

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

O P I S P A T E N T O W Y 101328

**Patent dodatkowy
do patentu _____**

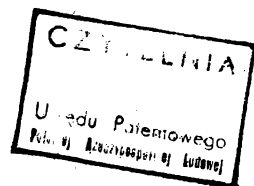
Zgłoszono: 15.09.74 (P. 174117)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 24.04.76

Opis patentowy opublikowano: 31.03.1979

Int. Cl.² A23L 1/232



Twórcy wynalazku: Piotr Bednarek, Janusz Bołtrukiewicz, Ryszard Cacha,
Władysław Rapicki, Zygmunt Rutkowski
Uprawniony z patentu: Gdańskie Zakłady Chemii Gospodarczej „Pollena”,
Gdańsk (Polska)

Sposób wytwarzania preparatu dymu wędzarniczego

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania preparatu dymu wędzarniczego z kondensatu naturalnego dymu, otrzymanego przez spalenie materiałów drzewnych stosowanych w wędzarnictwie.

Znane sposoby wytwarzania takiego preparatu według polskich patentów nr 49216, 52159 oraz 80096 polegają na bezpośrednim roztwarzaniu naturalnego dymu wędzarniczego w wodnym roztworze wodorotlenku metalu alkalicznego lub po uprzedniej jego kondensacji na drodze elektrostatycznej albo grawitacyjnej. Rozdział składników dymu prowadzi się przy zastosowaniu alkalicznego roztworu wodnego i polarnego rozpuszczalnika organicznego o ograniczonej rozpuszczalności, przy czym w roztworze alkalicznym przy pH 12,8 następuje częściowe związanie chemiczne składników dymu o charakterze fenoli i kwasów organicznych w postaci ich soli, zaś rozpuszczalnik organiczny wyekstrahuje frakcję o charakterze węglowodorów z domieszką około 50% wagowych fenoli i około 8% wagowych amin. Ekstrakcja fenoli łącznie z węglowodorami następuje na skutek hydrolizy fenolanów, pomimo tak wysokiego pH roztworu wodnego, oraz ze względu na ich rozpuszczalność w polarnym rozpuszczalniku organicznym. Estrakt po oddestylowaniu rozpuszczalnika poddaje się destylacji próżniowej i zbiera frakcję wrzącą w temperaturze do 220°C i ciśnieniu 10 mm Hg, uzyskując pierwszy z komponentów preparatu dymu wędzarniczego. Fazę wodną oddzieloną od fazy organicznej po pierwszej ekstrakcji neutralizuje się kwasem mineralnym do pH 10,5 i poddaje ponownej ekstrakcji, a z ekstraktu po wydestylowaniu rozpuszczalnika uzyskuje się drugi komponent preparatu dymu wędzarniczego zawierającego głównie związki fenolowe o średnim ciężarze cząsteczkowym powyżej 140, wyższe kwasy organiczne do 5% wagowych, związki aminowe do 4%, wysokocząsteczkowe produkty kondensacji i utleniania składników naturalnego dymu wędzarniczego, powstałych wskutek działania silnie alkalicznego środowiska i dostępu tlenu powietrza w trakcie procesu rozdziału składników, których ilość dochodzi do 40% wagowych. Roztwór wodny z drugiej ekstrakcji zakwasza się do pH 5 i poddaje się ekstrakcji. Otrzymaną frakcję po usunięciu rozpuszczalnika odrzuca się. Fazę wodną zakwasza się do pH 3 i poddaje ekstrakcji. Warstwę wodną odrzuca się a z ekstraktu po usunięciu przez oddestylowanie rozpuszczalnika otrzymuje się trzeci komponent preparatu dymu wędzarniczego, będący mieszaniną niższych kwasów organicznych.

Przez zmieszanie tak otrzymanych komponentów w odpowiedniej proporcji otrzymuje się preparat dymu wędzarniczego o różnych właściwościach użytkowych.

