

В. С. Литвак, В. П. Осипова

Резервуарное
хранение
коньячных спиртов

МОСКВА
«ПИЩЕВАЯ ПРОМЫШЛЕННОСТЬ»
1978

Резервуарное хранение коньячных спиртов. ЛИТВАК В. С., ОСИПОВА В. П., 1978.

За последние годы резервуарное хранение коньячных спиртов получило большое развитие. В настоящее время около 48% спиртов выдерживается в резервуарах на дубовой клежке. Данный способ имеет ряд преимуществ по сравнению с бочковым способом хранения: позволяет использовать эмалированные резервуары вместимостью от 600 до 5000 дал, сократить в 3 раза расходы дубовой древесины, дает возможность более рационально использовать помещения спиртохранилищ. При хранении коньячного спирта в эмалированных резервуарах потери спирта от испарения в 5 раз меньше, чем при бочковом хранении. Вместе с тем следует отметить, что резервуарная выдержка не всегда способствует получению высококачественного коньячного спирта. Авторы брошюры, обобщая данные исследований, проведенных ими за период 1965—1976 гг., а также работы других авторов, намечают конкретные пути по улучшению технологии и качества коньячных спиртов. В работе также приведены материалы по нормам потерь и учету коньячных спиртов.

Таблиц 22. Иллюстраций 9. Список литературы — 39 названий.

Рецензент За йцев К. Г.

ПРЕДИСЛОВИЕ

За последнее десятилетие в коньячном производстве нашей страны произошли значительные изменения. Причем за этот период в технологии производства было практически сделано больше, чем за всю 85-летнюю отечественную историю его развития. Выпуск коньяков в 1976 г. составил 6,9 млн. дал, на выдержку было заложено 12 млн. дал коньячных спиртов. Достиженные успехи были бы невозможны без внедрения резервуарного способа выдержки коньячных спиртов.

До 1963 г. все коньячные спирты хранились в дубовых бочках и общий объем их не превышал 4300 тыс. дал безводного спирта. Длительность бочкового хранения, большие потери спирта от испарения, необходимость использования дорогостоящей колотой клепки издавна побуждали многих исследователей к изысканию новых методов выдержки.

Г. Г. Агабальянц разработал способ выдержки коньячного спирта в герметизированных эмалированных резервуарах, внутри которых равномерно размещены обработанные дубовые клепки в количестве, обеспечивающем необходимую поверхность соприкосновения со спиртом (как и при бочковом хранении).

В 1954 г. на Ереванском коньячном заводе были поставлены первые опыты, в которых использовались обработанные содой и кислотой дубовые клепки.

В. И. Нилов и И. М. Скурихин предложили дубовые клепки обрабатывать слабыми щелочными растворами. Этот метод обеспечивает быстрое извлечение лигнина и дубильных веществ из дубовой клепки и дальнейшие их превращения при выдержке коньячных спиртов. Л. М. Джанполадян и Е. Л. Миджоян предложили термический способ обработки древесины.

После проведения в 1963 г. сравнительных производственных испытаний на Одесском, Тираспольском и Ереванском коньячных заводах была принята временная технологическая инструкция по выдержке коньячных спиртов в резервуарах. В ее разработке и внедрении в промышленность приняли участие в Армянской ССР М. С. Седракан, А. Д. Манасян, В. С. Литвак, Г. С. Саркисян; в Грузинской ССР — В. Д. Цицишвили, В. И. Чанишвили, Д. П. Николайшвили, К. Ш. Гвелисани;

в Украинской ССР — Н. В. Гаврилов, А. И. Духовный; в Молдавской ССР — Н. И. Каспревич, Б. И. Ямпольский, Н. С. Брандис; в РСФСР — И. С. Попов, Н. М. Гамаджян, В. И. Рева и др.

За истекший период советскими учеными был тщательно исследован химизм процесса старения спиртов в резервуарах. В результате проведенных работ были выявлены характерные особенности процессов выдержки спиртов в резервуарах, их сходства и различия с классическим способом хранения в бочковой таре. Это позволило разработать принципиально новую технологию выдержки коньячных спиртов, что способствовало увеличению объемов спиртов в резервуарах и улучшению их качества.

В 1977 г. объем выдержки коньячных спиртов в резервуарах составил 5,8 млн. дал безводного спирта, т. е. 48% от общего объема хранения, и представлен (в тыс. дал) следующим образом:

Росглавино	589,0
Главплодвинпром УССР	876,0
Молдвинпром	530,0
Азербвино	1756,1
Узплодоовощвинпром	72,4
Минпищепромы	
Грузинской ССР	1140,0
Армянской ССР	500,0
Киргизской ССР	107,0
Казахской ССР	124,5
Таджикской ССР	73,6
Белорусской ССР	14,9
Туркменской ССР	5,3

Дальнейшее развитие коньячного производства требует совершенствования технологии. Основное внимание должно быть уделено качеству древесины, ее подготовке и обработке, подбору соответствующих температурных и кислородных режимов, а также разработке новых технологических приемов, направленных на улучшение качества выдержанных коньячных спиртов.

Передовыми предприятиями по резервуарной выдержке коньячных спиртов являются Бельцкий, Одесский и Тбилисский коньячные комбинаты, винсовхоз «Хуторок» объединения «Росглавино» и др.

Глава I

ТЕХНОЛОГИЯ ВЫДЕРЖКИ КОНЬЯЧНЫХ СПИРТОВ В ЭМАЛИРОВАННЫХ РЕЗЕРВУАРАХ

Технология приготовления коньяка основана на выдержке коньячного спирта в течение ряда лет в дубовых бочках. Наблюдаемые при этом потери спирта от испарения весьма значительны и составляют для ординарных коньяков от 12 до 20%, а для марочных от 24 до 50%. С целью снижения этих потерь было предложено большое число ускоренных методов старения коньячного спирта, которые И. М. Скурихин [1] разделил на 3 группы:

1) методы, основанные на окислительных воздействиях на спирт;

2) методы, основанные на различных способах обработки и экстрагирования древесины дуба;

3) методы обработки спирта теплом, холодом и ультразвуком.

Для ускорения окисления (созревания) коньячного спирта некоторые исследователи предлагали проводить его обработку сжатым воздухом, кислородом и водородом.

Имеется много зарубежных патентов по использованию древесины, обработанной химическими и микробиологическими методами. Работы в этом направлении проводились и в нашей стране. Л. М. Джанполадян и Е. Л. Мнджоян выдерживали коньячный спирт с кусочками дуба, предварительно обработанными в токе воздуха при температуре 140°С, И. М. Скурихин и Б. Н. Ефимов — на дубовых опилках и стружках, обработанных слабыми щелочными растворами. Для ускорения созревания коньячных спиртов древесину обрабатывали ультрафиолетовыми и γ-лучами, использовали металлические катализаторы, ферменты и даже активный уголь. Все эти предложения оказались малоэффективными и не были внедрены в производство.

Г. Г. Агабальянц считал, что нельзя рассматривать клепку бочек лишь как поставщика экстрактивных веществ. Прямое экстрагирование из клепки может касаться только низкомолекулярных соединений, тогда как высокомолекулярные соединения еще до экстракции должны претерпевать определенные превращения (этаноллиз лигнина, гидролиз гемицеллюлозы и др.). В этом процессе также принимают участие компоненты коньяч-

ного спирта и растворенный кислород. Развитая поверхность пор смоченной зоны клепок создает благоприятные условия для взаимодействия компонентов древесины, коньячного спирта и кислорода. При этом в спирт переходят различные соединения древесины, которые вовлекаются в дальнейшие превращения.

Исходя из этого принципа, Г. Г. Агабальянц [2] разработал метод старения коньячного спирта в резервуарах на обработанной дубовой клепке с соблюдением тех же сроков выдержки, что и при хранении в дубовых бочках.

Технология резервуарного хранения коньячных спиртов основана на использовании эмалированных резервуаров, в которые определенным образом укладываются обработанные тем или иным способом дубовые клепки.

При разработке технологии было уделено большое внимание качеству древесины дуба, предварительной сушке и обработке клепок перед закладкой в резервуар, температурным условиям хранения спирта, дозированию кислорода и другим условиям хранения.

Проведенные исследования и опыт производства позволили усовершенствовать технологию выдержки и наметить пути улучшения качества спиртов.

ЭМАЛИРОВАННЫЕ РЕЗЕРВУАРЫ ДЛЯ КОНЬЯЧНОГО ПРОИЗВОДСТВА

В последние 15 лет винодельческая промышленность широко использует эмалированные емкости. Стеклоэмаль высокого качества надежно защищает продукцию от непосредственного соприкосновения с металлической поверхностью и обеспечивает сохранение коньячных спиртов при их длительной выдержке.

Стеклоэмаль изготавливают из смеси кварцевого песка, мела, полевого и плавикового шпата, окиси никеля и кобальта, двуокиси титана и других компонентов. Природные сырьевые материалы (кварцевый песок, полевой шпат, плавиковый шпат и др.) не имеют постоянного химического состава, тогда как синтетические материалы содержат лишь незначительные количества примесей и имеют постоянный химический состав. В последнее время появились новые сырьевые материалы, ранее не применявшиеся для изготовления эмалей, например соединения лития, фосфора и церия.

Стеклоэмаль имеет следующие физико-химические показатели:

Интервал обжига, °С	820—900
Растекаемость, мм	44—45
Кислотостойкость, мг/см ²	0,25
Термостойкость, °С	200
Прочность на удар, Дж	1,96
Стойкость к пониженной температуре (—30°С)	3 цикла

Допустимая температура эксплуатации, °С	от —30 до +100
Рабочее давление, на которое рассчитаны эмалированные покрытия резервуаров, МПа	0,05

Краткая характеристика эмалированных горизонтальных резервуаров (рис. 1) приведена в табл. 1 [3].

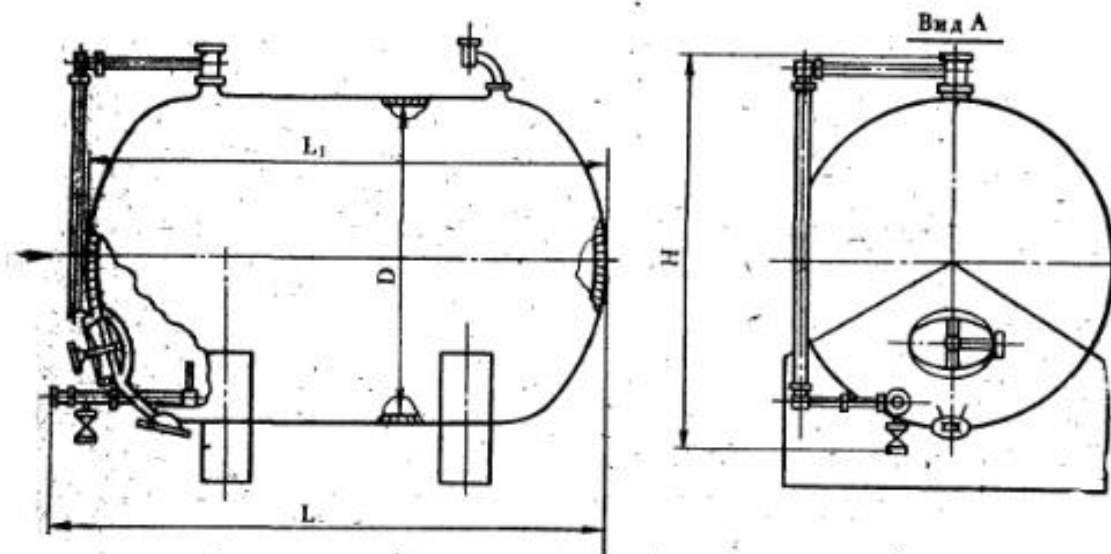


Рис. 1. Эмалированный резервуар для хранения коньячного спирта.

Таблица 1

Характеристика резервуара	Вместимость резервуара, м ³						
	10	16	20	25	32	40	50
Диаметр внутренний D, мм	2000	2400	2400	2400	3200	3200	3200
Внутренняя длина L ₁ , мм	3500	3920	4720	5820	4560	5560	6760
Внутренняя площадь стеклоэмалевого покрытия, м ²	24,8	33,9	39,6	48,7	52,0	61,6	71,4
Габаритные размеры, мм							
высота H	2370	2770	2770	2770	3900	3900	3900
длина L	3670	4100	4850	6000	4600	5600	6800
Масса, кг	2680	3470	3960	5390	8300	1000	11100

Для выдержки коньячного спирта изготавливаются и другие резервуары, в которых отсутствует боковой штуцер с поворотной трубой, а на середине верхнего свода имеется дополнительный штуцер для дозирования кислорода. Эти резервуары могут быть оборудованы сферической рубашкой для нагрева спиртов.

При монтаже эмалированных резервуаров рекомендуется делать цементную прокладку по внутренней поверхности опоры и на незатвердевший цемент устанавливать резервуар. Под силой тяжести резервуара цемент распределяется на его поверх-

ности и заполняет все зазоры, что исключает напряжение стеклоэмалевого покрытия.

Эмалированные резервуары целесообразно устанавливать в 2 яруса, используя металлические подушки с резиновыми прокладками. Установка резервуаров без опор создает дополнительное давление, что приводит к повреждению эмалевого покрытия.

На некоторых предприятиях резервуары с выдерживаемыми в них спиртами располагают на открытом воздухе, что нежелательно, так как перепады температур способствуют порче эмалевых покрытий, в результате чего срок службы резервуаров значительно сокращается.

Для ремонта резервуаров в случае скола стеклоэмали ВНИИВиВ «Магарач» разработал специальные замазки на основе эпоксидных смол с долговечным сроком службы.

ДУБОВЫЕ КЛЕПКИ, МЕТОДЫ ИХ ОБРАБОТКИ И УКЛАДКИ В РЕЗЕРВУАРЫ

В коньячном производстве древесина дуба имеет первостепенное значение. Исследования по выдержке коньячных спиртов в дубовых бочках показали [4, 5, 6, 7], что древесина дубов, произрастающих в различных районах земного шара, неодинаково влияет на качество выдерживаемого спирта.

Наилучшими из встречающихся на территории СССР дубов для выдержки коньячного спирта являются дубы, произрастающие в Башкирии, Татарии и Чувашии.

В коньячном производстве для изготовления бочек применяют колотые или радиально пиленные клепки отборного сорта по ГОСТ 247—58 «Клепка для бочек под вино, соки и морсы». Герметичность резервуаров позволила также использовать для выдержки спиртов клепки I и II сортов.

Согласно стандарту клепка имеет следующие размеры (в мм): длина 400—1150, ширина 60—160, толщина 36. В стандарте даны требования к древесине дуба и ее основные пороки (сучки, внутренняя краснина, синева, плесень, трещина, косослой, завиток, заболонь).

В первоначальных инструкциях не ограничивались требования к древесине дуба. Поэтому наряду со стандартными клепками использовались клепки различного качества, в том числе рейки толщиной 10—12 мм.

Существуют противоречивые мнения относительно использования клепок различной толщины. Так как реакционный слой, взаимодействующий со спиртом, не превышает с каждой стороны клепки 5—7 мм, при применении тонких реек уменьшаются расход древесины и потери спирта от впитывания, несколько увеличивается полезная вместимость резервуара. Однако тонкие рейки быстро истощаются и подлежат замене.

Клепки толщиной 35 мм могут быть использованы значительно дольше, а после снятия наружных слоев их можно применять вторично без предварительной обработки. Из клепок можно извлечь спирт и после этого использовать их для изготовления и ремонта бочкотары.

Сейчас для резервуарного хранения спиртов в основном используются клепки толщиной 36 мм, с учетом возможного снятия внешних слоев древесины принят нижний предел 18 мм.

