опубл. 20 11 2000, Патент 2160773 Спосіб виробництва водки особою, МПК⁷ C12G 3/06, опубл. 20 12 2000, Патент 2161647 Спосіб виробництва водки, МПК⁷ C12G 3/06, опубл. 10 01 2001, Патент 2115713 Спосіб виробництва водки особою "Хрустальна корона" МПК⁶ C12G 3/06, опубл. 20 07 98) Використання адсорбенту -модифікованого крохмалю не забезпечує належного очищення водно-спиртового розчину зменшення домішок сивушного масла, метанолу в останньому. Внаслідок цього не спостерігається підвищення якості цільового продукту та покращання його дегустаційних показників

Найбільш близьким до заявленого технічного рішення є спосіб очищення водно-спиртового розчину, який передбачає механічне фільтрування до та після сорбційного очищення адсорбентом марки БАУ-А (Патент 2186538 Спосіб виробництва водки особою МПК⁷ C12G 3/06, опубл. 20 06 1999) (Прототип)

Причиною, що перешкоджає досягненню технічного результату, є низькі сорбційні властивості і

механічна міцність, висока зольність з одночасно високими каталітичними властивостями адсорбенту БАУ-А, що призводить до окислення вищих спиртів до альдегідів з наступним окисленням їх до кислот. При очищенні водно-спиртового розчину наведеним вище способом не забезпечується сорбція шкідливих домішок сивушного масла і метанолу, крім того у водно-спиртовий розчин надходить частина органічних домішок самого адсорбенту, внаслідок чого погіршується якість цільового продукту. Дегустаційна оцінка водно-спиртового розчину, очищеного вищевказаним сорбентом, підвищується незначно (на 0,1 - 0,15) бали

Крім того, в процесі очищення водно-спиртового розчину адсорбентом БАУ-А відбувається стирання останнього, внаслідок чого в водно-спиртовий розчин попадають дрібні частки адсорбенту, що негативно впливає на органолептичну оцінку напоїв

В основу винаходу поставлено задачу вдосконалення способу очищення водно-спиртового розчину шляхом використання більш ефективного адсорбенту та запропонованих характеристик його

Технічний результат від реалізації винаходу полягає у суттєвому зниженні вмісту шкідливих домішок в готовому продукті за рахунок підсилення сорбційних процесів та зниженої каталітичної активності адсорбенту, підвищення інтенсифікації

(13) A
(11) 49414
(19) UA

процесу

Споживчими властивостями, пов'язаними з технічним результатом, є підвищення якості цільового продукту - водно-спиртового розчину і як наслідок, виготовлених на його основі горілок, горілок особливих і лікєро-горілочаних напоїв

Досягається технічний результат тим, що у способі очищення водно-спиртового розчину, що передбачає попереднє фільтрування, сорбційне очищення та кінцеве фільтрування, сорбційне очищення здійснюють вуглецевим адсорбентом Silcarbon K 48 Aktivkohle з дисперсністю робочої фракції 250 - 1000 м¹, загальним питомим об'ємом пор 0,1 - 3,0 см³/г, з кількістю поверхневих основних оксидів 0,1 - 2,5 ммоль/дм³ та поверхневих кислотних оксидів 0,1 - 1,5 ммоль/дм³ при інтенсивності потоку водно-спиртового розчину 0,1 - 5,0 м³/(м² · год), при цьому вуглецевий адсорбент додатково модифікують хімічними реагентами

Заявлені характеристики адсорбенту і параметри процесу встановлені експериментальним шляхом і є оптимальними для сорбційного очищення водно-спиртового розчину для лікєро-горілочаного виробництва

Саме використання вуглецевого адсорбента Silcarbon K 48 Aktivkohle з його властивостями і запропонованими характеристиками дозволяє інтенсифікувати технологічний процес і одночасно знизити шкідливі домішки в водно-спиртовому розчині, що використовують для приготування горілок, горілок особливих і лікєро-горілочаних напоїв

Вуглецевий адсорбент Silcarbon K 48 Aktivkohle має широку мікро-, мезо- та макропористу структуру, яка забезпечує поглинання високо- та низькомолекулярних органічних сполук, добре поглинає воду, має низьку зольність (не більше 2%), механічну міцність не менше 98%, реактивується з втратою маси 5 - 10%, має невисоку каталітичну активність, що не призводить до збільшення вмісту альдегідів у розчині і є позитивним Також має високі сорбційні характеристики, що забезпечує зниження вмісту альдегідів, сивушного масла, метанолу, ненасичених сполук, підвищення показника окислюваності водно-спиртового розчину, і як результат - поліпшення смаку і аромату горілок, горілок особливих і лікєро-горілочаних напоїв