Preparat otrzymany według znanych sposobów posiada szereg zanieczyszczeń wynikających z wad sposobów jego otrzymywania. Zanieczyszczenia te można podzielić na dwie grupy: substancje, które należy bezwzględnie usunąć z preparatu, a należą do nich benzo(a)piren i inne wielopierścieniowe węglowodory, oraz związki aminowe w tym również aminy cykliczne. Drugą grupą zanieczyszczeń stanowią zanieczyszczenia balastowe, do których należą związki powstałe w trakcie procesu rozdziału komponentów na skutek kondensacji składników naturalnego dymu wędzarniczego podatnych na kondensację w silnie alkalicznym środowisku. Są to polimery powstałe w kondensacji fenoli i innych czynnych związków na przykład aldehydów. Do tej grupy zanieczyszczeń należą również produkty utlenienia tlenem powietrza fenoli szczególnie wielowodorotlenowych w silnie alkalicznym środowisku. Obecność benzo(a)pirenu i innych związków wielopierścieniowych w preparacie wynika z niedostatecznie sprawnego oczyszczania komponentu węglowodorowego poprzez destylację próżniową. W komponencie składającym się głównie z fenoli obecność benzo(a)pirenu spowodowana jest powstawaniem polimerów wytrącających się w alkalicznym środowisku w wyniku czego benzo(a)piren okłuduje w fazie stałej i pomimo intensywniej ekstrakcji nie daje się usunąć, natomiast po obniżeniu pH w celu wyekstrahowania frakcji fenolowej osad rozpuszcza się i benzopiren przechodzi do frakcji ekstrahowanej. Preparat otrzymany według znanych sposobów zawiera benzo(a)piren w ilości 5 do 10 $\mu\text{g}/100\text{ g}$ preparatu. Związek ten jest silnie rakotwórczą substancją i bezwzględnie musi być usunięty z preparatu. Drugą grupą związków, która występuje w preparacie otrzymanym według znanych sposobów są silnie toksyczne związki aminowe o bardzo przykrym i silnym zapachu. Substancje te uniemożliwiają stosowanie preparatu do szeregu artykułów spożywczych jak na przykład przetworów rybnych, gdzie ich zapach i smak jest silnie wyczuwany. Związki te w znanych sposobach otrzymywania nie są usuwane i w komponencie węglowodorowym ich zawartość wynosi do 8% wagowych a w komponencie fenolowym do 4% wagowych.

Próbowano tym niedogodnościom zaradzić. Zaproponowano, by frakcję fenolową lub kondensat naturalnego dymu poddawać destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem w obecności kwasu mineralnego i/lub pyłu cynkowego bądź glinowego, aby w ten sposób pozbyć się zasadowych związków organicznych. W rozwiązaniu tym przy niedomiarze stechiometrycznym kwasu fosforowego w stosunku do pyłu cynkowego jak zostało podane w przykładzie wykonania, zabieg ten nie spełnia zamierzonego celu, bowiem pył cynkowy dodawany do kwaśnego medium poddanego destylacji wykazuje większe powinowactwo do tworzenia soli z kwasem mineralnym niż związki aminowe, które niezwiązane z kwasem mineralnym destylują łącznie. W przypadku stechiometrycznego nadmiaru kwasu mineralnego powstają jego toksyczne estry i związki na pośrednich stopniach utleniania kwasu fosforowego lub siarkowego. Związków tych w dalszym procesie nie usuwa się z preparatu. Związki te powstają w pierwszym i drugim przypadku w tak ostrych warunkach temperaturowych i środowiskach bezwodnych. Również i sam kwas mineralny w tych warunkach destyluje z frakcją właściwą. Tak więc usuwanie organicznych związków aminowych za pomocą destylacji nie spełniło zadania. Natomiast w celu usuwania związków węglowodorowych wielopierścieniowych i innych substancji balastowych, frakcję fenolową poddawano selektywnej adsorpcji na masach chłonnych, takich jak węgiel aktywny, żel krzemionkowy itp. Sposób ten naraża na poważne trudności, ponieważ lepkość komponentu jest bardzo duża a sprawność adsorpcji w podwyższonej temperaturze mała przy niewielkiej zmianie lepkości. Powoduje to duże straty komponentu pozostającego w masie sorbentu i duże trudności w sączeniu. Rozcieńczenie rozpuszczalnikiem w celu obniżenia lepkości pogarsza selektywną sorpcję sorbentu. Sorpcja węglowodorów wielopierścieniowych przez sączenie z sorbentem roztworów wodnych fenolanów daje dobre wyniki, lecz również nie prowadzi do usunięcia związków balastowych nie ulegających adsorpcji na sorbentach. Znane sposoby otrzymywania preparatu dymu wędzarniczego nie gwarantują powtarzalnego składu poszczególnych komponentów a w szczególności podstawowego jakim jest komponent fenolowy. Ekstrakcję tego komponentu prowadzi się w zakresie pH 10,5 do 12,8. Ustalona wartość pH w określonej temperaturze nie odpowiada skorygowanym temperaturowo wartościom pH zmienionym o kilka $^{\circ}\text{C}$. Rozbieżności te dochodzą do jednej jednostki pH przy różnicy temperatur kilku $^{\circ}\text{C}$. Utrzymanie zatem parametru pH i temperatury w aparaturze produkcyjnej jest uciążliwe i problematyczne, ponieważ wymagana jest dokładność 0,1 jednostki pH a odchylenia są rzędu 1 jednostki. Drugą niedogodnością związaną z parametrem pH jest samoistna stała jego zmiana w czasie procesu ekstrakcji, której różnica pomiędzy początkiem i końcem ekstrakcji komponentu fenolowego wynosi 1,5 do 2 jednostek pH. Podane odchylenie parametru pH również rzutuje na skład komponentów, którego nie można skorygować w dalszym etapie procesu produkcyjnego.