Перед закладкой клепок в резервуары их обрабатывают одним из трех методов:

1) метод Краснодарского политехнического института (КПИ), разработанный Г. Г. Агабальянцем, предусматривает 3-кратное замачивание клепок холодной водой со сменой ее через 3—4 дня, затем обработку их 1%-ным раствором кальцинированной соды в течение 1 ч и 2%-ным раствором серной кислоты в течение 1—2 ч. После обработки клепки промывают горячей и холодной водой и высушивают до воздушно-сухого состояния;

2) метод ВНИИВиВ «Магарач», разработанный В. И. Ниловым и И. М. Скурихиным, предусматривает обработку клепок (толщиной 10 мм, шириной 10—30 мм и длиной 300—500 мм) 0,3—0,6%-ным раствором технического едкого натра или 0,47—0,94%-ным раствором едкого кали в течение 2 сут при температуре 25°С. Затем клепки промывают холодной водой несколько раз в течение 8—12 ч и сушат 6 ч в проветриваемом помещении или 1 ч в сушке при температуре 45°С. В дальнейшем концентрацию щелочи уменьшили до 0,3%, температуру сушки снизили до 10—25°С;

3) метод Армянского научно-исследовательского института виноградарства, виноделия и плодоводства (АрмНИИВВиП), разработанный Л. М. Джанполадяном и Е. Л. Мнджояном, предусматривает выдержку клепок в течение 5—7 дней (до появления легкой коричневой окраски) в сушильной камере при температуре 105—125°С. Этим методом обрабатывают половину клепок, загружаемых в резервуар.

Сравнительные исследования этих методов показали, что наилучшие результаты дает двукратное замачивание клепок холодной водой со сменой ее через 3—4 дня, затем 20—30-минутная обработка острым паром и последующее ополаскивание клепок горячей и холодной водой. Этот метод обработки клепок принят в действующей технологической инструкции.

Укладку клепок в резервуары производят из расчета в среднем 800 см² поверхности на 1 дал одним из следующих методов.

По методам КПИ и АрмНИИВВиП клепки в резервуар укладывают в 3 штабеля (рис. 2), причем большую их часть на ребро, чтобы не препятствовать конвекционным токам жидкости. После каждого ряда клепок прокладывают плашмя

две клепки с отверстиями диаметром 25 мм. Штабель жестко закрепляют четырьмя деревянными штырями, которые проходят через отверстия горизонтальных клепок.

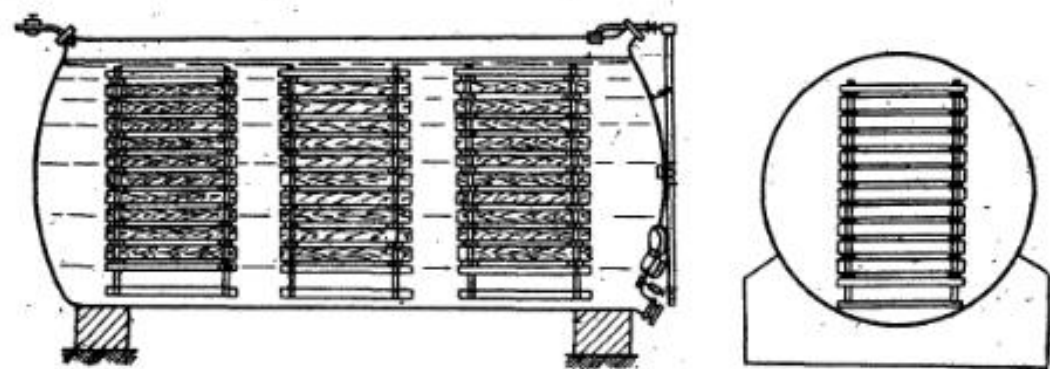


Рис. 2. Укладка клепок в резервуар методом КПИ.

По методу ВНИИВиВ «Магарач» клепки укладывают на брусья, расположенные поперек резервуара на расстоянии 60—115 см. Первый ряд клепок располагается поперек, второй — вдоль брусьев на расстоянии 3—5 см один от другого (рис. 3). После укладки клепок их промывают водой, а затем резервуары заполняют коньячным спиртом.

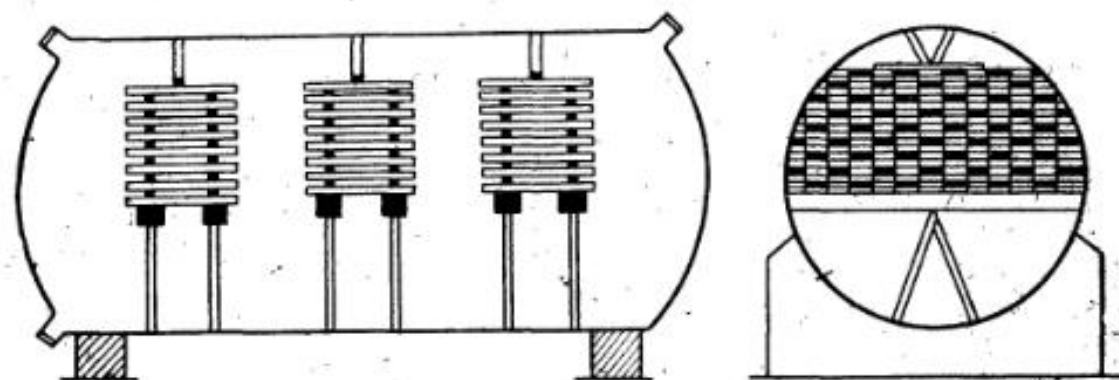


Рис. 3. Укладка клепок в резервуар методом ВНИИВиВ «Магарач».

Были проведены сравнительные исследования четырех способов расположения клепок в резервуаре [8]: стандартного, сплошного (клепки размещают на поперечных брусьях навалом), равномерного (со специальным креплением клепок во всем объеме цистерны), на дне цистерны. Наилучшие результаты дает равномерное расположение клепок, затем стандартное. Расположение клепок на дне цистерны приводит к чрезмерному обогащению спирта экстрактивными веществами, вследствие чего спирт приобретает грубость.

В соответствии с новыми технологическими инструкциями клепки в резервуары укладывают из расчета 700—900 см² поверхности на 1 дал спирта.

Следует отметить, что в первые годы внедрения резервуарного хранения коньячного спирта вся технология подготовки древесины сводилась к ее непосредственной обработке перед закладкой в резервуары, а такой важный процесс, как предварительная сушка древесины на открытом воздухе, не производился.

Предварительную сушку клепок осуществляют в штабелях. При длительном воздействии солнца, воздуха и атмосферных осадков в древесине происходят глубокие изменения ее состава и физических свойств. В. М. Малтабар и Г. И. Фертман [9] справедливо отмечают, что процесс сушки дубовых клепок следует рассматривать не как простой процесс удаления влаги, а как совокупность глубоко идущих химических реакций, способствующих старению клепки.

Ж. Лафон и др. [36] установили, что во время естественного старения древесины происходят глубокие качественные изменения ее состава, снижается содержание дубильных веществ, фенольных соединений, целлюлозы и лигнина. Эти вещества в результате процессов окисления и гидролиза переходят в новые соединения, придающие специфический вкус и аромат коньячному спирту.

М. Марше и Е. Жозеф [37] в составе дубовой древесины обнаружили кумарины. Во время длительной естественной сушки древесины в результате ферментативного гидролиза аксулетин переходит в скополетин, который участвует в формировании тона старого коньяка.

В. Шуберт [38] считает, что старение древесины связано с протеканием сложных биохимических процессов, которые катализируются различными ферментами, продуцируемыми микроорганизмами. Под воздействием ферментов первичные спирты древесины (кониферилловый, ванилиновый и др.) переходят в соответствующие ароматические альдегиды.

Исследования В. И. Личева [39] показали, что содержание и формы образования лактонов, участвующих в формировании вкусовых качеств коньяка, зависят от вида древесины и продолжительности ее сушки.

Д. М. Гаджиев установил, что после 6 лет выдержки дубовой клепки количество пентозанов и дубильных веществ в ней уменьшается, а лигнина, водорастворимых и эфирорастворимых веществ увеличивается.

Л. М. Джанполадян [10] и Ц. Л. Петросян исследовали образцы казанского дуба, выдержанного в течение 5 лет. Согласно их данным в условиях повышенной влажности и воздействия солнечных лучей в древесине происходит диффузия веществ из глубинных слоев наружу и одновременно проникновение вглубь веществ из поверхностных слоев. Клепки, находившиеся в верхней части штабеля, содержали большее количество полифенолов и перекисей, чем клепки в средней части штабеля.

Сокращение срока предварительной сушки клепок возможно только при применении искусственных методов воздействия на древесину дуба. К таким методам может быть отнесена термическая обработка древесины или обработка ее различными электрофизическими методами.

Л. М. Джанполадян с сотрудниками [11] изучал влияние ультразвука и ультрафиолетовых лучей на древесину дуба. По их данным, ультразвук ускоряет гидролиз гемицеллюлоз, усиливает растворимость танинов и образование перекисей. В спиртах, выдерживаемых на клепке, обработанной ультрафиолетовыми лучами, накапливается больше альдегидов, ацеталей и перекисей.

Ж. Лафон отмечал, что, хотя искусственная сушка древесины происходит значительно быстрее, чем сушка на открытом воздухе, она не всегда дает положительные результаты.

Естественную сушку клепок можно сократить до 1,5—2 лет, используя технологическую схему обработки и подготовки клепок, разработанную В. С. Литваком, З. М. Скабардиной [12] и др. Технологическая линия позволяет механизировать трудоемкие процессы и улучшить качество древесины.

В состав линии (рис. 4) входят сушильная камера типа СПВ-62, железобетонный резервуар для обработки клепок, электротельфер и тележки, движущиеся по рельсовым путям. Клепки формируют в пакеты, которые для жесткости по краям скрепляют вертикальными металлическими штырями, покрытыми эпоксидной смолой. Платформу 1 со сформированными

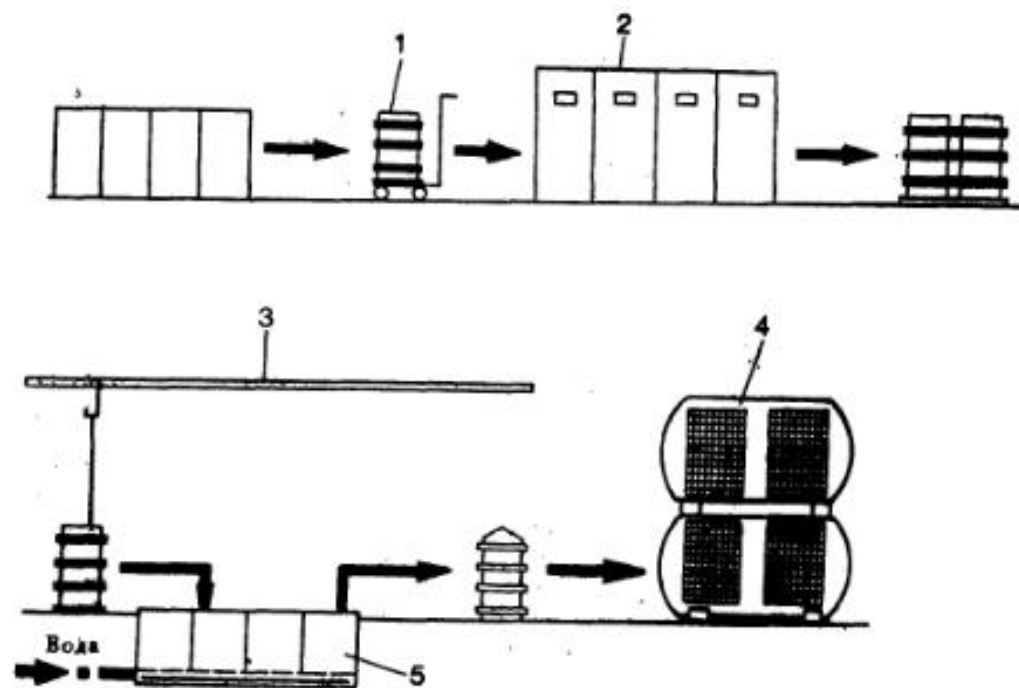


Рис. 4. Аппаратурно-технологическая схема обработки клепок перед закладкой их в резервуары.

пакетами закатывают в сушильную камеру 2 с температурой 105—115° С (паровоздушная среда), где клепки выдерживают в течение 72 ч.

Сушильная камера выполнена в виде металлического каркаса с двойными стенками, между которыми проложена теплоизоляция. В верхней части камеры установлены 4 вентилятора для циркуляции воздуха. Для обогрева клепок паром внутри камеры установлены 4 пластинчатых калорифера и 2 перфорированные трубы. В камере предусмотрены 2 приточно-вытяжные трубы.

После сушки в камере пакеты хранятся при свободном доступе воздуха не менее 1,5 лет. Перед закладкой в эмалированные резервуары 4 клепки выдерживают в течение 5—6 сут в железобетонном резервуаре 5 со сменой воды 3—4 раза. Затем в холодную воду через барботер подают пар, выдерживают в ней клепки в течение 1 ч. После слива горячей воды клепки промывают холодной водой и просушивают в сушильной камере до воздушно-сухого состояния. Резервуар снабжен металлическими съемными крышками и перфорированным днищем для установки пакетов. На полу проложены узкоколейные рельсы для перемещения платформы с пакетами клепки.

Все операции, связанные с загрузкой и разгрузкой, осуществляют электротельфером 3, тележками и автопогрузчиками.

Дубовые клепки, так же как и бочки, являются «золотым фондом» коньячного производства и их заготовку и хранение на открытом воздухе следует производить заранее, исходя из перспективы их использования через 3—5 лет. Использование свежесрубленной древесины приводит к появлению в спиртах неприятных тонов, что в свою очередь снижает качество приготавливаемых коньяков.

ВЫДЕРЖКА СПИРТА НА НОВОЙ И СТАРОЙ КЛЕПКАХ

Выдержку коньячного спирта в эмалированных резервуарах производили в течение 3 лет. Из этого спирта разрешалось готовить коньяк Три звездочки.

Следует отметить, что качество коньячных спиртов, получаемых при резервуарной выдержке, различно и в значительной степени зависит от сроков использования древесины в самом резервуаре.

При первом заливе на клепку происходит интенсивное извлечение компонентов древесины и спирты характеризуются повышенным содержанием дубильных веществ. При втором и третьем заливах древесины экстракция замедляется, качество коньячных спиртов улучшается.

Авторы [13] в течение ряда лет проводили исследования состава коньячных спиртов при выдержке в резервуарах. В табл. 2 приведены данные химических и газохроматографи-

ческих исследований коньячных спиртов, выдержанных в течение 3 лет в резервуарах на клепках первого и второго заливов.

Таблица 2

Компоненты спирта*	Изменение содержания компонентов спирта при выдержке, лет					
	исходный (молодой)	1		3		
		на клепках первого залива	на клепках второго залива	на клепках первого залива	на клепках второго залива	
Этиловый спирт	68,8	66,5	66,4	68,1	67,5	67,2
Кислоты						
титруемые	59,8	220	366	276	371	526
летучие	33,1	45,2	80,9	66,1	72,2	84,0
Альдегиды	40,6	44,5	56,7	39,3	50,6	55,1
Эфиры	167	175	237	170	180	210
Высшие спирты	2838	2643	2486	2983	2880	2520
Фурфурол	8,7	9,1	10,6	5,5	6,8	7,4
Уксусный альдегид	23,0	28,0	32,0	30,0	34,0	40,0
Этилформиат	9,0	11,0	10,0	7,5	8,8	9,4
Этилацетат	115	159	167	210	242	320
Изовалериановый альдегид	11,5	12,0	12,0	6,5	6,5	7,5
Метанол, этилпропионат	153	163	166	110	158	160
Пропанол	230	180	153	340	290	270
Изобутанол	565	517	496	392	355	349
Изопентанол	1698	1666	1613	1640	1593	1530
Гексанол	5,6	5,2	4,3	4,8	4,5	3,3
Дубильные вещества	—	240	530	—	180	300
Лигнин	—	150	180	—	160	250
Ароматические альдегиды	—	1,5	2,5	—	4,0	6,0

* Содержание этилового спирта в % об., остальных компонентов в мг/л.

