



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 44029

(13) A

(51) B C 12H1/04

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА ВІНАХІДВИДАЄТЬСЯ ПІД
ВІДПОВІДАЛЬНІСТЬ
ВЛАСНИКА
ПАТЕНТУ

(54) СПОСІБ ОЧИЩЕННЯ ВИСОКОКОНЦЕНТРОВАНОГО ВОДНО-СПИРТОВОГО РОЗЧИНУ

1

2

(21) 2001020970

(22) 13 02 2001

(24) 15 01 2002

(46) 15 01 2002, Бюл. № 1, 2002 р.

(72) Ковальчук Володимир Петрович, Олійник Світлана Іванівна, Янчевський Віктор Казимирович, Резвіна Лариса Миколаївна, Опанасюк Тетяна Іванівна

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

(57) Спосіб очищення висококонцентрованого водно-спиртового розчину, що передбачає попере-

дне механічне фільтрування, оброблення сорбентом - активним вугіллям та кінцеве механічне фільтрування, який відрізняється тим, що як сорбент використовують активне вугілля марки CWZ (1-4) з загальним питомим об'ємом пор $1,0 - 2,5 \text{ см}^3/\text{г}$, з кількістю основних оксидів $0,20 - 1,5 \text{ мг-екв}/\text{дм}^3$, з кількістю кислотних оксидів $0,15 - 1,2 \text{ мг-екв}/\text{дм}^3$, адсорбційною активністю за йодом не менше 25%, адсорбційною активністю за оцтовою кислотою не менше 15 см^3 і дисперсністю рибної фракції $0,25 - 1,0 \text{ мм}^1$

Винахід відноситься до харчової промисловості, зокрема до спиртової та лікеро-горілчаної галузей і може бути використаний для очищення водно-спиртового розчину при виробництві спирту етилового ректифікованого і горілок.

Відомі способи очищення висококонцентрованого водно-спиртового розчину деревним активним вугіллям марки БАУ-А (Патент 2095406 Спосіб виробництва водки "Уфимская хлебная", 6 С12G3/08, опубл. 10 11 97, Патент 2128695 Спосіб виробництва водки "Отечество", 6 С12G3/08, опубл. 15 07 96, Патент 2127308 Спосіб виробництва водки "Пересвет", 6 С12G3/08, опубл. 12 08 97) Використання сорбенту активного вугілля марки БАУ-А за ГОСТ6217-74, не забезпечує належного очищення висококонцентрованого водно-спиртового розчину, особливо, з об'ємною часткою етилового спирту більше 80%

Найбільш близьким до заявленого технічного рішення є спосіб очищення висококонцентрованого водно-спиртового розчину, який передбачає механічне фільтрування до та після оброблення сорбентом СГН-30 А (прототип) (Пат. 2059707 Спосіб виробництва водок, 6 С12G3/06, опубл. 26 02 93)

Причиною, що перешкоджає досягненню технічного результату, є висока каталітична та низька сорбційна активність сорбенту СГН-30 А. При використанні останнього в процесі очищення висококонцентрованого водно-спиртового розчину відбуваються небажані каталітичні процеси окислення

вищих спиртів до альдегідів з наступним окисненням їх до кислот і ненасичених сполук, які утворюють зі спиртами складні ефіри. Як результат, погіршуються смакові якості спирту та горілок.

Сорбент вищевказаної марки має низьку механічну тривкість, невеликий сумарний об'єм пор $1,55 - 1,7 \text{ см}^3/\text{г}$, що не забезпечує сорбції домішок сивушного масла, метанолу, ненасичених сполук, які погіршують смакові якості горілок та спирту.

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

Технічний результат від реалізації винаходу полягає в суттєвому зниженні вмісту шкідливих домішок в готовому продукті за рахунок підсилення сорбційних процесів та зниженої каталітичної активності сорбенту.

Споживчими властивостями, пов'язаними з технічним результатом, є підвищення якості цільового продукту - водно-спиртового розчину, та як наслідок, спирту етилового ректифікованого і горілок.

Досягається технічний результат тим, що у відомому способі очищення висококонцентрованого водно-спиртового розчину, що передбачає попереднє механічне фільтрування, обробку сорбентом - активним вугіллям та кінцеве механічне фільтрування, як сорбент використовують активне вугілля марки CWZ (1 - 4) з загальним питомим

(13) A
44029 (11)
UA (19)

об'ємом пор $1,0 - 2,5 \text{ см}^3/\text{г}$, з кількістю основних оксидів $0,20 - 1,5 \text{ мг} \cdot \text{екв}/\text{дм}^3$, з кількістю кислотних оксидів $0,15 - 1,2 \text{ мг} \cdot \text{екв}/\text{дм}^3$, адсорбційною активністю за йодом не менше 25%, адсорбційною активністю за оцтовою кислотою не менше 15 см^3 і дисперсністю робочої фракції $0,25 - 1,0 \text{ мм}^1$