Celem wynalazku jest sposób wytwarzania preparatu dymu wędzarniczego bez zanieczyszczeń związkami rakotwórczymi, toksycznymi, który równocześnie uniemożliwiałby powstawanie produktów kondensacji i

utleniania. Rozwiązanie tego zagadnienia sprowadza się do opracowania skuteczniejszych metod usuwania zanieczyszczeń substancji rakotwórczych i toksycznych, będących składnikami naturalnego dymu wędzarniczego i wyodrębnienia cennych związków, przy czym metody te muszą być realizowane w warunkach uniemożliwiających powstawanie produktów wtórnych.

Sposób wytwarzania preparatu dymu wędzarniczego z kondensatu naturalnego dymu wędzarniczego surowego lub destylowanego polega na tym, że kondensat roztwarza się w eterze etylowym w temperaturze otoczenia po czym przy użyciu do roztworzenia surowego kondensatu należy dokonać rozdziału przez rozwarstwianie zanieczyszczeń mechanicznych i wody nie ulegających roztworzeniu w eterze. Uzyskany eterowy roztwór poddaje się ekstrakcji frakcyjnej w ten sposób, aby w pierwszej kolejności usunąć z materiału ekstrahowanego związki aminowe, następnie kwasy karboksylowe i niższe fenole i wreszcie dokonać rozdziału preparatu dymu wędzarniczego na dwie frakcje, tak zwany komponent fenolowy będący podstawowym składnikiem preparatu dymu wędzarniczego, oraz komponent węglowodorowy będący uzupełnieniem komponentu fenolowego, z równoczesnym oddzieleniem rakotwórczych węglowodorów wielopierścieniowych. Rozdziału tego udało się dokonać po nieoczekiwanym stwierdzeniu, że wszystkie zawarte w destylacie związki fenolowe bardzo dobrze a związki węglowodorowe tylko nieznacznie rozpuszczają się w etanolowo wodnym roztworze o stężeniu 55–90% objętościowych etanolu i tworzą dwufazowy układ z wyższymi węglowodorami alifatycznymi jak na przykład: heksanem, heptanem, oktanem i izooktanem, w których z kolei węglowodory zawarte w destylacie rozpuszczają się bardzo dobrze wykazując korzystne współczynniki podziału, co pozwoliło dokonać rozdziału związków fenolowych i węglowodorowych w warunkach uniemożliwiających powstawanie produktów wtórnych. Nieoczekiwanie korzystnym okazał się również układ etanolowo-wodny dla celów sorpcyjnych śladowych ilości związków rakotwórczych znajdujących się w komponencie fenolowym, co pozwoliło uzyskać preparat bez tych zanieczyszczeń.

Z frakcji fenolowej poprzez destylację z parą wodną otrzymać można podfrakcje, które służą do korygowania aromatu przy różnym surowcu drzewnym.