При дисперсності робочої фракції більше 1000 м¹ адсорбент ущільнюється, зростає гідродинамічний опір шару та знижується продуктивність процесу При дисперсності робочої фракції менше 250 м¹ погіршується ступінь очищення водно-спиртового розчину не спостерігається зменшення масової концентрації сивушного масла, метанолу, не покращується показник окислюваності Вуглецевий адсорбент з загальним об'ємом пор менше 0,1 см³/г не містить достатньої кількості сорбційних пор, необхідних для сорбції домішок, тому він не ефективний Вуглецевий адсорбент з загальним об'ємом пор більше 3,0 см³/г вилучає з розчину сивушне масло та метанол, але призводить до накопичення альдегідів, складних ефірів та сильного окислення спирту Вуглецевий адсорбент з кількістю поверхневих основних оксидів

менше 0,1 ммоль/дм³ та поверхневих кислотних оксидів менше 0,1 ммоль/дм³ не достатньо сорбує з водно-спиртового розчину домішки сивушного масла, метанолу, недостатньо підвищується окислюваність, що негативно впливає на дегустаційну оцінку напою Адсорбент з кількістю поверхневих основних оксидів більше 2,5 ммоль/дм³ та поверхневих кислотних оксидів більше 1,5 ммоль/дм³ сорбує з водно-спиртового розчину домішки сивушного масла, метанолу, але при цьому збільшується масова концентрація альдегідів та складних ефірів, зменшується окислюваність і як наслідок - знижується дегустаційна оцінка очищеного водно-спиртового розчину При інтенсивності потоку водно-спиртового розчину менше 0,1 м³/(м² · год) з останнього сорбуються домішки сивушного масла і метанолу, але при цьому значно збільшується масова концентрація альдегідів та складних ефірів, що негативно впливає на якість готового продукту При інтенсивності потоку водно-спиртового розчину більше 5 м³/(м² · год) з водно-спиртового розчину не сорбуються домішки сивушного масла, метанолу, не підвищується окислюваність та дегустаційна оцінка напою

Вуглецевий адсорбент попередньо піддають паровій активації та додатково обробляють хімічними реагентами Завдяки чому досягаються вище приведені характеристики сорбенту

Запропонований спосіб здійснюють таким чином

Водно-спиртовий розчин подають в напірний збірник, а звідти його потік самопливом надходить на фільтр попереднього фільтрування Після попереднього фільтрування водно-спиртовий розчин надходить в нижню частину вугільної колонки (одну або декілька послідовно з'єднаних), заповненої вуглецевим адсорбентом Вуглецевий адсорбент попередньо піддають паровій активації та додатково обробляють хімічними реагентами розчином соляної кислоти концентрацією 0,01 - 0,5% при інтенсивності потоку 0,1 - 30 м³/(м² · год) та розчином перманганату калію концентрацією 0,01 - 0,1% при інтенсивності потоку 0,5 - 20 м³/(м² · год) Проїшовши через шар вуглецевого адсорбенту з дисперсністю робочої фракції 250 - 1000 м¹, загальним питомим об'ємом пор 0,1 - 3,0 см³/г, з кількістю поверхневих основних оксидів 0,1 - 2,5 ммоль/дм³ та поверхневих кислотних оксидів 0,1 - 1,5 ммоль/дм³ при інтенсивності потоку водно-спиртового розчину 0,1 - 5 м³/(м² · год), очищений водно-спиртовий розчин під тиском стовпа рідини надходить в верхню частину фільтра остаточного фільтрування, а далі в збірник В процесі очищення в водно-спиртовому розчині знижується вміст ненасичених сполук, сивушного масла, метанолу, підвищується показник окислюваності та дегустаційна оцінка готового продукту

Запропонований спосіб очищення водно-спиртового розчину ілюструється такими прикладами

Приклад 1 Очищення водно-спиртового розчину - сортировки з одержанням горілки міцністю 56%

Водно-спиртовий розчин подають в напірний збірник, а звідти його потік самопливом надходить

