



УКРАЇНА

(19) (UA)

(11) 60742 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) 2003021271
(22) 12.02.2003
(24) 15.10.2003
(46) 15.10.2003. Бюл.№ 10

-
- (72) Мельник Людмила Миколаївна, Манк Валерій Веніамінович, Маринченко Віктор Опанасович, Пістелькорс Вікторія Олександрівна, Марцін Ігорь Іванович, Ткачук Наталія Андріївна
(73) Національний університет харчових технологій

(54) СПОСІБ КОМБІНОВАНОГО АДСОРБЦІЙНОГО ОЧИЩЕННЯ ПРОМИСЛОВИХ ВОДНО-СПИРТОВИХ РОЗЧИНІВ



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 60742

(13) A

(51) 7 C12H1/04

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС

ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА ВИНАХІДвидається під
відповідальність
власника
патенту**(54) СПОСІБ КОМБІНОВАНОГО АДСОРБЦІЙНОГО ОЧИЩЕННЯ ПРОМИСЛОВИХ ВОДНО-СПИРТОВИХ РОЗЧИНІВ**

1

(21) 2003021271

(22) 12.02.2003

(24) 15.10.2003

(46) 15.10.2003, Бюл. № 10, 2003 р.

(72) Мельник Людмила Миколаївна, Манк Валерій
Веніамінович, Маринченко Віктор Опанасович,
Пістелькорс Вікторія Олександрівна, Марцін Ігорь
Іванович, Ткачук Наталія Андріївна

2

(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ХАРЧОВИХ
ТЕХНОЛОГІЙ(57) Спосіб комбінованого адсорбційного
очищення промислових водно-спиртових розчинів,
що передбачає адсорбцію домішок сорбентом,
який відрізняється тим, що як сорбент
використовується палигорскіт і активне вугілля
(1:1), поверхня яких попередньо піддається
вакуумуванню.

Спосіб відноситься до спиртової промисловості і може бути використаний в лікеро-горілчаній галузі.

Відомий спосіб очищення водно-спиртових розчинів активованим вугіллям (Деклараційний патент 3 5096 А Спосіб очищення висококонцентрованого водно-спиртового розчину. 6с12Н1/04, опубл. 15.03.2001, Бюл. №2, 2001р.)

Відомий спосіб очищення висококонцентрованого водно-спиртового розчину передбачає використання активованого вугілля фільтросорб, яке не забезпечує належної очистки промислових водно-спиртових розчинів.

Найближчим технічним рішенням до заявленого є спосіб очищення промислових водно-спиртових розчинів палигорскітом (Деклараційний патент №52562А, опубл. 16.12.2001, Бюл. №42., 2002р.).

Цей спосіб не забезпечує бажаного очищення промислових водно-спиртових розчинів, оскільки при очищенні цих розчинів палигорскітом при атмосферному тиску проходять як сорбційні так і каталітичні процеси. В промислових умовах слід вжити додаткових заходів, аби переважала адсорбція небажаних домішок етилового спирту над каталітичними процесами. Якщо каталіз буде домінуючим, то матиме місце протікання окислювальних процесів, реакцій етерифікації, в наслідок яких можна отримати велику кількість нових сполук, таких як ацетальдегід, етилен, диетиловий естер, етилацетат, уксусна кислота, дивеніл. Деякі реакції протікають з виділенням окису вуглецю і водню, які в свою чергу можуть

вступати у взаємодію, що завершується утворенням метанолу й ацетону. Швидкість і ємність адсорбції залежить від температури, тобто енергетичного стану молекул, що адсорбуються поверхнею сорбента. З підвищенням температури швидкість адсорбції знижується в результаті підвищення теплового руху молекул. З іншого боку, підвищення температури впливає на активність молекул, що спонукає до активізації сорбційних процесів з активною поверхнею адсорбента.

Новоутворені домішки етилового спирту, а їх понад 70, не покращують смакові властивості промислових водно-спиртових розчинів. Так укусний альдегід підсилює неприємні відтінки вихідного спирту, надаючи йому різкість і сухість. Пропіоновий, масляний, ізовалеріановий альдегіди надають етиловому спирту творожно-кислого, удушливого запаху з відтінком згірлого масла. Етиловий естер масляної кислоти, пропіловий естер мурашиної кислоти, пропіловий естер укусної кислоти надають спирту легкого винного аромату, маслянистого запаху, слабого фруктового цитрусового аромату з мильним відтінком. Пропіловий, ізобутиловий та ізомілоловий спирти вносять у спирт удушливий аромат, сладкуватий запах прілого зерна з поїтною різкістю, удушливий сивушний аромат. Укусна і масляна кислоти знижують якість спирту завдяки кисло-квітковому аромату і камфарно-мильному запаху.

Проте є домішки, такі як метиловий естер укусної кислоти та метиловий естер пропіонової

(13) A

(11) 60742

(19) UA

кислоти в концентраціях до 10 мг/дм^3 до деякої міри пом'якшують аромат і смак спирту і можуть спільно з іншими домішками брати участь у створенні букету спирту, суттєво його не міняючи, а тільки підсилюючи його позитивні відтінки, підкреслюючи його повноту і гармонійність. Домішки етилового спирту в загальній її масі набагато шкідливіші від етилового спирту. Численні дослідження показали, що домішки спирту окремо чи в сукупності зі спиртом є різної сили ядами, викликають значний п'який й оглушуючий стан, підсилюють вміст алкоголю в крові і повільно її руйнують.