Według wynalazku surowy lub destylowany kondensat naturalnego dymu wędzarniczego roztwarza się w eterze etylowym w proporcji 1 : 1 do 1 : 0,5 części objętościowych. Roztworzenie kondensatu prowadzi się w temperaturze pokojowej, po czym w wypadku użycia surowego kondensatu mieszaninę pozostawia się do rozwarstwienia wody i sedymentacji zanieczyszczeń mechanicznych. Rozdziału ekstraktu od wody i zanieczyszczeń mechanicznych dokonuje się w znany sposób na drodze rozdziału i dekantacji. Otrzymany eterowy ekstrakt zawiera frakcję właściwą to jest składniki konserwujące i zapachowe jak również składniki niepożądane takie jak kwasy karboksylowe, aminy, węglowodory policykliczne w tym także benzopiren. W celu usunięcia amin ekstrakt poddaje się przemyciu roztworem wodnym kwasu mineralnego korzystnie 5% kwasem siarkowym. Przemycanie dokonuje się kilkakrotnie do momentu kiedy kwaśne ługi przemycane po zalkalizowaniu do pH 10 nie będą posiadały charakterystycznego zapachu amin. Warstwę wodną uzyskaną z ekstrakcji odrzuca się, zawiera ona bowiem związki aminowe, zaś roztwór eterowy alkalizuje się do pH 8–9 wodnym roztworem wodorotlenku metalu alkalicznego korzystnie o stężeniu 3 do 5% wagowych i rozdziela, przy czym warstwę wodną zawierającą sole kwasów karboksylowych i niższych fenoli odrzuca się a warstwę eterową przemycza wodą i usuwa rozpuszczalnik. Pozostałość uzyskaną po odpędzeniu eteru w celu rozdzielenia zawartych w niej związków węglowodorowych od fenolowych, rozcieńcza się w stosunku 1 : 1 do 1 : 5 etanolowo-wodnym roztworem o stężeniu 55–90% objętościowych i ekstrahuje wyższym węglowodorem alifatycznym bądź mieszaniną, takich węglowodorów albo benzyną ekstrakcyjną wrzącą w temperaturze 50–70°C. Jako wyższe węglowodory alifatyczne można stosować izooktan, oktan, heptan, heksan lub ich mieszaninę. Ekstrakcję węglowodorem lub węglowodorami prowadzi się we współprądzie lub przeciwprądzie. Współprądową ekstrakcję należy powtórzyć kilkakrotnie. W ten sposób do ekstraktu węglowodorowego przechodzą związki o charakterze oczyszczająco, zaś ekstrakt alkoholo-wodny zawiera głównie związki fenolowe. Ekstrakt alkoholo-wodny oczyszcza się od śladowych pozostałości węglowodorów wielopierścieniowych przez absorpcję na znanych obojętnych sorbentach lub sorbencie takim jak węgiel aktywny, krzemian magnezu, żel krzemionkowy itp. W dalszym etapie procesu według wynalazku sorbent usuwa się np. przez sączenie, wirowanie itp. Wyodrębnienie fenoli z ekstraktu alkoholowego dokonuje się w znany sposób przez wytrącenie wodą, po czym frakcję oleistą oddziela się od frakcji wodnej. Tę ostatnią frakcję ekstrahuje się eterem etylowym, przy czym ekstrakt eterowy łączy się z frakcją oleistą a warstwę wodną odrzuca się. Połączony ekstrakt eterowy wraz z frakcją oleistą poddaje się dwustopniowej destylacji, początkowo w warunkach normalnych i wówczas odbiera się eter, a następnie pod ciśnieniem około 25 mm Hg w temperaturze do 90°C i wówczas oddestylowuje wodę z niewielką ilością etanolu. Pozostałość po destylacji stanowi komponent podstawowy, który posiada dobre własności organoleptyczne i konserwujące a składający się głównie ze związków fenolowych. Frakcję tę można

rozdestylować poprzez destylację z parą wodną w wyniku czego otrzymuje się podfrakcje fenoli, którymi można regulować własności aromatyzujące i konserwujące preparatu przy zmianie surowca drzewnego użytego do otrzymania kondensatu dymowego. Ekstrakt węglowodorowy otrzymany w procesie rozdzielania fenoli od węglowodorów, zawiera oprócz niepożądanych związków typu benzo(a)pirenu także węglowodory, które korzystnie wpływają na własności smakowe i zapachowe preparatu dymu wędzarniczego. Wydzielenie tych związków z ekstraktu węglowodorowego dokonuje się najkorzystniej przez rektyfikację próżniową ekstraktu, z którego usunięto uprzednio rozpuszczalnik węglowodorowy użyty przy rozdzielaniu fenoli od węglowodorów.

Rektyfikację próżniową prowadzi się w kolumnie rektyfikacyjnej o liczbie pól od 50–100 pod ciśnieniem 10 mm Hg i temperaturze końcowej 180°C. Otrzymany destylat stanowi komponent aromatyzujący preparat podstawowy dymu, do którego dodany jest w ilości 5–10% wagowych. Komponent ten również pozbawiony jest rakotwórczych węglowodorów wielopierścieniowych i związków aminowych.