Исследования показали, что в процессе выдержки концентрация спирта снижается от 68,8% об. в исходном спирте до 66,5% об. после 1 года выдержки и до 66,4% об. после 3 лет выдержки, т. е. снижение за первый год составило 2,3% об., в дальнейшем — 0,1% об. в год. При заливе на старую клепку спиртуозность снизилась с 68,1% об. в молодом спирте до 67,5% об. после 1 года выдержки и до 67,2% об. после 3 лет, т. е. снижение составило от 0,2 до 0,6% об. на 1-м году, в последующем — 0,1% об. в год. Следует отметить, что в процессе резервуарного хранения при втором и последующих заливках спирта на клепку снижение концентрации спирта сравнительно невелико за все годы выдержки.

Изменение кислотности в коньячных спиртах при выдержке в резервуарах на новых и старых клепках различно. Новая клепка содержит больше экстрактивных веществ, интенсивнее окисляется, и при этом происходит более значительное увеличение общих и летучих кислот. Так, титруемая кислотность в

спиртах при выдержке на новых клепках за 3 года хранения увеличилась на 80%, содержание летучих кислот возросло за тот же период на 60%. При выдержке на старых клепках увеличение этих веществ составило соответственно 50 и 20%.

Использование новых клепок приводит к быстрому накоплению дубильных веществ. Так, например, их содержание за первый год было почти таким же, как и за 3 года выдержки спиртов на клепках второго залива. С увеличением срока использования древесины из нее экстрагируется меньше дубильных веществ и больше лигнина и ароматических альдегидов. Спирты, выдержанные на клепках второго залива, — мягкие, гармоничные с выраженным ванильным тоном; их дегустационная оценка в среднем на 0,2 балла выше оценки спиртов первого залива. В связи с этим в новых технологических инструкциях разрешен перелив спирта на любом году выдержки в резервуары со старой клепкой или в старые бочки.

Спирты, выдержанные на клепках четвертого и последующих заливов, характеризуются слабой окраской и обеднены экстрактивными веществами. Поэтому на некоторых предприятиях заменяют клепку после трех заливов целиком или частично. Такой прием является нерациональным, приводит к ухудшению качества спиртов и увеличению потерь. Известно, что старая бочка является неоценимым материалом для получения качественного коньячного спирта. То же можно сказать и о старых клепках. Для эффективного их использования необходимо только обогатить экстрактивными веществами древесины дуба молодые коньячные спирты с тем, чтобы в дальнейшем при выдержке на старых клепках получить высококачественный коньячный спирт.

Обогащение коньячного спирта можно производить различными способами. Заслуживает внимания метод, предложенный Е. Л. Мнджояном [14]. По этому методу спирт обогащается экстрактивными веществами древесины дуба в процессе перегонки виноматериалов: пары спирта из перегонного куба направляются в специальный экстрактор, в котором помещены предварительно обработанные при температуре 105—110°C дубовые кубики размером 100×50×35 мм. В экстракторе поддерживается температура 45—50°C.

Д. А.-Х. Ахмедов и М. П. Нефедов [15] разработали метод тепловой обработки коньячного спирта на древесине в течение 30—50 дней при температуре 45°C. Внутри резервуара размещена в штабелях дубовая клепка из расчета 360—450 см² поверхности на 1 дал спирта. Вместе с обогащением коньячного спирта веществами дуба до экстрактивности 0,4—0,5 г/л в период тепловой обработки происходят процессы, связанные с этанолизом лигнина, гидролизом гемицеллюлоз, окислением дубильных веществ. В частности, увеличивается содержание сахара, ароматических альдегидов, ванилина, происходит новооб-

разование эфиров, альдегидов; фурфурола, летучих и титруемых кислот. Спирты, прошедшие такую обработку и выдержанные в течение 3 лет в резервуаре с дубовой клепкой, по качеству соответствуют 4—5-летним коньячным спиртам.

Обработку коньячных спиртов теплом лучше всего производить в резервуарах, снабженных рубашкой. Можно также проводить ее в обычных эмалированных резервуарах, подводя пар к змеевикам, смонтированным на внешней цилиндрической сфере.

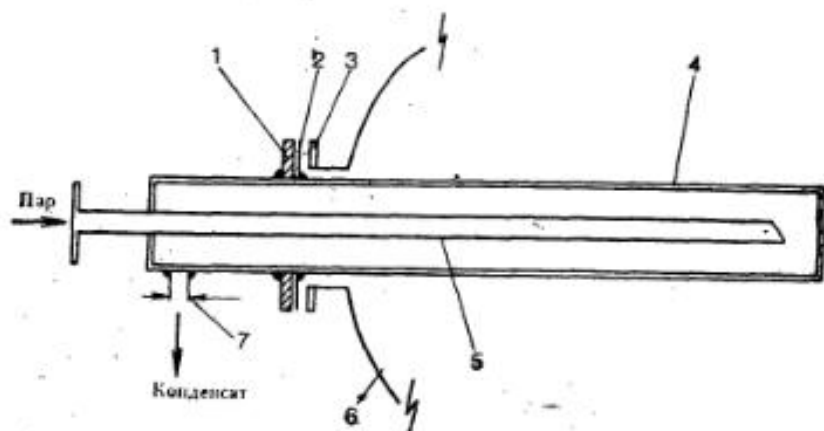


Рис. 5. Схема подогревателя для тепловой обработки коньячных спиртов в эмалированных резервуарах.

Рационализаторы винсовхоза «Таврия» В. В. Жужа, И. И. Петров и А. В. Ларин предложили проводить нагрев коньячных спиртов с помощью подогревателя (рис. 5), проходящего через боковой фланец 3 эмалированного резервуара 6 емкостью 2000 дал. Подогреватель представляет собой трубу 4 из нержавеющей стали диаметром 100 мм и длиной 3500 мм, в которую вмонтирована стальная трубка 5 диаметром 13,5 мм. Пар подается в трубку 5, а конденсат удаляется через боковой патрубок 7. Подогреватель крепится к резервуару через фланцы 1, 2.

ТЕМПЕРАТУРНЫЕ УСЛОВИЯ ХРАНЕНИЯ КОНЬЯЧНЫХ СПИРТОВ

Температурные условия хранения оказывают существенное влияние на созревание спирта, особенно при резервуарном хранении. Снижение температуры вызывает замедление химических реакций.

Были исследованы [16] изменения состава коньячных спиртов различного возраста за 2 периода: апрель — сентябрь и октябрь — март. Исследования показали, что увеличение титруемой и летучей кислотностей, накопление эфиров, альдегидов, общего экстракта, дубильных веществ и фурфурола наиболее интенсивно происходят в летние месяцы. Следует также отме-

тить, что в молодых спиртах экстрактивные вещества накапливаются более интенсивно, чем в выдержанных (табл. 3).

Таблица 3

Коньячный спирт	Выдержка коньячного спирта в резервуарах					
	первый год		второй год		третий год	
	апрель	сентябрь	апрель	сентябрь	апрель	сентябрь
<i>Дубильные вещества, мг/л</i>						
Молодой	—	170	200	280	308	350
Однолетний	150	270	290	373	380	425
Двухлетний	320	410	428	532	550	600
Трехлетний	450	565	590	700	720	740
Четырехлетний	745	800	810	850	860	890
<i>Фурфурол, мг/л</i>						
Молодой	6,1	7,4	7,4	7,9	8,0	8,1
Однолетний	18,5	19,8	20,0	21,5	21,7	22,2
Двухлетний	4,2	5,1	5,2	5,7	5,9	6,2
Трехлетний	4,0	4,2	4,2	4,3	4,3	4,5
Четырехлетний	20,9	21,0	21,1	21,3	21,2	21,5

Процессы, происходящие при выдержке коньячного спирта, связаны с участием кислорода. При повышенных температурах хранения его расход увеличивается. В молодом спирте содержание кислорода близко к величине полного насыщения; за летние месяцы его количество снижается почти в 2,5 раза, зимой расход его незначителен. В процессе дальнейшего хранения тенденция потребления кислорода сохраняется, но расход его значительно уменьшается.

Коньячные спирты зачастую хранят на производстве в неотапливаемых помещениях, в связи с чем процесс созревания спиртов замедляется.

Авторы [13] в течение трех лет изучали процессы, происходящие при выдержке коньячных спиртов в резервуарах в неотапливаемом помещении, где в течение 4 мес температура не превышала 5°С (контроль), и в помещении, отапливаемом в зимнее время (температура около 20°С). В табл. 4 представлены данные по изменению содержания летучих и нелетучих компонентов коньячного спирта. Накопление титруемых и летучих кислот, альдегидов и эфиров в спиртах, хранившихся в отапливаемом помещении, более интенсивно, чем в спиртах, выдерживаемых в неотапливаемом помещении. При повышении температуры хранения особенно увеличивается количество экстрактивных компонентов. Содержание дубильных веществ, лигнина и ароматических альдегидов также было значительно больше, чем в контрольных спиртах. Органолептическая харак-

теристика показала более **высокое качество** спиртов, хранившихся в отапливаемом помещении.

Таблица 4

Компоненты	Молодой спирт	Отапливаемое помещение			Неотапливаемое помещение		
		Изменение содержания компонентов спирт (в мг/л) при выдержке в резервуарах, лет					
		1	2	3	1	2	3
Кислоты							
титруемые	272	355	508	545	308	331	435
легучие	65,9	75,0	88,4	93,8	67,1	73,7	75,7
Альдегиды	29,2	54,9	66,3	71,1	45,5	50,2	54,9
Эфиры	170	263	297	346	230	249	296
Фурфурол	7,5	8,1	8,8	9,4	7,8	8,4	8,7
Дубильные вещества	—	330	600	650	130	290	350
Лигнин	—	220	400	470	90	200	240
Ароматические альдегиды	—	2,0	2,5	4,0	1,0	1,5	2,5

Спирты, хранившиеся в течение 3 лет в отапливаемых помещениях, получили более высокую дегустационную оценку (на 0,2 балла), чем контрольные спирты, выдержанные в неотапливаемом помещении.

Температурные условия хранения влияют и на изменение спектральных характеристик. На рис. 6 показана динамика из-

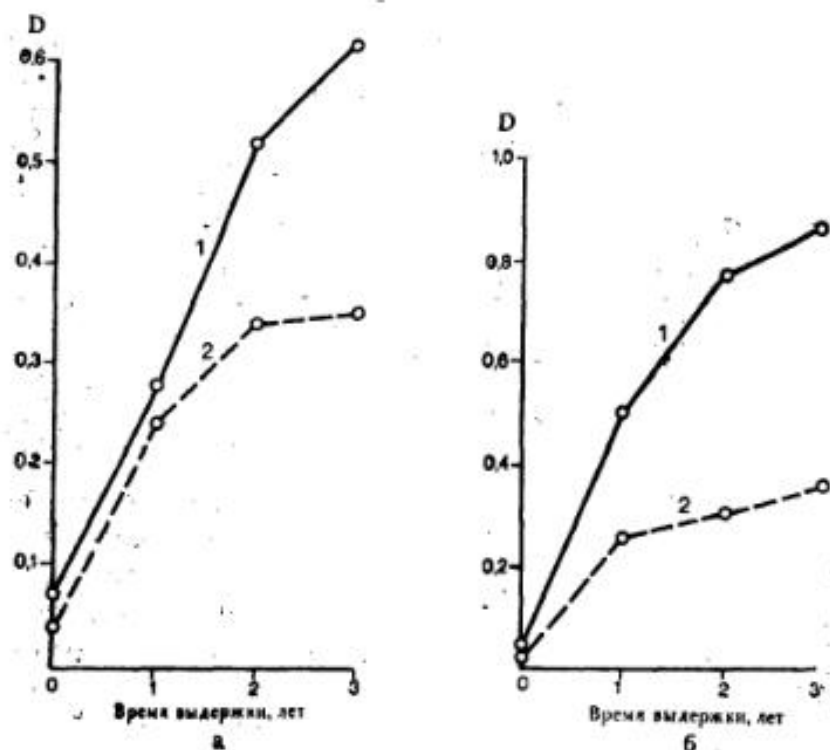


Рис. 6. Изменение оптической плотности коньячных спиртов за 3 года выдержки:

а — в ультрафиолетовой части спектра ($\lambda = 278$ нм); б — в видимой ($\lambda = 453$ нм); коньячный спирт хранился: 1 — в отапливаемом помещении; 2 — в неотапливаемом.

менения оптической плотности в ультрафиолетовой и видимой частях спектра при созревании коньячных спиртов при разных температурных условиях. В спиртах, выдержанных в отапливаемом помещении, наблюдалось значительно большее увеличение оптической плотности, чем в контрольных образцах. Нарастание оптической плотности происходит в основном за счет накопления дубильных веществ, лигнина, карбонильных соединений.

В результате проведенных исследований был сделан вывод, что температура для выдержки коньячных спиртов резервуарного хранения должна быть не ниже 15°C , а оптимальная температура хранения — $20-25^{\circ}\text{C}$.

ДОЗИРОВАНИЕ КИСЛОРОДА

Исследования окислительно-восстановительных процессов при выдержке коньячных спиртов, проведенные Л. М. Джанпоядяном, Ц. Л. Петросян, И. М. Скурихиным, Э. М. Шприцманом, А. Л. Сирбиладзе и др., показали их важность для формирования вкусовых качеств коньяка.

В технологической инструкции предусматривалось насыщение коньячного спирта кислородом 1—2 раза в год. По методу КПИ дозирование кислорода осуществляется в газовую камеру резервуара до создания избыточного давления 0,01—0,02 МПа. По методу ВНИИВиВ «Магарач» кислород вводят непосредственно в спирт.

Следует отметить, что на производстве не проводился систематический контроль за дозированием кислорода. По-видимому, такое положение было вызвано рядом обстоятельств: отсутствием четкой методики по дозированию кислорода, конструктивными особенностями резервуаров, отсутствием методов контроля и т. д.

Исследования, проведенные авторами, показали неравномерное распределение кислорода и перекисей по слоям спирта в резервуаре (табл. 5).

Как видно из таблицы, в однолетнем и двухлетнем спиртах содержание кислорода в нижнем слое в 1,4—1,6 раза, а в трех-

Таблица 5

Коньячный спирт	Содержание кислорода (в мг/л) в слоях спирта			Содержание перекисей (в мг/л) в слоях спирта		
	нижнем	среднем	верхнем	нижнем	среднем	верхнем
Однолетний	8,4	9,6	11,8	0,61	0,46	0,31
Двухлетний	4,7	6,2	9,9	0,76	0,61	0,46
Трехлетний	1,1	2,6	3,2	1,27	1,06	0,91
Четырехлетний	0,8	1,2	2,1	1,22	1,07	0,91

и четырехлетнем спиртах в 3 раза меньше, чем в верхнем слое. Распределение перекисей по высоте слоя спирта противоположно распределению кислорода, наибольшее их количество находится в нижних слоях.

Ю. Е. Фалькович и А. Т. Пименов [17] изучали динамику потребления кислорода спиртами различных возрастов. Под наблюдением находились коньячные спирты, выдерживаемые в цистернах и контрольных бочках (табл. 6). В течение года в спирт кислород не дозировался.

