



А. Л. СИРБИЛАДЗЕ

**ОСНОВЫ
ТЕХНОЛОГИИ
КОНЬЯКА**

**Для кадров
массовых
профессий**

А. Л. СИРБИЛАДЗЕ

ОСНОВЫ ТЕХНОЛОГИИ КОНЬЯКА

(издание второе, переработанное, дополненное)

Одобрено Ученым советом Государственного комитета Совета Министров СССР по профессионально-техническому образованию в качестве учебного пособия для подготовки рабочих непосредственно на производстве

ИЗДАТЕЛЬСТВО «ПИЩЕВАЯ ПРОМЫШЛЕННОСТЬ»

МОСКВА · 1971

СОРТА ВИНОГРАДА ДЛЯ КОНЬЯЧНОГО ПРОИЗВОДСТВА

Одним из факторов, определяющих качество коньячного спирта и коньяка, является сорт винограда и почвенно-климатические условия района его культивирования.

Для выработки коньяка пригодны не все сорта винограда. Некоторые из них дают виноматериал низкого качества и некондиционного состава (повышенная спиртуозность, низкая кислотность), не отвечающего технологическим требованиям. Перспективными считают сорта винограда, дающие виноматериалы повышенной кислотности и с пониженным содержанием спирта. Другим фактором, влияющим на качество коньячного спирта является наличие тех или иных ароматических веществ. Несмотря на малое содержание, они придают винограду специфический сортовой аромат, который после алкогольного брожения виноградного суслу передается виноматериалу. Сорта винограда с сильно выраженным сортовым ароматом и вкусом, например Мускат и Изабелла, совершенно непригодны для коньячного производства. Полученный из них виноматериал характеризуется сильным сортовым ароматом, который передается коньячному спирту и снижает его качество. Малоперспективны также краснаягодные сорта винограда (Саперави, Каберне, Кахет и др.).

Аромат винограда, предназначенного для выработки коньяка, должен быть цветочный или нейтральный. В создании его большую роль играют почвенно-климатические условия места произрастания винограда и его агротехника. Виноград, произрастающий на почве, богатой карбонатами, дает коньяк высшего качества с нежным букетом и гармоничным вкусом. Умеренно-теплый, но не жаркий климат благоприятен для получения кондиционных с точки зрения коньячного производства виноматериалов.

В Советском Союзе коньяк вырабатывают почти во всех винодельческих районах.

Армянская ССР известна своими марочными коньяками. Длительное жаркое лето обуславливает получение в Араратской долине виноматериалов с большим содержанием спирта (11—12% об.) и сравнительно низкой титруемой кислотностью (4—5 г/л). В Арташатском районе спиртуозность виноматериалов ниже. Основными и перспективными сортами винограда для коньячного производства в Армении являются Мсхали, Кахет и Арени, которые дают коньячные спирты высшего качества.

Грузинская ССР известна своими ординарными и марочными коньяками. Почвенно-климатические условия, сортимент винограда определяют здесь высокое качество коньячных спиртов и коньяка. Виноматериалы и коньячные спирты Восточной и Западной Грузии по своим органолептическим и химическим показателям заметно отличаются друг от друга. Перспективными

сортами винограда для коньячного производства в Восточной Грузии являются Ркацители, в ряде микрорайонов дающий коньячные спирты высокого качества (марочный коньяк «Енисели» готовят именно из винограда этого сорта), Буера и Жгия. В Западной Грузии для получения коньяка используют виноград сортов Цоликаури (из винограда этого сорта готовят марочный коньяк «Варцихе»), Цицка и др.

В Азербайджанской ССР коньяки вырабатывают в основном в Ханларском, Агдамском, Таузском и Шамхорском районах из винограда Баян Ширей и Тавквери. В виноматериалах содержится 10—12% об. спирта при титруемой кислотности 5—6 г/л.

В РСФСР производство коньяков развито в основном в Дагестанской АССР и Ставропольском крае. Перспективными сорта винограда — Алы терский, Астраханский розовый, Сильванер и Ркацители, из которых получают коньячные виноматериалы удовлетворительного качества (спиртуозность 8—10% об., титруемая кислотность 10—12 г/л).