Sposób według wynalazku umożliwia więc otrzymywanie preparatu dymu wędzarniczego pozbawionego szkodliwych dla zdrowia składników takich jak benzopiren i inne węglowodory wielopierścieniowe, oraz związki aminowe a także składników obcych, które powstawały w trakcie znanych sposobów wytwarzania na skutek kondensacji fenoli i ich utleniania wywołanej długotrwałym i silnym alkalizowaniem środowiska ekstrakcji.

Przykład 1. 1 kg kondensatu naturalnego dymu wędzarniczego poddaje się destylacji próżniowej. Zestaw destylacyjny składa się z 2,5 l kolby destylacyjnej umieszczonej w łaźni olejowej, oraz pozostałego typowego wyposażenia szlifowego. Do kapilary umieszczonej w kolbie destylacyjnej doprowadza się poprzez reduktor i przejściowy zbiornik gumowy gaz obojętny argon lub azot przy nadciśnieniu 2 do 5 mm Hg. Początkowo do układu destylacyjnego podłącza się pompkę wodną w celu wytworzenia próżni i oddestylowuje zawartą w kondensacie wodę do uzyskania na termometrze zanurzonej w kolbie destylacyjnej temperatury 120°C przy próżni końcowej 25 mm Hg. Wymienia się odbieralnik i pompkę wodną na olejową i zbiera destylat do osiągnięcia próżni 5 mm Hg przy 200°C zawartości kolby destylacyjnej. Po zatrzymaniu destylacji niedogony i destylat wody odrzuca się. Otrzymuje się 300 do 400 g właściwego destylatu, 300 g uzyskanego destylatu rozcieńcza się 300 ml eteru etylowego. Otrzymany roztwór przenosi się do 21 rozdzielacza, dodaje 300 ml 5% kwasu siarkowego. Całość wytrząsa w ciągu 3 minut po czym odstawia do rozdzielania. Dolną fazę wodną spuszcza się z rozdzielacza i odrzuca, do pozostałości w rozdzielaczu dodaje ponownie 300 ml 5% kwasu siarkowego i przemywanie powtarza się. Przemywanie prowadzi się do momentu kiedy próbka warstwy wodnej zalana taką samą ilością 10% roztworu NaOH nie wykazuje charakterystycznego zapachu amin. Warstwę eterową z ostatniego przemycia przenosi się do zlewki o pojemności 1500 ml, w której umieszczone jest mieszkadło i elektrody pH-metru i roztwór neutralizuje przy pomocy 5% NaOH do pH 8,5 w temperaturze 20°C. Na zneutralizowanie zużywa się około 300 ml roztworu NaOH. Zneutralizowany roztwór przenosi się do rozdzielacza i po rozdzielaniu warstwę wodną odrzuca się, organiczną natomiast przemywa się wodą destylowaną w ilości 200 ml. Po rozwarstwieniu o ile pH roztworu wodnego posiada wartość większą aniżeli 7,5 przemywanie należy powtórzyć. Oddzieloną warstwę organiczną przenosi się do zestawu destylacyjnego i wydestylowuje eter. Pozostałość po destylacji schładza się do 20°C, rozcieńcza roztworem otrzymanym przez zmieszanie 300 ml alkoholu etylowego i 220 ml wody destylowanej. Całość przenosi się do rozdzielacza 2 l po czym dodaje 800 ml destylowanej benzyny ekstrakcyjnej o temperaturze wrzenia 50–70°C i wytrząsa się w ciągu 5 minut. Po rozwarstwieniu dolną warstwę przenosi się do drugiego rozdzielacza zalewa następną porcją 800 ml benzyny i wytrząsa ponownie. Ekstrakcję benzyną prowadzi się pięciokrotnie. Ekstrakty benzynowe łączy się i oddestylowuje benzynę na łaźni do temperatury 90–100°C. Pozostałość poddaje rektyfikacji próżniowej na kolumnie o wymiarach: długość 1 metr, średnica 40 mm z wypełnieniem szklanym 5X5 z deflegmatorem, zbierając frakcję destylującą do temperatury 180°C przy próżni 10 mm Hg. W ten sposób uzyskuje się frakcję węglowodorową preparatu dymu wędzarniczego, pozbawioną węglowodorów wielopierścieniowych. Otrzymany po ekstrakcji benzyną, wodno-alkoholowy roztwór fenoli przenosi się do zestawu destylacyjnego i na łaźni wodnej pod próżnią pompki wodnej oddestylowuje się ślady benzyny. Destylację benzyny uważa się za zakończoną z chwilą, gdy w chłodnicy spływa jednorodny kondensat. Do ciepłego roztworu pozostałego w kolbie destylacyjnej dodaje się 30 g węgla aktywnego, miesza, a następnie węgiel odsącza się na lejku Büchnera z tkaniną filtracyjną. Przesącz rozcieńcza się wodą destylowaną w proporcji 1 : 1 i przenosi do rozdzielacza. Dolną warstwę oleistą oddziela się do kolby destylacyjnej a warstwę wodną poddaje się ekstrakcji 100 ml eteru etylowego, dolną warstwę odrzuca się a górną eterową łączy z olejową znajdującą się w kolbie destylacyjnej. Następnie oddestylowuje się eter na łaźni wodnej, po czym pozostałość odwadnia się pod próżnią pompki wodnej w temperaturze do 90°C. Pozostałość po oddestylowaniu eteru, wody i alkoholu stanowi podstawowy komponent preparatu dymu wędzarniczego tak zwaną frakcję fenolową w ilości około 150 g.