Таблица 6

Коньячный спирт	Содержание кислорода (в мг/л) в слоях спирта			
	в цистерне		в контрольной бочке	
	верхнем	нижнем	верхнем	нижнем
Четырехлетний				
после залива	16,0	15,7	15,8	15,8
через 6 мес (июль)	14,8	14,0	13,2	10,8
через год	11,7	10,4	11,3	11,3
Трехлетний				
после залива	15,0	14,8	14,7	14,6
через 6 мес (июль)	13,8	13,0	15,4	10,7
через год	10,2	9,5	10,5	10,5
Двухлетний				
после залива	15,3	15,1	15,0	15,0
через 6 мес (июль)	12,5	10,4	15,3	10,7
через год	8,2	3,4	10,7	10,7
Однолетний				
после залива	16,3	16,1	16,2	16,0
через 6 мес (июль)	11,8	8,3	15,8	10,5
через год	4,0	1,8	11,2	11,2

В результате исследований установлено, что в цистернах наблюдается большое отклонение от естественного хода старения. В молодом коньячном спирте содержание кислорода составляет 15—18 мг/л и снижается по мере выдержки. Коньячные спирты особенно интенсивно потребляют кислород на первом и втором году выдержки. Так, при выдержке в цистернах через год содержание кислорода в однолетнем спирте уменьшилось в 4 раза, в двухлетнем — вдвое.

Концентрация кислорода в спиртах бочкового хранения была не ниже 10 мг/л. При выдержке в бочках идет расходование кислорода и одновременно естественное проникновение воздуха через шпунтовые отверстия и поры дубовой клепки. Количество кислорода, которое имеют коньячные спирты в момент залива в резервуары, уменьшается, и его явно недостаточно для дальнейшего созревания спирта. Поэтому резервуарный метод предусматривал подачу кислорода с воздухом либо из газовых баллонов.

По данным И. М. Скурихина, при насыщении коньячного спирта воздухом максимальная растворимость кислорода достигает 19 мг/л, а при использовании кислорода 32—37 мг/л. Н. Т. Семененко и Ж. Н. Фролова [18] изучали динамику связывания молекулярного кислорода коньячными спиртами разных лет выдержки. Согласно их данным, все коньячные спирты в возрасте от 1 до 11 лет связывают в 2—3 раза больше молекулярного кислорода, чем при насыщении спиртов воздухом.

Имеются различные мнения по методике дозирования кислорода. Ю. Е. Фалькович и А. Т. Пименов исследовали 2 метода дозирования кислорода: 1) кислород задавали в газовую камеру цистерны, 2) барботировали его через спирт. По их мнению, кислород следует подавать в нижний слой спирта, так как при этом происходит более равномерное его распределение (табл. 7).

Таблица 7

Концентрация спирта, % об.	Концентрация кислорода (в мг/л) в слоях спирта					
	в момент контроля		при добавлении кислорода в газовую камеру		при добавлении кислорода в нижнюю часть цистерны	
	верхнем	нижнем	верхней	нижней	верхнем	нижнем
<i>Однолетний спирт</i>						
66,6	8,9	2,3	—	—	16,2	15,8
68,0	7,3	2,0	15,0	8,2	—	—
65,0	12,1	2,7	—	—	15,1	14,9
<i>Двухлетний спирт</i>						
67,0	13,5	4,1	15,2	7,0	—	—
65,0	13,0	3,2	—	—	15,2	15,0
67,8	7,9	2,5	11,3	7,7	—	—
65,5	7,4	3,5	—	—	14,2	13,8

Авторы [13] в течение ряда лет исследовали влияние газовой камеры на состав коньячного спирта. Одни образцы выдерживали в резервуарах, заполненных спиртом до фланца, другие хранили с газовой камерой (5% объема резервуара). В первые 2 резервуара с отъемом и без отъема спирта 2 раза в год задавали кислород непосредственно в спирт. Два других резервуара с отъемом и без отъема спирта хранили без подачи кислорода. Как показали химические и газохроматографические исследования, различий в составе и качестве коньячных спиртов, хранившихся с отъемом и без отъема спирта, не было (табл. 8).

Судя по полученным данным, наличие или отсутствие газовой камеры не оказывает влияния на состав коньячного спирта, поэтому спирты целесообразно хранить в резервуарах с газовой камерой в пределах 2% (на расширение объема за счет увеличения температуры). Дозирование кислорода следует производить непосредственно в коньячный спирт. Уменьшение газовой

Таблица 8

Компоненты	Исходный спирт (молодой)	Изменение компонентов в резервуарах после 3 лет выдержки			
		с отъемом спирта		без отъема спирта	
		I	II	I	II
Кислоты, мг/100 мл б. с.					
титруемые	21,9	73,3	71,7	75,8	71,4
летучие	7,7	10,3	8,9	13,8	8,8
Альдегиды, мг/100 мл б. с.	3,2	13,4	11,5	13,2	10,8
Ацетали, мг/100 мл б. с.	0,5	2,1	1,7	2,2	1,8
Уксусный альдегид, мг/л	10,2	34,5	23,9	30,8	25,8
Этилформнат, мг/л	3,4	9,5	8,5	9,0	7,6
Изомасляный альдегид + ацетон, мг/л	0,78	1,2	1,0	1,3	1,0
Этилацетат, мг/л	218	412	360	370	340
Этилпропионат, мг/л	0,78	1,3	1,1	1,2	1,1
Пропилацетат, мг/л	0,46	0,83	0,73	1,0	0,78
Пропанол, мг/л	302	280	268	286	270
Изобутанол, мг/л	280	266	263	270	257
Бутанол, мг/л	15,4	12,6	14,2	14,9	11,4
Изопентанол (активный), мг/л	178	160	157	167	157
Изопентанол, мг/л	1284	1230	1160	1214	1154
Дубильные вещества, мг/л	—	440	400	480	480

Примечание. I — кислород дозировался 2 раза, II — не дозировался.

камеры позволит без всяких затрат увеличить объем спиртов на выдержке.

Задачу кислорода производят из баллонов через дозаторы и установки различного типа. По методу института «Магарац» кислород вводят через специальный дозатор при перекачивании спирта насосом (рис. 7). Дозатор представляет собой форсунку, через которую подают кислород, засасываемый проходящей струей спирта при перекачивании его центробежным насосом.

Р. И. Майсурадзе и Р. Г. Манашеров [19] разработали и испытали на Тбилисском коньячном заводе систему программного дозирования кислорода. Кислород дозируется малыми порциями в течение 1,5 ч при механическом перемешивании, что способствует равномерному распределению кислорода и дубильных веществ по всему объему спирта.

А. Г. Коротаев и Т. А. Начева [20] предложили для насыщения кислородом коньячных спиртов устанавливать специальные распылители с пористой поверхностью внутри резервуара. Распылители располагаются вдоль всей длины цистерны, что обеспечивает равномерное мелкодисперсное распределение кислорода во всем объеме коньячного спирта. Создается возможность управления и автоматизации этого процесса.

Имеются противоречивые данные по кратности дозирования кислорода в процессе резервуарной выдержки коньячных спиртов. А. Л. Сирбиладзе [21] считает, что при выдержке коньячных спиртов в резервуарах без подачи и с подачей кислорода

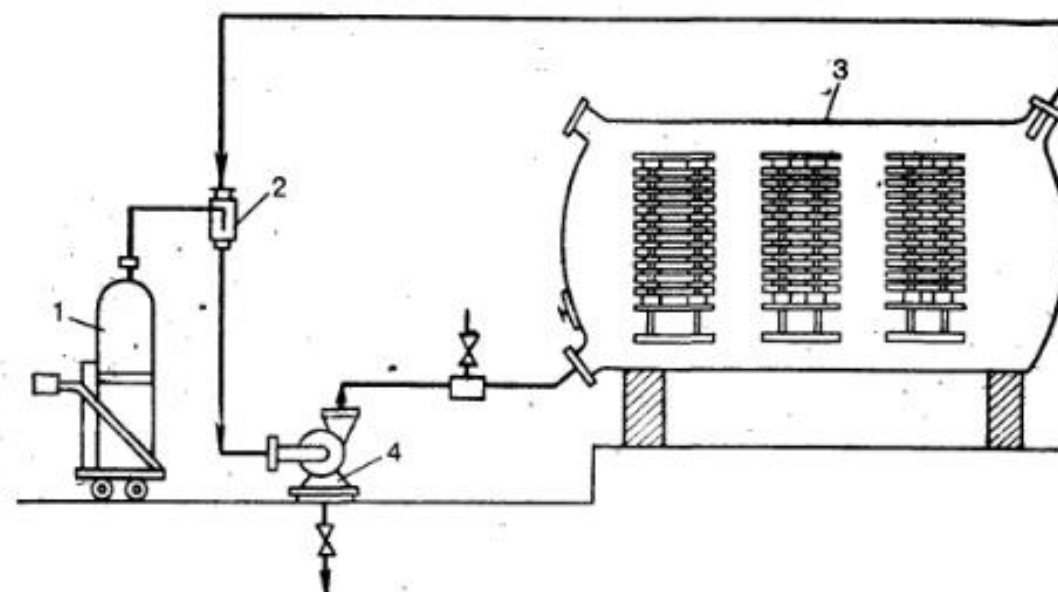


Рис. 7. Схема дозирования кислорода по методу ВНИИВиВ «Магарац»: 1 — баллон с кислородом; 2 — дозатор кислорода; 3 — резервуар; 4 — насос.

окислительно-восстановительные процессы протекают идентично, поэтому нет необходимости искусственно вводить кислород. Ю. Е. Фалькович и А. Т. Пименов при исследовании кислородного режима коньячных спиртов установили, что за первый год выдержки содержание кислорода уменьшается вдвое, а через 3 года составляет менее 1 мг/л. Они считают целесообразным поддерживать концентрацию кислорода в спирте на уровне 10 мг/л.

В. С. Литвак и В. П. Осипова [13] изучали влияние кратности дозирования кислорода на созревание коньячного спирта. Была исследована динамика изменения состава спиртов при выдержке с однократным и двукратным дозированием кислорода в год. Контролем служил спирт, выдерживаемый в резервуаре без дозирования кислорода и в бочках, изготовленных из той же древесины, что и клепки в резервуаре. Содержание кислорода определяли в производственных условиях 2 раза в год в течение всего периода хранения (табл. 9).

Было показано, что к спиртам, хранившимся в контрольных дубовых бочках, наиболее близки по содержанию в них растворенного кислорода спирты, в которые 2 раза в год дозировался кислород. В остальных образцах количество растворенного кислорода было значительно ниже, чем в бочках.

Таблица 9

Спирт	Содержание кислорода в среднем слое (в мг/л) при дозировании кислорода			
	контроль (кислород не дозировался)	1 раз в год	2 раза в год	контрольная бочка
Исходный	16,7	16,7	16,7	16,7
Однолетний	6,7	6,8	13,4	12,8
Двухлетний	5,0	5,5	11,1	12,3
Трехлетний	4,0	4,3	10,3	7,0
Четырехлетний	3,2	4,0	9,9	6,8

Коньячные спирты четырехлетнего возраста, выдержанные в резервуарах без подачи кислорода и с однократным его дозированием, были близки по химическому составу и качеству (табл. 10). Иная картина получена при двукратном дозировании кислорода: наблюдалось увеличение содержания летучих и нелетучих компонентов спирта по сравнению с однократным дозированием кислорода и несколько меньшее, чем при бочковом хранении, содержание кислот и эфиров. Вместе с тем в спиртах, выдержанных в бочках, всегда отмечается меньшее количество дубильных веществ и лигнина и больше ароматических альдегидов, чем в спиртах резервуарной выдержки. По органолептической характеристике спирты с двукратным дозированием кислорода получили одинаковую оценку со спиртами бочкового хранения (8,2 балла). Коньячные спирты с однократным дозированием кислорода и без дозирования были несколько худшего качества (дегустационная оценка 8,1 балла).

Таблица 10

Компоненты	Исходный спирт (молодой)	Изменение компонентов коньячного спирта четырехлетнего возраста, выдержанного в			
		резервуарах			контрольной бочке
		I	II	III	
Кислоты, мг/100 мл б.с. титруемые	21,9	71,4	70,6	78,8	90,3
летучие	7,7	8,8	8,8	13,8	21,8
Альдегиды, мг/100 мл б.с.	3,2	10,8	11,0	13,2	14,9
Апетали, мг/100 мл б.с.	0,5	2,2	2,2	2,8	2,0
Эфиры, мг/100 мл б.с.	38,6	57,6	60,2	70,6	89,4
Фурфурол, мг/100 мл б.с.	1,1	2,0	2,1	2,4	2,3
Дубильные вещества, мг/л	—	400	420	480	270
Лигнин, мг/л	—	320	320	400	210
Ароматические альдегиды, мг/л	—	4,0	4,0	6,5	9,0

Примечание. I — кислород не дозировался, II — дозировался 1 раз, III — 2 раза.

Ю. Е. Фалькович и А. Т. Пименов [22] также изучали изменение химического состава коньячных спиртов в зависимости от содержания кислорода. Было показано, что по мере хранения спиртов заметно повышается концентрация в них кислот и эфиров. Причем чем больше в спирте растворенного кислорода и выше температура, тем интенсивнее процесс накопления кислот и эфиров.

А. Д. Лашхи, М. Д. Швангирадзе и Ц. К. Кандарели [23] установили, что в спиртах без подачи кислорода накапливается меньше, чем в спиртах с двукратным дозированием кислорода, карбонильных соединений (на 30—40%), уксусного, пропионового, масляного и изовалерианового альдегидов, метилэтилкетона.

Авторы исследовали ароматические вещества коньячных спиртов методом газожидкостной хроматографии. При прямом вводе пробы в спиртах было определено 32 компонента, из них 26 идентифицированы. Было установлено, что коньячные спирты, полученные с двукратным дозированием кислорода, отличаются по содержанию высококипящих компонентов. Общая их сумма (в мг/л) была на 20% больше, чем в спиртах без подачи кислорода (табл. 11).

Таблица 11

Высококипящие компоненты	Исходный спирт (молодой)	Изменение содержания компонентов четырехлетнего коньячного спирта, выдержанного в		
		резервуарах		контрольной бочке
		I	II	
Сложные эфиры				
легколетучие	16,0	22,0	24,7	25,1
высококипящие				
в том числе энанти-	7,9	12,0	16,2	15,3
вые эфиры	6,6	8,4	10,1	9,2
β-фенилэтанол	3,0	3,9	5,0	4,5
Общая сумма ароматических веществ	30,5	41,8	51,8	49,3

Примечание. I — кислород не дозировался, II — дозировался 2 раза.

Особую роль в сложении аромата и вкуса коньячного спирта играют эфиры, придающие коньяку мягкость и специфический аромат. Кроме компонентов энантивого эфира положительное влияние на улучшение качества спирта оказывают изобутиловые и изоамиловые эфиры жирных кислот. В опытных образцах количество этих веществ в процессе четырехлетней выдержки увеличивалось, причем более значительно в тех спиртах, где содержание растворенного кислорода находилось на уровне 10 мг/л.

Как известно, высококипящие эфиры имеют нежный фруктовый аромат, который облагораживает букет коньячного спирта.

Общая сумма высококипящих эфиров была в 1,4 раза больше в спиртах с дозированием кислорода. В этих же спиртах отмечено увеличение концентрации ароматического спирта β-фенилэтанол.

В новых технологических инструкциях предусматривается дозирование кислорода непосредственно в нижний слой спирта 2 раза в год. Рекомендовано применение дозаторов. Один раз в год целесообразно дозирование кислорода совмещать с перемешиванием спирта.