В основу винаходу покладено завдання вдосконалення способу очищення промислових водно-спиртових розчинів шляхом використання ефективної комбінації сорбентів та використання ефективних способів ведення процесу, що знижує вміст небажаних домішок в промислових водно-спиртових розчинах, знижує масові витрати сорбентів.

Поставлена задача досягається тим, що спосіб комбінованого адсорбційного очищення промислових водно-спиртових розчинів передбачає адсорбцію домішок сорбентом, який відрізняється тим, що як сорбент використовується палигорскіт і активне вугілля (1:1), поверхня яких попередньо піддається вакуумуванню.

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

Палигорскіт - природний мінерал трьохмірної структури, яка захищає його від набухання. Оскільки розрив легко проходить вздовж Si - O - Si - зв'язків, то габітус кристалів стрічковий. Цеолітні канали поперечного перерізу $0,37 \times 0,64 \text{ нм}$ складають невелику частину стрічки. Першочергове значення має поверхня і їх розташування. Часом стрічки міцно об'єднуються між собою, утворюючи снопovidну форму. Пакуючись, стрічки утворюють пори різної форми і розміру, досягаючи $20,0 \text{ нм}$ - вторинні пори. Розміри поверхні адсорбції, по підрахункам Баррера і Маккензі складають близько $125 \text{ м}^2/\text{г}$. Між стрічками існують суттєві сили притягання, для їх розділення слід прикласти значні зусилля. Цеолітні канали палигорскіта доступні молекулам води, метанолу, аміаку, метиламіну. Вторинні пори палигорскіту проявляють високі адсорбційні властивості по відношенню до вуглеводів.

Для приготування горілок водно-спиртові розчини обробляють активним вугіллям (ГОСТ 6217-74), який надає горілці характерні смак і аромат. В адсорбційному очищенні водно-спиртових розчинів приймає участь зовнішня поверхня зерен вугілля і в незначній степені - внутрішня капілярна.

Однією з важливих характеристик якості

активного вугілля є структура його пористості. Пори, більші за 1000 нм - макропори; в основному виконують роль транспортних каналів. Мезопори ($30-100 \text{ нм}$) і мікропори (до 30 нм) адсорбують небажані домішки.

На поверхні активних вугілля знаходяться поверхні зв'язки окисли - активні центри, що використовуються для адсорбційного очищення водно-спиртових розчинів.

На основі отриманих нами експериментальних даних і літературних джерел встановлені оптимальні технологічні параметри взаємодії активних вугілля з промисловими водно-спиртовими розчинами, які обмежуються витратами адсорбенту $2-4 \text{ г}$ на 1 л розчину за $30-35$ хвилин. При меншій тривалості контакту вугілля використовується не повністю, при більшій - якість очищеного розчину погіршується, в наслідок появи домішок, що утворюють при каталізі.

Для підвищення адсорбційної здатності комбінованого адсорбенту, що складається з палигорскіту і активного вугілля (1:1) перед адсорбційним очищенням промислових водно-спиртових розчинів комбінований адсорбент піддавати вакуумуванню протягом $60-90$ хвилин. Під час вакуумування з каналів адсорбенту видаляється не тільки вода, а й повітря, що сприяє прискоренню протікання сорбційних процесів.

Спосіб полягає у наступному:

1. Очищення промислових водно-спиртових розчинів відбувається у заповнених активним вугіллям і палигорскітом адсорберах у співвідношенні (1:1). Промисловий водно-спиртовий розчин з напірної ємності надходить до верхнього (палигорскітового), а потім до вугільного адсорберів.

2. Очищення промислових водно-спиртових розчинів з використанням попереднього вакуумування поверхні адсорбентів здійснюється у двох адсорберах, послідовно з'єднаних між собою. Спочатку адсорбційне очищення здійснюється у адсорбері, заповненому палигорскітом, потім у вугільному адсорбері. Ефект очищення один і той же. Якщо виробничі площі дозволяють, то краще використовувати послідовно з'єднані адсорбери, тому, що таке технічне рішення краще для регенерації сорбентів.

Аналіз проб, очищених комбінованим способом промислових водно-спиртових розчинів із застосуванням попереднього вакуумування поверхні адсорбентів (табл.1), підтвердив високу якість отриманих промислових водно-спиртових розчинів, яка базується на низькому вмісті домішок етилового спирту (вищих спиртів адсорбується до 70% , альдегідів до 40% , естерів до 30%), високі дегустаційній оцінці, відсутності сторонніх запахів. При цьому економиться 50% адсорбентів.

Таблиця 1

Назва способу		Концентрація адсорбованих домішок спирту, мг/л				Вищих спиртів		Дегустаційна оцінка, бали
		альдегідів		естерів		C ₀	C _p	
		C ₀	C _p	C ₀	C _p			
очищення	Палигорскітом при розрідженні	2,43	0,976	4,9	2,02	4,03	2,74	9,5
	Активним вугіллям	2,43	2,0	4,9	4,2	4,03	3,6	9,4
	Палигорскітом активним вугілля (1:1) при розрідженні	2,43	1,02	4,9	2,12	4,03	3,1	9,6

C₀ - початкова концентрація домішок спирту у водно-спиртовому розчині, що піддається адсорбційному очищенню.

C_p - кінцева концентрація домішок спирту у водно-спиртовому розчині після адсорбційного очищення.

Результати досліджень, представлені в таблиці, свідчать про доцільність використання комбінованого способу очищення промислових водно-спиртових розчинів Палигорскітом і активним вугіллям (1:1) при попередньому вакуумуванні їх поверхні.