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

Активне вугілля з загальним об'ємом пор менше $1,0 \text{ см}^3/\text{г}$ не містить достатньої кількості сорбційних пор, необхідних для сорбції домішок, тому воно не ефективно. Вугілля з загальним об'ємом пор більше $2,5 \text{ см}^3/\text{г}$ випуває з розчину сивушне масло та метанол, але призводить до накопичення альдегідів, складних ефірів та до сильного окислення спирту. При дисперсності робочої фракції активного вугілля менше $0,25 \text{ мм}^1$ воно ущільнюється, зростає гідродинамічний опір шару вугілля та знижується продуктивність процесу. При дисперсності більше $1,0 \text{ мм}^1$ погіршується ступінь очищення висококонцентрованого водно-спиртового розчину. Активне вугілля з кількістю основних оксидів менше $0,20 \text{ мг} \cdot \text{екв}/\text{дм}^3$, кількістю кислотних оксидів менше $0,15 \text{ мг} \cdot \text{екв}/\text{дм}^3$, з адсорбційною активністю за йодом менше 25% та адсорбційною активністю за оцтовою кислотою менше 15 см^3 не сорбує з висококонцентрованого водно-спиртового розчину домішки сивушного масла, метанолу, не підвищується окислюваність та дегустаційна оцінка обробленого продукту. Активне вугілля з кількістю основних оксидів більше $1,5 \text{ мг} \cdot \text{екв}/\text{дм}^3$, кількістю кислотних оксидів більше $1,2 \text{ мг} \cdot \text{екв}/\text{дм}^3$ сорбує з висококонцентрованого водно-спиртового розчину домішки сивушного масла, метанолу, але при цьому збільшується масова концентрація альдегідів та складних ефірів, не підвищується окислюваність та дегустаційна оцінка цільового продукту.

Активне вугілля марки CWZ (1 - 4) - сорбент з широкою мезо- та макропористою структурою, яка забезпечує поглинання високо- та низькомолекулярних органічних сполук. Активне вугілля даної марки добре поглинає воду, має невелику зольність, не більше 5%, тривкість при стиранні не менше 50%, реагується з втратою маси 10 - 20%.

При обробленні висококонцентрованого водно-спиртового розчину активним вугіллям мають місце дві групи процесів - каталітичні та сорбційні. До каталітичних процесів відносяться процеси окислення вищих

спиртів, які є в розчині, до альдегідів, а далі до кислот, та ненасичених сполук. Кислоти зі спиртами утворюють складні ефіри. Таким чином, в результаті каталітичних процесів при обробленні висококонцентрованого водно-спиртового розчину активним вугіллям в ньому збільшується вміст альдегідів та складних ефірів. Збільшення вмісту альдегідів знижує смакові якості готового продукту. Активне вугілля марки CWZ (1-4) має невисоку каталітичну активність, що є позитивним

До сорбційних процесів відносяться процеси адсорбції альдегідів, кислот, вищих спиртів (сивушного масла), метанолу. Активне вугілля марки CWZ (1 - 4) має високу сорбційні характеристики. Тому застосування активного вугілля марки CWZ

(1 - 4) є ефективним для зниження вмісту альдегідів, сивушного масла, метанолу, ненасичених сполук, підвищення показника окислюваності, поліпшення смаку і аромату продукту.

Запропонований спосіб здійснюють таким чином

Висококонцентрований водно-спиртовий розчин з об'ємною часткою більше або менше 80% подають в напірний збірник, а звідти його потік самопливом надходить на фільтр попереднього механічного фільтрування. Після попереднього механічного фільтрування водно-спиртовий розчин надходить в нижню частину вугільної колонки (одну або декілька послідовно з'єднаних), заповнену активним вугіллям марки CWZ (1 - 4). Проїшовши через шар активного вугілля з загальним питомим об'ємом пор $1,0 - 2,5 \text{ см}^3/\text{г}$, з кількістю основних оксидів $0,20 - 1,5 \text{ мг} \cdot \text{екв}/\text{дм}^3$, з кількістю кислотних оксидів $0,15 - 1,2 \text{ мг} \cdot \text{екв}/\text{дм}^3$, адсорбційною активністю за йодом не менше 25%, адсорбційною активністю за оцтовою кислотою не менше 15 см^3 , дисперсністю робочої фракції $0,25 - 1,0 \text{ мм}^1$, очищений водно-спиртовий розчин під тиском стовпа рідини надходить в верхню частину фільтра остаточного механічного фільтрування, а далі в збірник. Об'ємну витрату розчину встановлюють $50 - 250 \text{ дал}/\text{м}^2 \cdot \text{год}$, регулюючи краном на ротаметрі. В процесі очищення в водно-спиртовому розчині знижується вміст ненасичених сполук, сивушного масла, метанолу, підвищується показник окислюваності та дегустаційна оцінка цільового продукту.