ПОТОЧНЫЙ СПОСОБ ВЫДЕРЖКИ

Л. М. Джанполадян и Ц. Л. Петросян [24] предложили проводить резервуарную выдержку коньячного спирта в пульсирующем потоке (рис. 8). В основу этой технологии заложены процессы периодической активации клепок кислородом воздуха и создание пульсирующего потока в определенные промежутки времени.

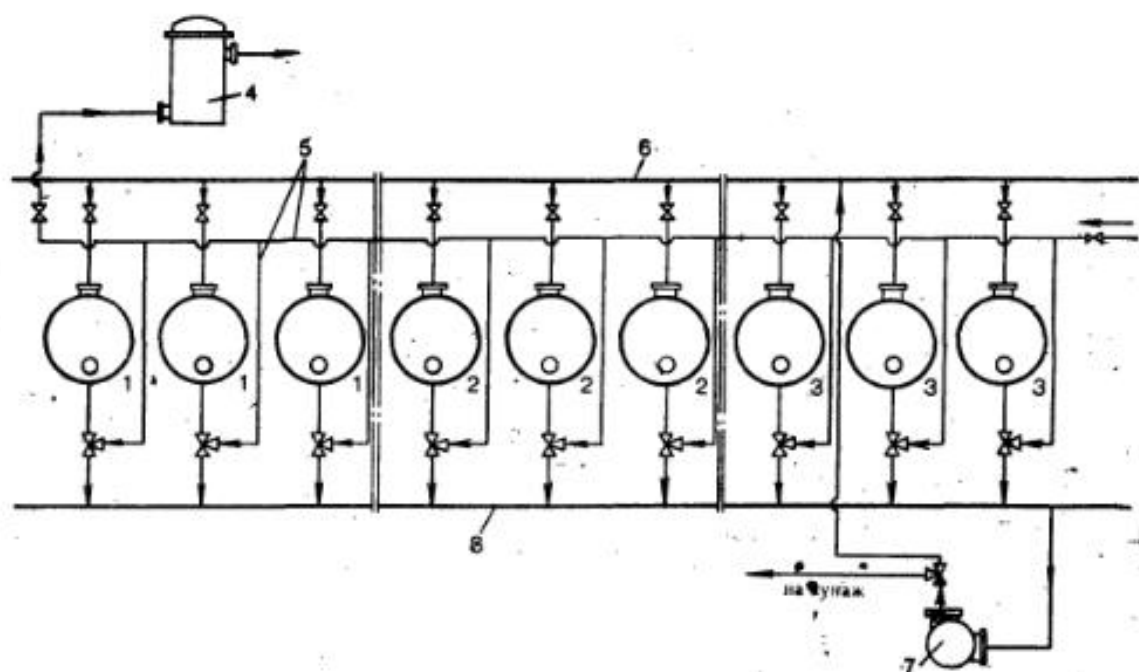


Рис. 8. Технологическая схема выдержки коньячных спиртов в пульсирующем потоке:

1, 2, 3 — резервуары; 4 — спиртоловушка; 5 — газостводные трубы; 6 — нагнетательная линия; 7 — насос; 8 — всасывающая линия.

В линию устанавливают эмалированные резервуары одинаковой вместимости и соединяют их стеклянными или эмалированными трубопроводами — образуется система сообщающихся сосудов, необходимая для выравнивания уровня спирта во всех резервуарах. Резервуары загружают клепками, прошедшими обычную обработку.

Резервуары в линии делят на 3 секции, кроме того, выделяют несколько резервуаров для молодого спирта, используемого для доливки. Число резервуаров должно быть кратным 3, если отбирается $\frac{1}{3}$ часть созревшего спирта, и кратным 4 при отборе $\frac{1}{4}$ части.

Секции нумеруются в следующем порядке: 1 — спирты однолетние, 2 — спирты двухлетние, 3 — спирты трехлетние.

Спирт в резервуары заливают с таким расчетом, чтобы при повышении температуры (и следовательно, при увеличении объема спирта) не произошел его перелив.

Линию подготавливают к пуску одним из следующих методов.

1. Каждую секцию линии заполняют спиртом соответствующего возраста. Через 3 мес во все резервуары доливают спирт одно-, двух- и трехлетний в том объеме, который впитался в клепку. Такая доливка производится один раз при пуске линии.

2. Секцию 1 заполняют молодым спиртом, секцию 2 — однолетним, секцию 3 — двухлетним спиртом. Через год из секции 3 отбирают для купажа спирт трехлетней выдержки и линия начинает работать постоянно.

3. Заполняют все секции молодым коньячным спиртом и постепенно в течение 3 лет переходят на пульсирующий поток.

Возраст коньячного спирта в секции 3 должен быть 3 года. Из этой секции спирт для купажа коньяка отбирается в коли-

Таблица 12

Компоненты спирта	Слой спирта			Среднее по слоям
	верхний	средний	нижний	
Дубильные вещества	817	387	432	307
	438	450	454	448
Полифенолы	132	132	172	145
	94	105	126	108
Перекисное число	2,82	3,04	3,35	3,07
	2,60	2,81	2,98	2,79
Общий азот	8,76	9,82	9,82	9,47
	7,16	7,71	8,20	7,69
Аминокислоты	3,26	4,35	5,44	4,35
	4,35	5,58	7,75	5,89

Примечание. В числителе дается содержание компонентов (в мг/л) в спирте, выдержанном на активированной клепке, в знаменателе — на неактивированной.

честве $\frac{1}{3}$ или $\frac{1}{4}$ части объема спирта. Резервуары этой секции доливаются двухлетним спиртом из резервуаров секции 2, которые в свою очередь доливаются однолетними спиртами из резервуаров секции 1; последние доливаются молодым спиртом. Периодически освобождающиеся (каждые 9 мес) резервуары секции 3 герметически закрывают и проводят активацию клепок в течение 5 сут, затем резервуары заполняют трехлетним спиртом.

Активация клепок (табл. 12) способствует увеличению перекисного числа, интенсифицирует окислительное дезаминирование аминокислот, приводит к увеличению содержания полифенолов и азотистых веществ. Содержание высших спиртов составило соответственно: в спиртах, выдержанных на активированной клепке, — 1527 мг/л, на неактивированной — 1425 мг/л.

Коньячные спирты, полученные в пульсирующем потоке, отличаются высоким качеством и превосходят контрольные образцы.

По данным Л. М. Джанполадяна и Ц. Л. Петросян [25], спирты, выдерживаемые в пульсирующем потоке, имеют близкий химический состав в течение всего срока эксплуатации установки. Следует провести широкие производственные испытания этого способа.

ИЗВЛЕЧЕНИЕ СПИРТА ИЗ КЛЕПОК

В дубовую клепку впитывается значительное количество коньячного спирта — более половины от ее массы. Поэтому в случае замены клепок во избежание больших потерь спирта его необходимо из них извлечь. Извлекают спирт из клепок водой (настаиванием) или паром. Так, при обработке их водой в течение 12 дней можно извлечь до 50% спирта [26]. По нашим данным, выдержка клепок в нагретой воде увеличивает выход спирта до 70%.

В. М. Малтабар и Э. Я. Мартыненко разработали метод извлечения спирта паром. Пар подается через верхнюю горловину резервуара, заполненного клепками; полученную смесь спиртовых паров и конденсата направляют через нижний сливной край в холодильник и затем в сборник.

Если извлечение спирта производят на коньячных заводах, занимающихся приготовлением коньяка, то целесообразно настаивать на клепке умягченную воду и направлять ее непосредственно в купаж коньяка. Заводы, занимающиеся только выдержкой коньячного спирта, не имеют такой возможности, поэтому на этих заводах целесообразно водно-спиртовой раствор добавлять к виноматериалу и направлять смесь на дистилляцию. В этом случае можно один и тот же водно-спиртовой раствор перемещать из одного резервуара в другой 2—3 раза и затем направлять на дистилляцию. Необходимо следить за

качеством этих растворов, так как низкая спиртуозность способствует появлению неприятных тонов во вкусе и аромате коньяка.

З. К. Чхеидзе, В. В. Инашвили предлагают объединять клепки из нескольких цистерн и только после этого извлекать из них спирт. Получается раствор удовлетворительного качества как по спиртуозности, так и по вкусовым показателям.

* * *

Таким образом, для улучшения качества коньячных спиртов резервуарной выдержки необходимо соблюдать следующие основные условия:

клепки должны сушиться на открытых площадках не менее 3 лет;

обработку клепок следует производить так же, как и новых бочек;

укладку клепок производить в штабеля, укладывая большую часть клепок на ребро, чтобы не препятствовать конвекционным токам спирта;

спирт в резервуар необходимо заливать в максимально возможном объеме, оставляя свободное пространство только на объемное расширение спирта в результате повышения температуры;

дозировать кислород следует непосредственно в коньячный спирт через дозатор 2 раза в год;

при использовании новой клепки целесообразно спирт через год выдержки переместить в резервуары со старой клепкой;

спирты, направляемые на выдержку в резервуары со старой клепкой, рекомендуется предварительно обогащать компонентами древесины дуба путем тепловой обработки на клепках или при дистилляции вина в экстракторах на термически обработанных кубиках;

по аналогии с бочковым хранением следует создавать «золотой фонд» клепок в резервуарах, производя их замену только в случае крайней необходимости;

температура в процессе выдержки должна быть в пределах $20 \pm 5^\circ\text{C}$;

производить выдержку спиртов в пульсирующем потоке;

при замене клепок в резервуаре из них должен быть извлечен коньячный спирт настаиванием (для настаивания используется умягченная вода) или обработкой паром.

Указанные положения учитывались при разработке новой технологической инструкции, которая была обсуждена и принята на VII Всесоюзной конференции специалистов коньячного производства (Ереван, 22—24 июня 1977 г.).

Глава II

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ КОНЬЯЧНЫХ СПИРТОВ В ПРОЦЕССЕ РЕЗЕРВУАРНОГО ХРАНЕНИЯ

В 60-х годах исследования в области резервуарного хранения коньячных спиртов были в основном сосредоточены вокруг метода обработки древесины. В 1961—1962 гг. на Ереванском, Тираспольском и Одесском коньячных заводах были проведены сравнительные производственные испытания по выдержке коньячных спиртов на дубовой древесине, обработанной обычным (КПИ), щелочным (ВНИИВиВ «Магарач») и термическим (АрмНИИВВиП) способами. В результате этих исследований было установлено, что при хранении коньячных спиртов в резервуарах происходят те же химические процессы, что и при выдержке в бочках.

По данным М. С. Седракяна и В. С. Литвака [27], коньячные спирты, выдержанные на Ереванском коньячном заводе на древесине обычной и щелочной обработок, близки по своему составу, а спирты, созревшие на термически обработанных клепках, содержат большее количество фурфурола, оксиметилфурфурола, метилфурфурола и гексоз (табл. 13). Спирты бочкового и резервуарного хранения были близки по содержанию альдегидов и высших спиртов. Содержание гексоз, дубильных веществ и экстракта в спиртах бочкового хранения было значительно ниже.

Таблица 13

Компоненты	Исходный спирт	Изменение содержания компонентов (в мг/л) коньячного спирта, выдержанного в			контроль- ной бочке
		резервуарах на клепках, обработанных методами			
		обычным	щелочным	термичес- ким	
Кислоты					
титруемые	—	2100	2250	2250	2100
летучие	300	600	690	480	660
Альдегиды	484	347	380	385	378
Ацетали	17,7	60,7	61,9	35,4	29,6
Высшие спирты	2014	2065	2041	2065	2076
Фурфурол	1,3	2,1	1,7	5,1	2,4
Фурфурол, метилфурфурол	—	17,5	16,5	36,0	18,5
Оксиметилфурфурол	—	5,5	11,0	25,0	1,0
Гексозы	—	108	82	218	97
Дубильные вещества	—	451	731	477	164
Экстракт	—	2500	2970	2600	1620

И. М. Скурихин [28] отмечал, что в содержании летучих компонентов между вариантами резервуарной выдержки и бочковым контролем заметной разницы не наблюдается. Количество же экстрактивных веществ в спиртах резервуарной выдержки значительно выше, чем в спиртах бочковой выдержки.

В 1963 и 1966 гг. были проведены дегустации опытных коньячных спиртов Центральной дегустационной комиссией. В табл. 14 приведены средние дегустационные оценки коньячных спиртов, выдержанных на древесине различных методов обработки.

Таблица 14

Коньячный спирт	Дегустационные оценки (в баллах) спиртов, выдержанных в			
	резервуарах на клепках, обработанных методами			контрольной бочке
	обычным	щелочным	термическим	
Однолетний	7,61	7,56	7,53	7,69
Двухлетний	7,50	7,52	7,55	7,44
Трехлетний	8,04	7,97	7,86	7,99

Дегустации показали, что метод обработки клепок не оказывает существенного влияния на качество спиртов. С этого времени научно-исследовательская работа сосредоточивается на изучении химизма процесса старения и разработке мероприятий по улучшению качества спиртов резервуарного хранения.

ПРЕВРАЩЕНИЕ ЛЕТУЧИХ КОМПОНЕНТОВ

Созревание коньячного спирта — это наиболее сложный процесс в производстве коньяка. Коньячный спирт постепенно извлекает из древесины компоненты дуба, которые растворяются в спирте и подвергаются различным превращениям. В процессе созревания, протекающем в порах древесины и в жидкости, происходят реакции гидролиза, дегидратации, окисления, восстановления, ацеталеобразования, эфиообразования и т. д. В результате этих реакций накапливаются новые соединения, которые характеризуют букет и вкус выдержанного коньячного спирта. Химический состав летучих компонентов коньячного спирта представлен основными классами веществ: спиртами, альдегидами, ацеталами, эфирами, кислотами. За период выдержки их содержание изменяется.

И. Б. Платонов [29] показал, что при двухлетней выдержке накопление летучих кислот, альдегидов и экстракта более заметно в резервуарах, чем в бочках.

В. С. Литвак, Ю. Е. Фалькович и В. П. Осипова [30] изучали изменение химического состава коньячных спиртов различного возраста в резервуарах с погруженной клепкой и в бочках. Для исследований были взяты спирты от молодого до 4-летнего. Выдерживали их в течение 3 лет. Два раза в год проводили аналитические и органолептические определения. В табл. 15 приведены данные по изменению химического состава этих спиртов (в мг/л).

Коньячный спирт	Титруемая кислотность		Летучие кислоты			Эфи	
	в начале опыта	после выдержки		в начале опыта	после выдержки		
		1 год	3 года		1 год		3 года
Молодой	270	$\frac{326}{410}$	$\frac{378}{507}$	64,6	$\frac{78,6}{88,0}$	$\frac{94,6}{110,0}$	170
Однолетний	267	$\frac{330}{422}$	$\frac{396}{579}$	75,2	$\frac{87,6}{151}$	$\frac{99,0}{189}$	101
Двухлетний	420	$\frac{468}{552}$	$\frac{534}{696}$	81,6	$\frac{96,0}{172}$	$\frac{119}{190}$	117
Трехлетний	678	$\frac{708}{774}$	$\frac{768}{852}$	98,8	$\frac{120}{172}$	$\frac{156}{189}$	110
Четырехлетний	762	$\frac{786}{810}$	$\frac{816}{852}$	99,0	$\frac{117}{145}$	$\frac{140}{168}$	120

Примечание. В числителе приведены значения содержания в бочке.

С увеличением срока хранения коньячных спиртов наблюдается нарастание общей и летучей кислотности. Наиболее интенсивный рост кислот происходит в первые годы выдержки.

