



УКРАЇНА

(19) UA (11) 40951 (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 ОЧИЩЕННЯ ВИСОКОКОНЦЕНТРОВАНОГО ВОДНО-СПИРТОВОГО РОЗЧИНУ

(21) 2000116826

(22) 29.11.2000

(24) 15.08.2001

(46) 15.08.2001, Бюл. № 7, 2001 р.

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

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

(57) Спосіб очищення висококонцентрованого водно-спиртового розчину, що передбачає попереднє механічне фільтрування, обробку сорбентом - активним вугіллям, та кінцеве механічне фільтрування, який **відрізняється** тим, що як сорбент використовують активне вугілля марки БАУ-ЛВ з загальним питомим об'ємом пор 0,8 - 3,0 см³/г, адсорбційною активністю за йодом не менше 30%, адсорбційною активністю за оцтовою кислотою не менше 20 см³ і дисперсністю робочої фракції 0,25 - 1,0 мм⁻¹.

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

Відомі способи очищення висококонцентрованого водно-спиртового розчину деревним активним вугіллям марки БАУ-А (Патент № 2154669 Спосіб производства водки, 7 С 12 G 3/06, опубл. 15.03.99; Патент № 2128695 Спосіб производства водки "Отечество", 6 С 12 G 3/08, опубл. 15.07.96; Патент № 2127308 Спосіб производства водки "Пересвет", 6 С 12 G 3/08, опубл. 12.08.97). Використання сорбенту активного вугілля марки БАУ-А за ГОСТ 6217-74 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 обробки сорбентом - активним вугіллям марки КДТ ("Производственный технологический регламент на производство водок и ликеро-водочных изделий. ТР 10-04-03-09-88". М., 1990, с. 105 (прототип).

Причиною, що перешкоджає досягненню технічного результату, є низькі сорбційні властивості активного вугілля марки КДТ. При використанні активного вугілля марки КДТ в процесі очистки відбуваються каталітичні процеси окислення ви-

щих спиртів до альдегідів з наступним окисненням їх до кислот і ненасичених сполук. Активне вугілля вищевказаної марки має низьку механічну тривкість, високу зольність, невеликий сумарний об'єм пор 1,65-1,8 см³/г, що не забезпечує сорбцію домішок сивушного масла, метанолу, і за рахунок каталітичних властивостей сорбенту сприяє процесу збільшення вмісту альдегідів, 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 підсиленних сорбційних процесів та зниженої каталітичної активності сорбенту.

Споживчими властивостями, пов'язаними з технічним результатом, є підвищення якості цільового продукту - висококонцентрованого 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 БАУ-ЛВ з загальним питомим об'ємом пор 0,8-3,0 см³/г, адсорбційною активністю за йодом не менше 30%, адсорбційною активністю за

оцтовою кислотою не менше 20 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 $0,8 \text{ см}^3/\text{г}$ не містить достатньої кількості сорбційних пор, необхідних для сорбції домішок, тому воно не ефективне. Вугілля з загальним об'ємом пор більше $3,0 \text{ см}^3/\text{г}$ вилучає з розчину сивушне масло та метанол, але сприяє накопиченню альдегідів, складних ефірів та сильному окисленню 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 $1,0 \text{ мм}^{-1}$ погіршується ступінь очищення висококонцентрованого водно-спиртового розчину. Активне вугілля з адсорбційною активністю за йодом менше 30% та адсорбційною активністю за оцтовою кислотою менше 20 см^3 не сорбує з висококонцентрованого водно-спиртового розчину домішки сивушного масла, метанолу, не підвищується окислюваність та дегустаційна оцінка обробленої горілки.

Активне вугілля марки БАУ-ЛВ - сорбент з широкою мікро-, 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 40%, реактивується з втратою маси 10-20%.

При обробці 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, а також ненасичених сполук. Кислоти зі спиртами утворюють складні ефіри. Таким чином, в результаті каталітичних процесів при обробці 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 БАУ-ЛВ має невисоку каталітичну активність, що є позитивним.

До сорбційних процесів відносяться процеси адсорбції альдегідів, кислот, вищих спиртів (сивушного масла), метанолу. Активне вугілля марки БАУ-ЛВ має достатньо високі сорбційні характеристики. Тому для зниження вмісту альдегідів, сивушного масла, метанолу, ненасичених сполук, підвищення показника окислюваності висококонцентрованого водно-спиртового розчину, поліпшення смаку і аромату продукту ефективним є застосування активного вугілля марки БАУ-ЛВ.