на фільтр попереднього фільтрування - мембранний фільтр Після мембранного фільтра водно-спиртовий розчин надходить в нижню частину вугільної колонки, заповненої вуглецевим адсорбентом Silcarbon K 48 Aktivkohle з дисперсністю робочої фракції 500м^1 , загальним питомим об'ємом пор $0,35\text{см}^3/\text{г}$, з кількістю поверхневих основних оксидів $0,95\text{ммоль}/\text{дм}^3$ та поверхневих кислотних оксидів $0,15\text{ммоль}/\text{дм}^3$, при цьому вуглецевий адсорбент піддають паровій активації та додатково обробляють хімічними реагентами розчином соляної кислоти концентрацією $0,02\%$ при інтенсивності потоку $5\text{м}^3/(\text{м}^2 \cdot \text{год})$ та розчином перманганату калію концентрацією $0,06\%$ при швидкості оброблення $10\text{м}^3/(\text{м}^2 \cdot \text{год})$ до досягнення вище приведених характеристик адсорбенту Інтенсивність потоку водно-спиртового $0,3\text{м}^3/(\text{м}^2 \cdot \text{год})$ Очищений водно-спиртовий розчин виходить з верхньої частини вугільної колонки і під тиском стовпа рідини надходить в верхню частину фільтра остаточного фільтрування - мембранний фільтр, а далі в збірник

Приклад 2 Очищення водно-спиртового розчину - сортировки з одержанням горілки міцністю 40%

Сортировку подають в напірний збірник насо-

сом, а звідти його потік самопливом надходить на фільтр попереднього фільтрування - механічний пісочний фільтр Після попереднього фільтрування водно-спиртовий розчин надходить в нижню частину вугільної колонки, заповненої вуглецевим адсорбентом Silcarbon K 48 Aktivkohle з дисперсністю робочої фракції 900м^1 , загальним питомим об'ємом пор $2,2\text{см}^3/\text{г}$, з кількістю поверхневих основних оксидів $2,0\text{ммоль}/\text{дм}^3$ та поверхневих кислотних оксидів $1,3\text{ммоль}/\text{дм}^3$, при цьому вуглецевий адсорбент попередньо піддають паровій активації та додатково обробляють хімічними реагентами розчином соляної кислоти концентрацією $0,4\%$ при інтенсивності потоку $18\text{м}^3/(\text{м}^2 \cdot \text{год})$ та розчином перманганату калію концентрацією $0,09\%$ при інтенсивності потоку $8\text{м}^3/(\text{м}^2 \cdot \text{год})$ Інтенсивність потоку водно-спиртового $4\text{м}^3/(\text{м}^2 \cdot \text{год})$ Водно-спиртовий розчин проходить крізь шар вуглецевого адсорбенту, виходить з верхньої частини вугільної колонки і під тиском стовпа рідини надходить в верхню частину фільтра остаточного фільтрування - мембранний фільтр, а далі в збірник готової продукції

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

Таблиця

Найменування показника	Водно-спиртовий розчин, очищений	
	за заявленим способом	за способом - прототипом
Проба на окислюваність, хв	24	14
Об'ємна частка метилового спирту в перерахунку на безводний спирт, %	0,001	0,002
Масова концентрація сивушного масла, в перерахунку на суміш ізоамілового та ізобутилового спиртів (3 1), в безводному спирті, $\text{мг}/\text{дм}^3$	1,2	1,5
Масова концентрація альдегідів, в перерахунку на оцтовий, в безводному спирті, $\text{мг}/\text{дм}^3$	2,2	2,9
Масова концентрація складних ефірів, в перерахунку на оцтово-етилловий в безводному спирті, $\text{мг}/\text{дм}^3$	1,2	2,5
Дегустаційна оцінка, бали	9,7	9,5

Як видно з даних таблиці водно-спиртовий розчин, очищений запропонованим способом, містить менше шкідливих домішок, ніж за відомим Це

позначається на якості і дегустаційній оцінці напоїв, виготовлених з використанням цього способу

ДП «Український інститут промислової власності» (Укрпатент)

вул. Сим'ї Хохлових, 15, м. Київ, 04119, Україна

(044) 456 – 20 – 90

ТОВ «Міжнародний науковий комітет»

вул. Артема, 77, м. Київ, 04050, Україна

(044) 216 – 32 – 71