В молодом и однолетнем спиртах резервуарного хранения титруемая кислотность за первый год повысилась в среднем на 25%, в дальнейшем — не более 13%, в спиртах двух и более лет выдержки — от 2 до 10% в год. При бочковом хранении коньячных спиртов — соответственно на 50% и от 2 до 15%.

Количество летучих кислот в спиртах резервуарного хранения в процессе 3-летней выдержки увеличивается на 50%, в спиртах бочкового хранения — более чем на 100%. Летучие кислоты оказывают существенное влияние на качество спирта. Высококипящие кислоты и их эфиры обладают приятным запахом и улучшают букет коньяка. Напротив, низкокипящие кислоты (уксусная, муравьиная) оказывают отрицательное влияние.

В коньячных спиртах методом бумажной хроматографии были идентифицированы муравьиная, уксусная, пропионовая, изомасляная, изовалериановая, капроновая, каприловая кислоты. Наибольшее количество приходится на уксусную и пропионовую кислоты. В коньячных спиртах, хранившихся в резервуарах и бочках, не наблюдается различий в составе летучих кислот. В процессе выдержки происходит как некоторое их накоп-

Таблица 15

ры	Высшие спирты		Альдегиды			Ацетали					
	после выдержки		в начале опыта	после выдержки		в начале опыта	после выдержки				
	1 год	3 года		1 год	3 года		в начале опыта	1 год	3 года		
	$\frac{202}{215}$	$\frac{238}{255}$	2983	$\frac{2889}{2835}$	$\frac{2520}{2554}$	64,5	$\frac{112}{88,0}$	$\frac{123}{103}$	13,6	$\frac{16,5}{15,8}$	$\frac{17,8}{17,0}$
	$\frac{110}{125}$	$\frac{123}{157}$	2810	$\frac{2645}{2595}$	$\frac{2490}{2454}$	90,6	$\frac{106}{99,0}$	$\frac{122}{106}$	14,1	$\frac{18,5}{18,9}$	$\frac{21,2}{21,2}$
	$\frac{126}{133}$	$\frac{167}{172}$	2893	$\frac{2788}{2720}$	$\frac{2718}{2612}$	96,0	$\frac{92,8}{99,0}$	$\frac{110}{108}$	16,5	$\frac{17,8}{19,3}$	$\frac{18,9}{23,6}$
	$\frac{115}{115}$	$\frac{130}{147}$	2745	$\frac{2547}{2529}$	$\frac{2343}{2411}$	112	$\frac{121}{120}$	$\frac{144}{125}$	22,4	$\frac{23,7}{23,6}$	$\frac{28,9}{28,9}$
	$\frac{141}{152}$	$\frac{171}{176}$	2773	$\frac{2531}{2647}$	$\frac{2352}{2519}$	132	$\frac{145}{139}$	$\frac{155}{147}$	28,3	$\frac{29,5}{26,9}$	$\frac{33,0}{35,4}$

компонентов в спирте, выдерживаемом в резервуаре, в знаменателе —

ление, так и появление новых кислот. Если на первом году было 7 кислот, то спустя 3 года обнаружено уже 10 кислот.

В процессе выдержки коньячных спиртов растет количество эфиров. В спиртах бочкового хранения их накапливается несколько больше, чем в спиртах резервуарного хранения. При выдержке спиртов в резервуарах за 3 года количество эфиров увеличивается в среднем на 25—40%, в бочках несколько больше — на 35—50%. В опытных образцах идентифицировали эфиры муравьиной, уксусной, пропионовой, масляной, валериановой, капроновой и каприловой кислот. По составу эфиров в спиртах, хранившихся в цистернах и бочках, различий не обнаружено.

Общее количество высших спиртов в процессе выдержки несколько уменьшается, причем почти одинаково для спиртов резервуарного и бочкового хранения. По-видимому, они окисляются и вступают в реакции этерификации. В образцах иденти-

фицированы следующие высшие спирты: метанол, этанол, пропанол, изобутанол, *n*-бутанол, изоамилол, *n*-амилол, гексанол, гептанол и β -фенилэтанол. Наибольшее количество приходится на изоамиловый и изобутиловый спирты, в меньшем количестве содержатся *n*-пропиловый, метиловый и β -фенилэтиловый спирты.

При выдержке происходит увеличение содержания альдегидов и ацеталей. За 3 года хранения молодого и однолетнего спиртов в цистернах количество альдегидов увеличилось в 1,5—2 раза, в спиртах 2-, 3- и 4-летнего возраста — на 15—30%. При выдержке в бочках рост альдегидов в молодом и однолетнем спиртах составил 50%, в остальных спиртах — 10—18%. В опытных образцах были идентифицированы фурфурол, формальдегид, ацетальдегид, пропиловый, изомасляный, валериановый, капроновый, каприловый и энантовый альдегиды. Наибольшее количество приходится на муравьиный и уксусный альдегиды.

Авторы исследовали коньячные спирты в процессе 4-летней выдержки в эмалированных резервуарах и контрольных бочках с использованием метода газожидкостной хроматографии.

Легколетучие компоненты определяли на газовом хроматографе «Цвет-2» с пламенно-ионизационным детектором. В качестве неподвижной жидкой фазы был использован Карбовакс 300 (15%), нанесенный на хромосорб W (45—60 меш). Анализ проводили при изотермическом режиме, температура термостатирования 59°С. Были идентифицированы уксусный альдегид, этилформиат, ацетон, изомасляный альдегид, этилацетат, этилпропионат, пропилацетат, пропиловый, изобутиловый, бутиловый, изоамиловый спирты, 2 компонента неизвестны.

Высококипящие букетистые вещества экстрагировали пентаном и определяли на газовом хроматографе «Цвет-4». В качестве неподвижной фазы использовали Карбовакс 20 М (15%), нанесенный на хромосорб W (60—80 меш). Температура термостатирования 140°С. В экстрактах были идентифицированы высшие спирты от C₆ до C₁₀, β -фенилэтанол и сложные эфиры от C₄ до C₁₈.

В табл. 16 представлены данные по изменению содержания сложных эфиров, высших спиртов и альдегидов в процессе 4-летней выдержки коньячных спиртов в резервуарах и бочках.

В процессе выдержки коньячных спиртов происходит увеличение легколетучих и высококипящих эфиров. Сложные эфиры представлены в основном этиловыми эфирами жирных кислот, из них больше всего этилацетата, а также изобутиловыми и изоамиловыми эфирами жирных кислот. По качественному составу эфиров различий не наблюдается, однако в процессе выдержки в бочках обнаруживается несколько большее количество эфиров, чем при резервуарном хранении.

Многие исследователи отмечают, что вкус и букет коньячного спирта зависят от содержания в нем высших спиртов и,

главным образом, от их состава и химической структуры. Основными компонентами высших спиртов коньяка являются изоамиловый, изобутиловый и *n*-пропиловый спирты, тогда как гексиловый, гептиловый, октиловый и нониловый спирты находятся в незначительных количествах. По данным авторов, в процессе выдержки содержание высших спиртов уменьшается и различий в их количестве при бочковом и резервуарном хранении не наблюдается.

Таблица 16

Компоненты, мг/л	Коньячный спирт				
	молодой	двухлетний		четырёхлетний	
		резервуар	бочка	резервуар	бочка
Сложные эфиры					
Этилформиат	3,45	5,5	7,4	7,6	10,5
Этилацетат	218	304	371	340	435
Этилпропионат	0,78	1,11	1,15	1,15	1,38
Пропилацетат	0,46	0,73	0,68	0,78	0,83
Этилбутират, этилизовалерат	13,7	14,2	16,3	14,5	18,8
Изобутилбутират			Следы		
Изоамилвалерат	2,3	2,6	2,6	2,7	2,8
Этилкаприлат	2,1	2,3	2,4	2,4	3,2
Этилпеларгонат	0,02	0,03	0,02	0,06	0,04
Изобутилкаприлат	0,13	0,13	0,20	0,22	0,23
Этилкапринат	1,2	1,4	1,7	1,8	1,8
Изоамилкаприлат	0,05	0,04	0,06	0,06	0,07
Изоамилпеларгонат, изобутилкапринат	0,05	0,08	0,13	0,11	0,18
Этиллаурат, фенилэтилацетат	2,0	2,3	2,4	2,6	2,6
Этилмиристетат	2,2	2,2	2,2	2,3	2,5
Высшие спирты					
Пропанол	302	298	292	270	286
Изобутанол	280	274	273	257	270
Бутанол	15,4	14,6	14,1	11,5	13,4
Изопентанол (активный)	178	167	168	157	154
Изопентанол	1284	1214	1244	1154	1200
Гексанол	1,43	1,24	1,21	1,10	1,01
Гептанол			Следы		
Октанол			Следы		
Нонанол			Следы		
β -Фенилэтанол	3,0	3,6	4,0	3,6	4,5
Альдегиды					
Уксусный	10,2	18,6	20,8	25,7	29,4
Изомасляный	0,78	1,06	1,06	1,33	1,01

В спиртах идентифицированы уксусный и изомасляный альдегиды. В процессе 4-летней выдержки спиртов количество ацетальдегида увеличилось вдвое, а изомасляного альдегида почти не изменилось.

ПРЕВРАЩЕНИЕ НЕЛЕТУЧИХ КОМПОНЕНТОВ

При созревании коньячного спирта большое значение имеют превращения веществ, экстрагируемых из дубовой клепки.

Из компонентов древесины наиболее важными являются дубильные вещества, лигнин и гемицеллюлозы.

Дубильные вещества переходят в спиртовой раствор наиболее легко и быстро. В своем неизменном виде они придают некоторую терпкость и горечь вкусу коньячного спирта, однако они быстро окисляются, благодаря чему спирты теряют терпкий и горький вкус.

Продукты распада лигнина участвуют в создании характерного букета, вкуса и цвета выдержанного коньяка. При этанолизе лигнина происходят 2 противоположных процесса: распад его до простейших мономерных соединений и конденсация с образованием уплотненных продуктов, которые в конечном счете выпадают в осадок.

В табл. 17 приводятся данные по изменению содержания общего экстракта и дубильных веществ (в г/л), фурфурола (в мг/л), а также величины рН в процессе трехлетней выдержки спирта в резервуарах и бочках.

В процессе выдержки количество общего экстракта увеличивается особенно интенсивно в первые годы хранения и постепенно возрастает в последующие годы.

Извлечение экстрактивных веществ зависит от исходного значения рН. Величина рН резко снижается в первый год выдержки, в последующие годы снижение незначительное.

При выдержке коньячного спирта наиболее легко извлекаются из древесины дуба дубильные вещества. Важным свойством дубильных веществ является их способность окисляться под действием кислорода воздуха. При выдержке коньячного спирта происходят одновременно 2 процесса: извлечение танидов из клепки и их окисление. В первый период выдержки преобладает экстракция дубильных веществ из клепки и их интенсивное окисление до растворимых продуктов.

В процессе выдержки содержание дубильных веществ увеличивается, особенно интенсивно в первые годы. Следует отметить, что в спиртах резервуарного хранения дубильные вещества накапливаются быстрее, чем в спиртах бочкового хранения.

По мере старения коньячных спиртов происходит увеличение содержания фурфурола независимо от способа хранения спирта. Однако в выдержанных спиртах это увеличение менее заметно, чем в молодых. Очевидно, одновременно с накоплением фурфурола также расходуется на образование ацеталей, окислительно-восстановительные и другие реакции.

При выдержке коньячного спирта происходит увеличение содержания лигнина и образование ароматических альдегидов (табл. 18).

Таблица 17

Коньячный спирт	Общий экстракт			рН			Дубильные вещества			Фурфурол		
	в начале	после выдержки		в начале	после выдержки		в начале	после выдержки		в начале	после выдержки	
		1 год	3 года		1 год	3 года		1 год	3 года		1 год	3 года
Молодой	—	0,90 0,86	2,16 2,20	5,9	5,10 5,30	4,95 5,05	—	0,13 0,13	0,35 0,27	6,1	7,4 7,4	8,1 8,1
Однолетний	1,49	1,99 1,99	2,74 2,86	4,7	4,33 4,30	4,03 4,0	0,15	0,27 0,24	0,38 0,29	18,5	19,8 20,6	22,2 23,8
Двухлетний	2,24	2,34 2,49	2,49 2,75	4,5	3,76 3,71	3,64 3,47	0,32	0,43 0,42	0,57 0,53	4,2	5,1 6,4	6,2 8,2
Трехлетний	2,99	3,34 3,74	3,49 3,99	4,05	3,58 3,46	3,41 3,20	0,45	0,60 0,59	0,72 0,70	4,0	4,0 5,8	4,5 7,2
Четырехлетний	3,74	3,84 3,84	3,90 3,99	3,75	3,44 3,35	3,25 3,16	0,74	0,89 0,90	1,10 0,99	20,9	21,0 22,0	21,5 23,0

Примечание. В числителе приведены значения содержания компонентов в спирте, выдерживаемом в резервуаре, в знаменателе — в бочке.

Таблица 18

Компоненты, мг/л	Коньячный спирт				
	молодой	двухлетний		трехлетний	
		цистерна	бочка	цистерна	бочка
Лигнин	—	210	150	280	180
Ароматические альдегиды	—	4,5	6,0	6,5	10,0

Интересно отметить, что, хотя в коньячных спиртах резервуарного хранения содержится больше лигнина, чем в спиртах бочкового хранения, количество ароматических альдегидов было всегда большим при бочковом хранении.

Ю. Е. Фалькович и В. С. Литвак [31] изучали динамику изменения спектральных характеристик опытных коньячных спиртов в ультрафиолетовой и видимой областях спектра с целью выяснения их связи с химизмом процесса старения. Спектральные характеристики в ультрафиолетовой (УФ) области спектра были сняты на спектрофотометре СФ-4, в видимой области спектра — на ФЭК-57. С увеличением срока выдержки оптиче-

ская плотность D спирта на каждой длине волны возрастает, что свидетельствует о накоплении в нем различных химических соединений. Это увеличение зависит от возраста спирта, температуры хранения, срока использования древесины.

Динамика роста D на длине волны $\lambda=220$ нм условно согласуется с суммарным увеличением содержания титруемых, летучих кислот и альдегидов жирного ряда, на $\lambda=278$ нм — альдегидов фуранового и ароматического ряда, а на $\lambda=453$ нм — с накоплением красящих и дубильных веществ. Эти данные согласуются с имеющимися в литературе сведениями об электронных спектрах поглощения органических соединений.

Увеличение оптической плотности коньячных спиртов за 3 года выдержки в ультрафиолетовой ($\lambda=278$ нм) и видимой ($\lambda=453$ нм) областях спектра представлено на рис. 9. Для молодых спиртов характерен интенсивный рост оптической плотности, который с выдержкой постепенно замедляется, для более старых спиртов прирост значительно ниже. Оптическая плотность молодого и однолетнего спирта за 3 года хранения увеличилась в 3 раза, спиртов 2-, 3- и 4-летнего возраста — только в 1,1–1,3 раза.

Исследования изменения химического состава коньячных спиртов показали, что при выдержке их в резервуарах с погруженной клепкой протекают те же процессы созревания, что и при бочковом хранении. При резервуарном хранении происходит несколько меньшее, чем при выдержке коньячных спиртов в бочках, увеличение содержания кислот, эфиров, альдегидов и большее — дубильных веществ и лигнина.

Глава III

ПОТЕРИ И УЧЕТ ПРИ РЕЗЕРВУАРНОМ ХРАНЕНИИ

Выдержка коньячного спирта в резервуарах с погруженной клепкой имеет свои специфические особенности, что в свою очередь потребовало установления новых норм потерь и разработки системы учета.