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 БАУ-ЛВ. Пройшовши че-

рез шар активного вугілля з загальним питомим об'ємом пор $0,8-3,0 \text{ см}^3/\text{г}$, адсорбційною активністю за йодом не менше 30%, адсорбційною активністю за оцтовою кислотою не менше 20 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 готового продукту.

Запропонований спосіб очищення висококонцентрованого водно-спиртового розчину ілюструється такими прикладами.

Приклад 1. Очищення висококонцентрованого водно-спиртового розчину - спирту етилового ректифікованого з об'ємною часткою етанолу 96,3%.

Спирт подають в напірний збірник, а звідти його потік самопливом надходить на фільтр попереднього механічного фільтрування — мембранний фільтр. Після мембранного фільтрування спирт поступає в нижню частину вугільної колонки, заповнену активним вугіллям марки БАУ-ЛВ. В колонку завантажують активне вугілля марки БАУ-ЛВ, з загальним об'ємом пор $2,5 \text{ см}^3/\text{г}$, адсорбційною активністю за йодом 80%, адсорбційною активністю за оцтовою кислотою 90 см^3 , середньою дисперсністю робочої фракції $0,35 \text{ мм}^{-1}$. Встановлюють об'ємну витрату спирту $50 \text{ дал}/\text{м}^2 \cdot \text{год}$. 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 0,010%, масову концентрацію сивушного масла $1,8 \text{ мг}/\text{дм}^3$ б.с., масову концентрацію альдегідів $1,5 \text{ мг}/\text{дм}^3$ б.с., масову концентрацію складних ефірів $3,5 \text{ мг}/\text{дм}^3$ б.с., окислюваність 25 хвилин та дегустаційну оцінку 9,5 бали. Спирт за органолептичними та фізико-хімічними показниками відповідає вимогам ГОСТ 5962-67 "Спирт етиловий ректифікований. Технические условия".

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

Сортировку подають в напірний збірника 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, заповнену активним вугіллям марки БАУ-ЛВ. В колонку завантажують активне вугілля марки БАУ-ЛВ з загальним об'ємом пор $1,9 \text{ см}^3/\text{г}$, адсорбційною активністю за йодом 75%, 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. Сортировка проходить крізь шар активного вугілля, виходить з верхньої частини вугільної колонки і під тиском стовпа рідини поступає в верхню частину фільтра остаточного механічного фільтрування - мембранний фільтр, а далі в збірник готової продукції.

Очищена таким чином горілка має об'ємну частку метанолу 0,010%, масову концентрацію сивушного масла 1,5 мг/дм³ б.с., масову концентра-

цію альдегідів 2,0 мг/дм³ б.с., масову концентрацію складних ефірів 4,5 мг/дм³ б.с., окислюваність 16 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.

Найменування показника	За заявленим способом		За способом-прототипом	
	Спирт	Горілка	Спирт	Горілка
Проба на окислюваність, хв	25	16	20	10
Об'ємна частка метилового спирту в перерахунку на безводний спирт, %	0,010	0,010	0,019	0,017
Масова концентрація сивушного масла, в перерахунку на суміш ізоамілового та ізобутилового спиртів (3:1) в безводному спирті, мг/дм ³	1,8	1,5	2,5	2,3
Масова концентрація альдегідів в перерахунку на оцтовий в безводному спирті, мг/дм ³	1,5	2,0	2,3	2,6
Масова концентрація складних ефірів, в перерахунку на оцтово-етилловий в безводному спирті, мг/дм ³	3,5	4,5	7,0	8,5
Масова концентрація вільних кислот (без CO ₂), в безводному спирті, мг/дм ³	3,5	-	5,5	-
Дегустаційна оцінка, бали	9,5	9,6	9,3	9,3

Як видно з показників, наведених в таблиці, за відомим способом і за заявленим спирт та горілка відповідають стандартам, але вміст

шкідливих домішок за запропонованим способом нижчий, ніж за відомим, а дегустаційна оцінка вища.

Тираж 50 екз.

Відкрите акціонерне товариство «Патент»
Україна, 88000, м. Ужгород, вул. Гагаріна, 101
(03122) 3 – 72 – 89 (03122) 2 – 57 – 03