Коньяки довольно высокого качества вырабатывают на Украине. Коньячное производство развито в основном в северной части Одесской области, где произрастает виноград Плавай, Клерет, Алиготе и Серексия, дающий кондиционные виноматериалы.

Большие возможности для развития коньячного производства имеются в Молдавской ССР. Перспективными сортами винограда являются Плавай и Серексия. Коньячные виноматериалы отличаются низкой спиртуозностью (7—8% об.) и повышенной титруемой кислотностью (9—10 г/л).

В республиках Средней Азии в последние годы успешно развивается коньячное производство. В Узбекской ССР, производство коньячных виноматериалов сосредоточено главным образом в Самаркандском и Булунгурском районах (сорта винограда Кишмиш белый, Хусайне, Катта Курган, Таифи белый и Баян Ширей). Кондиции коньячных виноматериалов по спирту 8,3—11,2% об., титруемой кислотности 4—5,6 г/л. Коньячные виноматериалы изготавливают также в Таджикской ССР (сорта винограда Таифи, Нимранг, Баян Ширей и Ркацители), в Казахской ССР (сорта винограда Культжинский, Плавай и Алиготе) и в Киргизской ССР (сорта винограда Плавай и Серексия).

ПРИГОТОВЛЕНИЕ КОНЬЯЧНЫХ ВИНОМАТЕРИАЛОВ

Коньячные виноматериалы должны быть от светло-соломенного до бледно-розового цвета с приятным чистым сортовым ароматом и гармоничным вкусом; виноматериалы с посторонними тонами во вкусе и аромате для коньячного производства

непригодны. Нежелательна также большая экстрактивность виноматериала.

В виноматериалах должно содержаться не менее 8% об. спирта, не более 0,2% сахара, не более 1,5‰ летучих кислот при титруемой кислотности не менее 4,5‰, не более 10 мг/л общей сернистой кислоты. Допускается содержание остатков дрожжевой гущи до 1%.

Основным условием для получения кондиционных виноматериалов является точное соблюдение технологических требований.

ПОДГОТОВКА К СБОРУ ВИНОГРАДА

Подготовительная работа к сбору винограда начинается за две недели до его начала. В первую очередь следует отремонтировать помещение переработочного пункта. Стены белят известковым раствором с добавлением к нему при наличии сырости 2—3% медного купороса. Особое внимание обращают на чистоту воздуха в помещении. В случае надобности ремонтируют воздушные каналы и канализационные трубы. Пол приемочной площадки должен быть асфальтированным или бетонным. Технологическое оборудование после ремонта необходимо очистить. Деревянные части тщательно промывают 2%-ным горячим содовым раствором, а затем горячей или холодной водой. Металлические части также очищают, промывают, протирают сухой тряпкой и густо смазывают солидолом. Машины желательнее покрыть брезентом.

Специальной обработке подвергают технологические емкости, т. е. емкости, используемые для отстоя сусла, для брожения и хранения виноматериалов (деревянные бочки, чаны, буты, резервуары и пр.).

Новые бочки для удаления растворимых дубильных веществ вымачивают 15 дней в холодной воде, меняя ее за этот период 3—4 раза. Затем бочки моют 30 мин горячим раствором соды (на 5 дал воды — 400 г соды), прополаскивают несколько раз горячей водой, обрабатывают 2%-ным раствором серной кислоты, опять прополаскивают горячей водой, дают воде стечь и после просушки слегка окуривают серой. Так же обрабатывают новые буты и чаны.

Дубовые бочки, бывшие в употреблении, достаточно промыть горячей и холодной водой, просушить и слегка окурить серой.

Бочки закисшие и с посторонним запахом после промывки холодной водой обрабатывают 5—10%-ным раствором соды, а затем горячей водой, пропаривают в течение 30 мин, ополаскивают несколько раз холодной водой, просушивают и слабо окуривают серой. Хранят бочки в сухом помещении. Мойка деревянной посуды считается законченной, когда после ополаскивания вода будет прозрачной, без запаха и вкуса.