ПОТЕРИ ПРИ ВПИТЫВАНИИ КОНЬЯЧНЫХ СПИРТОВ В ДУБОВУЮ КЛЕПКУ

В процессе выдержки коньячного спирта происходят потери за счет впитывания в древесину и испарения. Потери спирта от испарения связаны с конструктивными особенностями эмалированных резервуаров, с неплотностями во фланцах, арматуре, наличием газовой камеры, воздушника. Потери на впитывание связаны с капиллярно-пористым строением древесины, в которой перемещение жидкости происходит за счет капилляр-

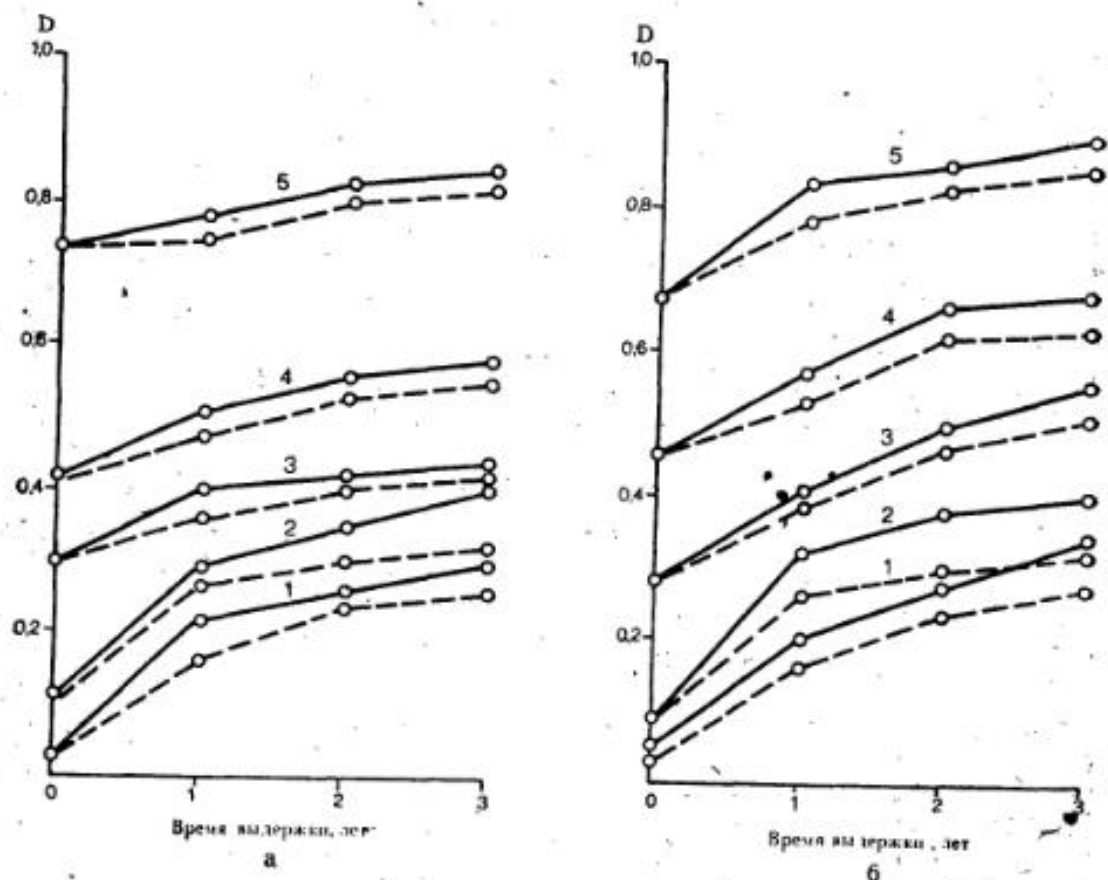


Рис. 9. Рост оптической плотности коньячных спиртов за 3 года выдержки: а — ультрафиолетовая часть спектра ($\lambda=278$ нм); б — видимая часть спектра ($\lambda=453$ нм); коньячный спирт: 1 — молодой; 2 — однолетний; 3 — двухлетний; 4 — трехлетний; 5 — четырехлетний; — — — цистерна; — — — бочка.

ных и диффузионно-осмотических сил. Поскольку в резервуарах клепки полностью погружены в спирт, то потери на впитывание в древесину будут значительно больше, чем при бочковом хранении.

Исследования потерь при резервуарном хранении были проведены авторами на Ереванском и Бельцком коньячных заводах, в винсовхозе «Коктебель» [32].

В табл. 19 приведены данные по впитыванию спирта в клепки различной толщины, помещенные в стеклянные баллоны.

Таблица 19

Толщина клепок, мм	Среднее расчетное количество спирта концентрацией 66% об., впитываемого 1 кг абсолютно сухой древесины								
	за 1-е полугодие	за 2-е полугодие	за год	за 1-е полугодие	за 2-е полугодие	за год	за 1-е полугодие	за 2-е полугодие	за год
	кг			л			л в пересчете на безводный спирт		
36	0,771	0,031	0,802	0,862	0,034	0,896	0,569	0,023	0,592
25	0,803	0,022	0,825	0,897	0,026	0,923	0,592	0,017	0,609
18	0,773	0,027	0,800	0,863	0,030	0,893	0,571	0,019	0,590
10	0,820	0,034	0,854	0,916	0,038	0,954	0,605	0,025	0,630

Из этих данных видно, что количество спирта, впитываемого клежкой толщиной 10—36 мм, пропорционально массе абсолютно сухой древесины. Расчетный средний коэффициент впитывания спирта 1 кг абсолютно сухой древесины для спирта концентрацией 66,0% об. составил в опытах 0,605 л (в пересчете на безводный спирт).

В первом полугодии в основном завершаются все процессы впитывания в древесину, во втором полугодии впитывание было небольшим и в среднем не превышало 0,032 л, а в следующие 6 мес — 0,002 л. По данным З. К. Чхендзе, В. И. Чанишвили, Д. К. Хингава, Г. П. Багдашвили [33], до 50% спирта впитывается в клепки в первые 10 дней выдержки.

В. С. Литвак, Н. П. Брандис и В. П. Осипова определили потери спирта на впитывание в производственных условиях Бельцкого коньячного завода для стандартных клепок по ГОСТ 247—58 толщиной 36 мм (табл. 20).

Количество спирта, впитываемого 1 кг абсолютно сухой древесины, было в среднем 0,520 л безводного спирта, т. е. 4,4% от количества безводного спирта в резервуаре. По данным И. М. Скурихина, потери на впитывание в клепки различной толщины могут достигать от 0,5 до 0,6 л безводного спирта на 1 кг абсолютной сухой древесины.

Таблица 20

Количество спирта, в цистерне, л безводного спирта	Количество абсолютно сухой древесины, кг	Потери на впитывание за год, л безводного спирта	Количество спирта, впитываемого 1 кг абсолютно сухой древесины, л безводного спирта
7917,5	601,4	333,1	0,55
8028,7	679,3	349,8	0,52
8280,1	687,2	318,5	0,47
7836,8	687,9	361,1	0,53
7793,8	721,5	393,6	0,54

В результате проведенных работ было предложено определять потери на впитывание при первом заливе в зависимости от массы абсолютно сухой древесины по формуле

$$P = M \cdot 0,55,$$

где P — потери спирта, л безводного спирта;

M — масса абсолютно сухой клежки, кг;

0,55 — среднее количество спирта, впитываемого 1 кг абсолютно сухих клепок, л безводного спирта.

Массу абсолютно сухой клежки рассчитывают по формуле

$$M = M_1 K,$$

где M_1 — масса клепок в момент закладки в резервуар, кг;

K — коэффициент пересчета на абсолютно сухую массу.

Коэффициент пересчета на абсолютно сухую массу клепок устанавливают в каждой загружаемой в резервуары партии путем высушивания до постоянной массы не менее 3 образцов древесины (образцы массой около 100 г сушат в сушильном шкафу при температуре 105° С).

Перед закладкой спиртов в эмалированные резервуары необходимо определить потребное количество клепок [34]. Количество клепок должно быть оптимальным, так как излишнее содержание дубильных веществ придает спирту горечь. Потребное количество клепок N_k определяют по формуле

$$N_k = \frac{V \cdot 0,9 \cdot \gamma}{S},$$

где V — вместимость резервуара, дал;

0,9 — коэффициент заполнения резервуара;

γ — удельная поверхность древесины на 1 дал спирта (700—900 см²);

S — поверхность клежки, участвующая в контакте со спиртом, см².

Поверхность одной клежки определяется условно и распространяется на всю партию, предназначенную для загрузки в резервуар.

Поверхность одной клепки, участвующей в контакте со спиртом, рассчитывают по формуле

$$S = 2lb + 2lh,$$

где l — длина клепки, см;
 b — ширина, см;
 h — толщина, см.

Пример. Необходимо рассчитать количество клепок и потери на впитывание при загрузке резервуара вместимостью 2000 дал. Будут использованы клепки размером $85 \times 10 \times 3,5$ см.

Поверхность одной клепки

$$S = 2 \cdot 85 \cdot 10 + 2 \cdot 85 \cdot 3,5 = 2295 \text{ см}^2.$$

Потребное количество клепок

$$N_k = \frac{2000 \cdot 0,9 \cdot 800}{2295} = 627 \text{ шт.}$$

Потери на впитывание в древесину

$$П = 0,55 \cdot 890 \cdot 0,82 = 401,4 \text{ л б. с.},$$

где 890 — масса, установленная после взвешивания 627 клепок, кг;
 0,82 — коэффициент пересчета на абсолютно сухую древесину, установленный лабораторией завода (3 кусочка древесины до высушивания весили 295 г, после высушивания — 242 г. Коэффициент пересчета на абсолютно сухую древесину составит $\frac{242}{295} = 0,82$).

ПОТЕРИ СПИРТА ПРИ ПОВТОРНОМ ЗАЛИВЕ НА КЛЕПКУ

За первые годы выдержки древесина обычно полностью насыщается спиртом, и при повторном заливе потери незначительны. Такая картина наблюдается как при резервуарном, так и при бочковом хранении.

Исследования величины фактических потерь проводились авторами на Ереванском коньячном заводе. В результате этих исследований было установлено, что фактические потери на повторное впитывание в клепки не связаны с количеством древесины и могут быть рассчитаны в зависимости от конкретного количества коньячного спирта в том или ином резервуаре

$$B = \frac{V K_5 П_{п.д}}{100},$$

где B — потери при технологической операции, дал безводного спирта;
 V — объем спирта, дал;
 K_5 — множитель по табл. 5 (таблицы для определения содержания этилового спирта в водно-спиртовых растворах при 20° С);
 $П_{п.д}$ — предельно допустимые потери на технологические операции, %.

Таким образом, потери спирта при повторном заливе можно определять по аналогии с потерями при бочковом хранении, т. е. пользуясь конкретной нормой от количества безводного спирта. В результате проведенных работ было установлено, что предельно допустимые потери при повторном заливе составляют от 0,2 до 0,51% (в среднем 0,4%) от количества безводного спирта в резервуаре.

Пример. В цистерне при повторном заливе на древесину помещено 1324 дал спирта концентрацией 64,5% об. при температуре 14° С. $K_5 = 0,6502$. Потери при повторном заливе составят

$$B = \frac{1324 \cdot 0,6502 \cdot 0,4}{100} = 3,4 \text{ дал безводного спирта.}$$

ПОТЕРИ ПРИ ВЫДЕРЖКЕ КОНЬЯЧНЫХ СПИРТОВ

В процессе выдержки кроме потерь при впитывании спирта в древесину имеются потери спирта от испарения, связанные с конструктивными особенностями резервуаров (наличием фланцев, воздушника). Установление фактических норм потерь проводилось авторами на Ереванском и Бельцком коньячных заводах в течение 3 лет в 16 резервуарах¹. Фактические потери за год по резервуарам были в пределах от 0,19 до 0,96%. В среднем они составили: для первого года 0,65%, для второго 0,62, для третьего 0,51%.

На величину потерь оказали влияние 2 фактора: температурные условия хранения и возраст спирта. Было установлено, что за летние месяцы потери всех спиртов от испарения возрастали, однако эти величины были меньше для более выдержанных спиртов.

По предложению В. С. Литвака и И. М. Скурихина Минпищепромом СССР (приказ № 131 от 18/VIII 1975 г.) приняты следующие предельно допустимые потери от испарения спирта в процессе выдержки в резервуарах:

Температура, °С	Потери, % от количества безводного спирта (в год)
До 15	0,5
15,1 — 20,0	0,6
20,1 — 25,0	0,7
Свыше 25	0,8

Установленные для первого и второго года выдержки коньячного спирта нормы потерь снижаются для третьего года выдержки на 5% и для последующих лет — на 10%.

¹ В работе также приняли участие М. С. Седракан, Г. С. Саркисян, Н. П. Брайдис.

УЧЕТ КОНЬЯЧНЫХ СПИРТОВ ПРИ РЕЗЕРВУАРНОМ ХРАНЕНИИ

После укладки клепок и определения их массы необходимо измерить вместимость резервуара за вычетом объема, занимаемого древесиной. Вместимость резервуара устанавливается водой или спиртом через мерник [35]. При первом заливе на новую клепку рекомендуется проводить измерение вместимости водой, а при повторном, для сохранения структуры выдержанной древесины дуба, — только коньячным спиртом. Во избежание больших погрешностей температура воды и спирта должна быть $20 \pm 10^\circ \text{C}$. При отклонении температуры более чем на 10°C следует вносить поправку. Для этого можно пользоваться приведенными ниже поправочными коэффициентами на объемное расширение железных мерников первого класса (табл. 21), величина которых зависит от температуры спирта (воды).

При измерении объема резервуара мерниками, изготовленными из меди, поправочный коэффициент увеличивается в 1,5 раза, так как коэффициент объемного расширения стали 0,0031, а меди 0,0054. Поправки выражены в процентах к объему спирта, определенному по номинальному объему мерников. В абсолютных цифрах поправка равна произведению количества спирта в мернике (в дал, при фактической температуре), на величину поправочного коэффициента. Для определения фактического объема при данной температуре поправку прибавляют или вычитают в зависимости от знака поправочного коэффициента.

Следует отметить, что по данным З. К. Чхеидзе, Д. К. Хингава, В. Н. Чанишвили, Г. П. Багданашвили [33], объем новой клепки, насыщенной спиртом, увеличивается на 10% от перво-

начального. При этом несколько уменьшается вместимость резервуара. Поэтому для точности измерений необходимо определить вместимость резервуара после первого снятия спирта с выдержки. Для этой цели спирт того же года выдержки доливают в резервуар до верхнего патрубка и передают его в купаж че-

Таблица 21

Температура спирта в мернике, °C	Поправка на объемное измерение мерника	Температура спирта в мернике, °C	Поправка на объемное измерение мерника
+32	+0,044	-10	-0,111
+31	+0,040	-11	-0,114
+30	+0,037	-12	-0,118
+9	-0,040	-13	-0,122
+8	-0,044	-14	-0,125
+7	-0,047	-15	-0,129
+6	-0,051	-16	-0,133
+5	-0,055	-17	-0,137
+4	-0,059	-18	-0,141
+3	-0,063	-19	-0,144
+2	-0,067	-20	-0,148
+1	-0,071	-21	-0,151
0	-0,174	-22	-0,155

рез мерник. Полученное значение вместимости резервуара является точным и может перемеряться 1 раз в 9 лет либо после каждой замены клепок.

Данные по измерению вместимости заносят в формы измерения тары; один экземпляр хранится в цехе выдержки, а другой — в бухгалтерии завода.

АКТ-ПАСПОРТ

закладки коньячных

Наименование — Одесский спирт, полученный из

10 ноября 1975 г.