Запропонований спосіб очищення висококонцентрованого водно-спиртового розчину ілюструється такими прикладами

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

Спирт подають в напірний збірник, а звідти його потік самопливом надходить на фільтр попереднього механічного фільтрування - мембранний фільтр. Після мембранного фільтра спирт надходить в нижню частину вугільної колонки. В колонку завантажують активне вугілля марки CWZ (1 - 4), з загальним об'ємом пор $1,5 \text{ см}^3/\text{г}$, з кількістю основних оксидів $0,85 \text{ мг} \cdot \text{екв}/\text{дм}^3$, з кількістю кислотних оксидів $0,60 \text{ мг} \cdot \text{екв}/\text{дм}^3$, адсорбційною активністю за йодом 60%, адсорбційною активністю за оцтовою кислотою 85 см^3 , середньою дисперсністю робочої фракції $0,55 \text{ мм}^1$. Встановлюють об'ємну витрату спирту $55 \text{ дал}/\text{м}^2 \cdot \text{год}$. Висота шару сорбенту 4000 мм . Діаметр вугільної колонки 700 мм . При цьому очищення триває 200 хвилин. Очищений спирт виходить з верхньої частини вугільної колонки і під тиском стовпа рідини надходить в верхню частину фільтра остаточного механічного фільтрування - мембранний фільтр, а далі в збірник.

Очищений таким чином спирт етиловий ректифікований має об'ємну частку метанолу $0,012\%$, масову концентрацію сивушного масла $1,9 \text{ мг}/\text{дм}^3$ б с, масову концентрацію альдегідів $1,8 \text{ мг}/\text{дм}^3$ б с, масову концентрацію складних ефірів $4,5 \text{ мг}/\text{дм}^3$ б с, окислюваність 24 хвилини та дегустаційну оцінку 9,5 бали. Спирт за органолептичними та фізико-хімічними показниками відповідає вимогам ГОСТ 5962-67 "Спирт етиловий ректифіко-

ванный Технические условия"

Приклад 2 Очищення водно-спиртового розчину - сортировки для одержання горілки міцністю 40%

Сортировку подають в напірний збірник самопливом, а звідти його потік самопливом надходить на фільтр попереднього механічного фільтрування - механічний пісочний фільтр. Після попереднього механічного фільтрування водно-спиртовий розчин поступає в нижню частину вугільної колонки. В колонку завантажують активне вугілля марки СWZ (1 - 4) з загальним об'ємом пор $1,9 \text{ см}^3/\text{г}$, з кількістю основних оксидів $0,95 \text{ мг} \cdot \text{екв}/\text{дм}^3$, з кількістю кислотних оксидів $0,30 \text{ мг} \cdot \text{екв}/\text{дм}^3$, адсорбційною активністю за йодом 80%, адсорбційною активністю за оцтовою кислотою 120 см^3 і середньою дисперсністю робочої фракції $0,9 \text{ мм}^1$. Встановлюють об'ємну витрату сортировки $300 \text{ дал}/\text{м}^2 \cdot \text{год}$. Очищення триває 10 хвилин. Висота шару сорбенту 4000 мм. Діаметр вугільної колонки 1000 мм. Сор-

тировка проходить крізь шар активного вугілля, виходить з верхньої частини вугільної колонки і під тиском стовпа рідини надходить в верхню частину фільтра остаточного механічного фільтрування - мембранний фільтр, а далі в збірник готової продукції.

Очищена таким чином горілка має об'ємну частку метанолу 0,008%, масову концентрацію сивушного масла $1,7 \text{ мг}/\text{дм}^3$ б.с., масову концентрацію альдегідів $1,8 \text{ мг}/\text{дм}^3$ б.с., масову концентрацію складних ефірів $4,5 \text{ мг}/\text{дм}^3$ б.с., окислюваність 17 хвилин та дегустаційну оцінку 9,6 бали.

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

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

Таблиця

Найменування показника	За заявленим способом		За способом - прототипом	
	спирт	горілка	спирт	горілка
Проба на окислюваність, хв	24	17	20	13
Об'ємна частка метилового спирту в перерахунку на безводний спирт, %	0,012	0,008	0,016	0,012
Масова концентрація сивушного масла, в перерахунку на суміш ізоамілового та ізобутилового спиртів (3:1), в безводному спирті, $\text{мг}/\text{дм}^3$	1,9	1,7	2,3	2,3
Масова концентрація альдегідів, в перерахунку на оцтовий, в безводному спирті, $\text{мг}/\text{дм}^3$	1,8	1,8	2,4	2,6
Масова концентрація складних ефірів, в перерахунку на оцтово-етиловий в безводному спирті, $\text{мг}/\text{дм}^3$	4,5	4,5	7,2	6,9
Масова концентрація вільних кислот (без CO_2), в безводному спирті, $\text{мг}/\text{дм}^3$	3,2	-	4,5	-
Дегустаційна оцінка, бали	9,5	9,6	9,3	9,3

Як видно з показників, наведених в таблиці, спирт та горілка мають вміст шкідливих домішок за запропонованим способом менше, ніж за відомим, а дегустаційна оцінка їх вища.