Przykład II. 1 kg surowego kondensatu naturalnego dymu wędzarniczego roztwarza się przy pomocy mieszadła mechanicznego w 700 ml eteru etylowego. Utworzoną mieszaninę odstawia się do dekantacji. Klarowny eterowy roztwór w ilości około 1500 ml zlewa się z nad osadu, który odrzuca się, po czym ekstrakt eterowy odmywa się kilkakrotnie przy pomocy kilku 300 ml porcji 5% roztworu kwasu siarkowego do zaniku w warstwie wodnej amin analogicznie jak w przykładzie I. Dalsze operacje wykonuje się analogicznie i w kolejności jak w przykładzie I.

Przykład III. Uzyskaną frakcję fenolową jak w przykładzie I poddaje się destylacji z przegrzaną parą wodną w zakresie temperatur 100 do 180°C zmieniając stopniowo temperatury. W zakresie temperatury 100 do 130°C otrzymuje się oleistą frakcję o zapachu fenolu, w zakresie 130 do 150°C frakcję o zapachu krezoli, w zakresie 150 do 170°C frakcję o zapachu eugenolu i w zakresie 170 do 180°C o słabym zapachu jodłowym, ale silnych właściwościach przeciwutleniających i bakteriobójczych. Podfrakcje te ekstrahuje się z wodnej emulsji eterem i wyodrębnia w stanie wolnym poprzez odparowanie rozpuszczalnika.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania preparatu dymu wędzarniczego z kondensatu dymu wędzarniczego destylowanego lub nie destylowanego próżniowo, z n a m i e n n y t y m, że kondensat roztwarza się w eterze etylowym w stosunku 1 : 1 do 1 : 0,5, a następnie przemywa się rozcieńczonym kwasem mineralnym, korzystnie 5% kwasem siarkowym do całkowitego usunięcia amin, po czym alkalizuje się do pH 8,5 do 9 wodnym roztworem NaOH lub KOH, korzystnie o stężeniu 3–5% wagowych w temperaturze 20°C i przemywa wodą do uzyskania odczynu w granicach 7 do 7,5, po czym odpędza się eter a pozostałość roztwarza w roztworze etanolowo-wodnym o stężeniu 55 do 90% objętościowych etanolu w proporcjach 1 : 1 do 1 : 5 i tak otrzymany roztwór poddaje się ekstrakcji benzyną ekstrakcyjną o temperaturze wrzenia 50 do 70°C do całkowitego usunięcia związków wielopierścieniowych, po czym z ekstraktów benzynowych usuwa się benzynę przez destylację, a frakcję węglowodorową poddaje się rektyfikacji w temperaturze do 180°C i przy próżni 10 mm Hg, a frakcję fenolową roztworzoną w roztworze etanolowo-wodnym poddaje się działaniu substancji sorpcyjnych, po których oddzieleniu z roztworu wytrąca się frakcję fenolową wodą destylowaną, fazę olejową poddaje się odwadnianiu pod próżnią w temperaturze do 90°C uzyskując podstawowy składnik preparatu dymu wędzarniczego lub poddaje się destylacji z parą wodną i wyodrębniając składniki rozdestylowane przez wyekstrahowanie eterem etylowym podfrakcji frakcji fenolowej z ich wodnych układów, skąd przez destylację rozpuszczalnika otrzymuje się poszczególne podfrakcje w stanie wolnym, które zmieszane tworzą frakcję fenolową.