№ 151

спиртов на выдержку

виноматериалов европейских сортов на аппарате ПУ-500

№ эгаллизации — 247

№ цистерны 158

Масса клепок 1280 кг

№ залива 1

Масса абсолютно сухих клепок 1084 кг

Вместимость цистерны за вычетом объема клепок 1895 дал

Дата	Объем спирта, дал	Концентрация, % об.	Множитель (K_s)	Количество безводного спирта, дал	Кислотность, мг/100 мл безводного спирта	
					титруемая	летучая
10/II—1975 г.	1895	64,9	0,6179	1231,3	—	28

Альдегиды, мг/100 мл безводного спирта	Эфир, мг/100 мл безводного спирта	Фурфурол, мг/100 мл безводного спирта	Метиловый спирт, %	рН	Экстракт, мг/л	Кислород, мг/л	Металлы, мг/л	
							медь	железо
5,6	85,3	0,6	0,03	—	—	—	6,3	0,4

После установления значения вместимости резервуар заполняют спиртом и составляют акт-паспорт закладки спирта на выдержку (см. пример заполнения акта-паспорта).

Акт закладки на выдержку сдается в бухгалтерию предприятия и является основанием для списания потерь на впитывание. Копии актов хранятся в цехе выдержки, и в них ежегодно заносятся аналитические данные состава спирта и всех технологических операций до передачи в купаж.

Потери спирта на испарение определяют по данным среднемесячных температур, установленных лабораторией завода (форма П-30). Температуры фиксируют в помещениях ежедневно и заносят в журнал регистрации температур. По данным среднемесячных температур находят месячную норму потерь (табл. 22).

Таблица 22

Температура в помещении, °С	Норма потерь в месяц, % от количества безводного спирта		
	на первом и втором году хранения	на третьем году хранения	на четвертом и всех последующих годах хранения
До 15	0,0417	0,0396	0,0375
15,1—20	0,050	0,0475	0,045
20,1—25	0,0583	0,0554	0,0525
Свыше 25	0,0666	0,0633	0,060

В процессе выдержки производят периодическое дозирование кислорода. На каждое дозирование кислорода начисляют потери до 0,1% от количества безводного спирта в резервуаре.

Наиболее ответственным этапом является инвентаризация коньячных спиртов. Трудности инвентаризации спиртов на выдержке связаны со значительным расслоением и впитыванием спирта. За год выдержки разница концентраций спирта в верхнем и нижнем слоях составляет 0,2—0,5% об., что затрудняет точность расчетов фактического наличия. В связи с этим необходимо перед инвентаризацией провести перемешивание спирта, совместив эту операцию с дозированием кислорода, и лишь после этого проводить доливку спирта до верхнего патрубка. Коньячные спирты доливаются спиртом того же года или более молодым. Такая ступенчатая доливка весьма целесообразна, так как увеличивает количество старых спиртов.

Другим фактором, влияющим на точность расчетов, является расчет количества спиртов, впитавшихся в новую клепку. Известно, что закладка спиртов на выдержку обычно начинается в ноябре и завершается в июне, а инвентаризацию проводят по данным на 1 декабря. Поэтому спирты, заложенные на выдержку в ноябре, продолжают интенсивно впитываться в древесину дуба в момент проведения инвентаризации. Поскольку

предельно допустимые потери на первичное впитывание фиксируют в момент закладки спирта на выдержку, может образоваться мнимая экономия, которая приводит к недостатке в следующей инвентаризации.

В связи с этим целесообразно закладку спиртов на выдержку производить в ноябре только в бочки или резервуары со старой клепкой, а после декабря — в цистерны с новой клепкой. В цехах выдержки, где в основном находятся цистерны с новой клепкой, или на новых предприятиях целесообразно проводить инвентаризацию по фактическому состоянию на 1 декабря, т. е. до начала интенсивной закладки спиртов на выдержку.

После доливки спирта в резервуар производится перемешивание, замеряется температура спирта и проводится отбор проб спирта из середины резервуара. Во избежание контакта коньячного спирта с резиной рекомендуется на лабораторный резиновый пробоотборник надевать медный наконечник длиной около 1 м. Отбор проб проводят в пределах одной эгализированной партии коньячного спирта по нескольким резервуарам. Если же спирты не были подвергнуты эгализации и имеют различную спиртуозность, то отбор проб следует проводить по отдельным цистернам. Сличительная ведомость составляется по каждому году выдержки спирта независимо от тары, в которой он хранился. Среднюю пробу разливают в 4 бутылки. Из отобранных проб 2 бутылки укупоривают пробками, опечатывают сургучной печатью и хранят в течение года (на случай арбитражного анализа) до получения данных следующей инвентаризации.

В образцах средних проб, находящихся в двух других бутылках, определяют спиртуозность по ГОСТ 13191—73 стеклянными спиртомерами класса А. Содержание спирта выражают с точностью до десятичного знака. При установлении спиртуозности применяют таблицы определения содержания этилового спирта в водно-спиртовых растворах согласно ГОСТ 3639—61. Одновременно отобранные образцы спирта направляются для полного анализа. В молодом спирте проводятся анализы на содержание высших спиртов, альдегидов, средних эфиров, летучих кислот, фурфурола, сернистой кислоты, металлов. В выдержанных спиртах определяются концентрация спирта, кислотность и экстракт.

Количество спирта, извлеченного из клепок при их замене, фиксируют специальным актом и оприходуют. Поскольку спиртованные воды используются в купаже ординарного коньяка Три звездочки, то их следует учитывать совместно с коньячным спиртом трехлетнего возраста.

* * *

В заключение следует отметить, что резервуарная выдержка позволяет экономить значительное количество дорогостоящего коньячного спирта, уменьшает расход древесины, экономит производственные площади, создает возможности механизации и автоматизации. В ближайшие годы в резервуарах с дубовыми клепками будет выдерживаться более 50% всех коньячных спиртов страны. Раньше из этих спиртов разрешалось производить только коньяки Три звездочки. Новыми технологическими инструкциями (утверждены 1 марта 1978 г.) из спиртов резервуарного хранения разрешается производить обычные коньяки всех наименований. В этой связи исследования химизма старения и отработка технологии резервуарного хранения спиртов приобретают особое значение. Задача работников винодельческой промышленности — ускорить эти работы и сделать все необходимое для улучшения качества коньячных спиртов резервуарного хранения.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Скурихин И. М. Ускорение созревания коньячных спиртов и подобных им спиртных напитков. — Биохимия виноделия, 1963, сб. 7, с. 189—208.
2. А. с. № 215186 (СССР). Б. И., 1968, № 13.
3. Владимирский В. В., Лимаренко И. П. Стеклоэмалированные резервуары для виноделия. — Виноделие и виноградарство СССР, 1972, № 6, с. 51—53.
4. Лафон Ж. Актуальные проблемы технологии и выдержки коньячных спиртов и виноградных водок. 50-я Генеральная ассамблея Международной организации виноградарства и виноделия. — Кипр, 1970. — 25 с.
5. Лашхи А. Д. Химия и технология грузинского коньяка. — Тбилиси: Изд-во Грузинского сельскохозяйственного института, 1962, с. 147—170.
6. Жанполадян Л. М., Мнджоян Е. Л. О составе древесины дубов Армении как сырья коньячного производства. — Известия АН Армянской ССР. Т. IX, 1956, № 9, с. 15—20.
7. Гаджигв Д. М. Влияние клепки на качество коньяка. — Виноделие и виноградарство СССР, 1954, № 4, с. 19—21.
8. Скурихин И. М., Моисеенко Д. И., Шейн А. Е. О размещении дубовой клепки при резервуарной выдержке коньячных спиртов. — Известия вузов СССР. Пищевая технология, 1976, № 3, с. 27—29.
9. Малтабар В. М., Фертман Г. И. Технология коньяка. — М.: Пищевая промышленность, 1971, с. 170—190.
10. Жанполадян Л. М. Изменение некоторых физических свойств древесины коньячных бочек в процессе выдержки коньяка. — Труды НИИВВиП МСХ Армянской ССР, 1957, вып. 3, с. 127—130.
11. Жанполадян Л. М. Исследование физико-химических основ производства коньяков. — Автореферат докт. дисс. — М., 1966. — 23 с.
12. Литвак В. С., Скабардина З. М. Аппаратурно-технологическая линия производства коньяка. — Виноделие и виноградарство СССР, 1972, № 6, с. 28—30.
13. Совершенствование технологии резервуарной выдержки коньячных спиртов [В. С. Литвак, В. П. Осипова, Т. В. Сладкова и др.]. — Виноделие и виноградарство СССР, 1975, № 5, с. 20—22.
14. Мнджоян Е. Л. Исследования химии и технологии коньячного спирта как продукта переработки винограда. — Автореферат докт. дисс., Ереван, 1972. — 24 с.
15. Ахмедов Д. А.-Х., Нефедов М. П. Теоретические основы и практическое применение метода тепловой обработки коньячных спиртов. Тезисы докладов научно-технической конференции специалистов коньячной промышленности. — Тбилиси, 1975, с. 23—25.
16. Литвак В. С., Фалькович Ю. Е. О выдержке коньячных спиртов в эмалированных резервуарах. — Виноделие и виноградарство СССР, 1971, № 3, с. 21—23.
17. Фалькович Ю. Е., Пименов А. Т. Дозирование кислорода при выдержке коньячных спиртов в резервуарах. — Виноделие и виноградарство СССР, 1975, № 4, с. 14—16.
18. Семенов Н. Т., Фролова Ж. Н., Кронтор Н. И. Связывание кислорода коньячными спиртами разных лет выдержки. — Садоводство, виноградарство и виноделие Молдавии, 1976, № 5, с. 11—13.

19. Майсурадзе Р. И., Манашеров Р. Г. Автоматизация процесса выдержки коньячного спирта. — Виноделие и виноградарство СССР, 1975, № 8, с. 38—39.
20. Коротавев А. Г., Начева Т. А. Стационарные титановые устройства для насыщения коньячных спиртов кислородом. Тезисы докладов научно-технической конференции специалистов коньячной промышленности. — Тбилиси, 1975, с. 20—21.
21. Сирбиладзе А. Л., Николайшвили Д. П. Сб. Новые методы выдержки и непрерывная перегонка коньячных спиртов. — М.: ЦНИИТЭИпищепром, 1961, с. 44.
22. Фалькович Ю. Е., Пименов А. Т. Изменение химического состава коньячных спиртов в процессе выдержки. — Известия вузов СССР. Пищевая технология, 1974, № 4, с. 47—49.
23. Лаши А. Д., Швангирадзе М. Д., Кандарели Ц. К. Накопление карбоновых соединений в коньячных спиртах в связи с освоением кислорода. Тезисы докладов научно-технической конференции специалистов коньячной промышленности. — Тбилиси, 1975, с. 45.
24. А. с. № 309951 (СССР). Б. И., 1971, № 3.
25. Джанполадян Л. М., Петросян Ц. Л., Багдасарян А. М. Созревание коньячного спирта в пульсирующем потоке при активации клепок. — Виноделие и виноградарство СССР, 1974, № 5, с. 16—19.
26. К вопросу вымывания коньячного спирта из отработанной клепки [З. К. Чхеидзе, В. В. Инашвили, Д. К. Чхеидзе и др.]. Тезисы докладов научно-технической конференции специалистов коньячной промышленности. — Тбилиси, 1973, с. 17—18.
27. Седракян М. С., Литвак В. С. Выдержка коньячных спиртов в герметических резервуарах. — Промышленность Армении, 1964, № 9, с. 5—8.
28. Скурихин И. М. Производственные испытания резервуарных методов выдержки коньячных спиртов. — Садоводство, виноградарство и виноделие Молдавии, 1965, № 3, с. 31.
29. Платонов И. Б. Созревание коньячного спирта в резервуарах. — Виноделие и виноградарство СССР, 1964, № 1, с. 9—14.
30. Исследование коньячных спиртов в процессе резервуарной выдержки [В. С. Литвак, В. П. Морева, Ю. Е. Фалькович, Д. Т. Григоряни]. Тезисы докладов на научной конференции по итогам научно-исследовательских работ за 1967 г. (Всесоюзный заочный институт пищевой промышленности). — М., 1968. — 26 с.
31. Фалькович Ю. Е., Литвак В. С. Изменение спектральных характеристик коньячных спиртов в процессе выдержки. — Виноделие и виноградарство СССР, 1972, № 8, с. 53—55.
32. Литвак В. С. Потери при выдержке коньячных спиртов в резервуарах. Виноделие и виноградарство СССР, 1969, № 8, с. 13—15.
33. Объем и влажность дубовой клепки при пропитывании коньячным спиртом [З. К. Чхеидзе, Д. К. Хингава, В. И. Чанишвили, Г. П. Багданашвили]. — Садоводство, виноградарство и виноделие Молдавии, 1972, № 9, с. 32—35.
34. Маслов В. А., Литвак В. С., Белогуров Д. М. Пути сокращения потерь в коньячном производстве. — М.: ЦНИИТЭИпищепром, 1966, с. 30—33.
35. Литвак В. С. Учет коньячных виноматериалов, коньячных спиртов и коньяков в винодельческой промышленности. — М.: ЦНИИТЭИпищепром, 1970, с. 10—32.
36. Lafon L., Couillard P., Gajbellite P. Le Cognac. Edition Bailliere, 1973, p. 172—176.
37. Marche M. et Yoseph E. Etude theoritique sur le cognac, sa composition et don vieillissement naturel an tuts de cheme. Station viticole de Cognac. — Revue Francaise d'Oenologie, 1975, N 57, p. 1—96.
38. Schubert W. T. Lignin bioschimidstry. — New-York, London, Academic Press, 1975, p. 1—10.
39. Личев В. И. Исследование комплекса на букетообразованнето на коньяка. — Лозарство и винарство, 1976, № 1, с. 26—36.

ОГЛАВЛЕНИЕ

Предисловие	3
Глава I. Технология выдержки коньячных спиртов в эмалированных резервуарах	5
Эмалированные резервуары для коньячного производства	6
Дубовые клепки, методы их обработки и укладки в резервуары	8
Выдержка спирта на новой и старой клепках	13
Температурные условия хранения коньячных спиртов	16
Дозирование кислорода	19
Поточный способ выдержки	26
Извлечение спирта из клепок	28
Глава II. Физико-химические превращения коньячных спиртов в процессе резервуарного хранения	30
Превращение летучих компонентов	31
Превращение нелетучих компонентов	36
Глава III. Потери и учет при резервуарном хранении	39
Потери при впитывании коньячных спиртов в дубовую клепку	39
Потери спирта при повторном заливе на клепку	42
Потери при выдержке коньячных спиртов	43
Учет коньячных спиртов при резервуарном хранении	44
Список использованной литературы	49

Владимир Самойлович Литвак,
Валентина Павловна Осипова

РЕЗЕРВУАРНОЕ ХРАНЕНИЕ КОНЬЯЧНЫХ СПИРТОВ

Редактор *И. П. Вейшторд*
Художественный редактор *С. Р. Нак*
Технический редактор *Г. Г. Хацкевич*
Корректор *Т. Н. Бобрикова*

ИБ № 882

Сдано в набор 12.01.78. Подписано в печать 03.04.78.
Формат 60×90^{1/16}. Бумага типографская № 3
Литературная гарнитура. Высокая печать.
Объем 3,25 печ. л. Уч.-изд. л. 3,37.
Тираж 3000 экз. Заказ 29. Цена 15 коп.

Издательство «Пищевая промышленность»,
113035, Москва, М-35, -й Кадашевский пер., 12.

Московская типография № 19 Союзполиграфпрома
Государственного комитета СССР
по делам издательств, полиграфии
и книжной торговли,
г. Москва, Б-78, Каланчевский туп., д. 3/5