Нельзя оставить вымытую бочку без ухода, так как она легко может снова заплесневеть. Поэтому время от времени бочки осматривают. В случае ослабления запаха сернистого ангидрида окуривание повторяют. Перед употреблением бочки промывают горячей и холодной водой.

Для брожения виноградного сусла и хранения виноматериалов большое распространение получили крупные емкости: железобетонные резервуары и эмалированные цистерны. Их использование дает большую экономию рабочей силы, увеличивает емкость хранилищ, снижает потери. В крупных емкостях виноматериал лучше сохраняется от заболеваний, отпадает необходимость добавления значительного количества сернистого ангидрида. В известной степени эти преимущества крупных емкостей объясняются меньшим доступом воздуха к вину.

Чтобы защитить виноматериал от действия извести и железа, внутренние поверхности железобетонных резервуаров обрабатывают различными химическими веществами. Лучшим методом считается обработка железобетонных резервуаров винной кислотой. Стенки резервуаров покрывают в два приема с трехдневным перерывом 10%-ным раствором винной кислоты. На стенках резервуара образуется слой нерастворимой виннокислой извести. Удовлетворительные результаты получаются также при обработке железобетонных резервуаров 10%-ным раствором серной кислоты. После окончательного просыхания стенки промывают чистой водой для удаления солей и остатков кислоты.

Железобетонные резервуары требуют особого ухода. Если их хранят в сухом помещении, могут появиться трещины, для предотвращения которых резервуары наполняют водой с добавлением 8—10 г/л марганцовокислого калия.

Железобетонные резервуары необходимо обмывать водой после каждого опоражнивания, а резервуары, длительное время не заполнявшиеся вином, нельзя закрывать ввиду возможного заплесневения. Рекомендуются их окурить и просушить.

Обработку металлических эмалированных резервуаров производят холодной и горячей водой, щелочью и паром. Щелочь должна иметь концентрацию 2,5%. Обработку осуществляют из шлангов под давлением.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СРОКОВ СБОРА ВИНОГРАДА

На кондиционность коньячных виноматериалов большое влияние оказывает степень зрелости винограда. Важным является вопрос, при какой сахаристости и кислотности сусла следует собирать виноград.

Установлено, что качественный виноматериал получается из винограда, собранного по достижении полной зрелости. Эта фаза в зависимости от сорта винограда и экологических условий

наступает в разные календарные сроки. Для каждого района на основании многолетних практических наблюдений можно ориентировочно установить оптимальные показатели состава винограда к моменту его сбора. Так, в некоторых районах Восточной Грузии (Кварельский, Гурджаанский, Телавский) виноград сорта Ркацителли следует собирать при сахаристости 18—20% и титруемой кислотности 7—10‰, в Армении сорта Мсхали и Кахет собирают при сахаристости 16—20% и кислотности 5—6‰.

Наступление зрелости винограда и, следовательно, срок его сбора можно определить по внешним признакам: ягоды белых сортов приобретают золотистый оттенок или становятся янтарными, а ягоды красных сортов окрашиваются в красный или темно-красный цвет. Более надежен способ определения степени зрелости винограда по изменению его сахаристости и титруемой кислотности. За 15 дней до предполагаемого времени сбора, вначале через каждые два-три дня, а затем ежедневно отбирают с участка среднюю пробу винограда в количестве 3—3,5 кг: ягоды отделяют от гребней, разминают в стеклянной посуде, мезгу отжимают лабораторным прессом и полученное сусло помещают на 2—3 ч в цилиндр для отстаивания. Осветлившееся сусло сливают и анализируют на сахаристость и на титруемую кислотность.

Анализ сахаристости сока производят ареометром. Зная плотность сока, можно по специальной таблице вычислить содержание в нем сахара.

Определение общей кислотности проводят титрованием, т. е. нейтрализацией определенного количества кислот сока раствором щелочи. Для титрования применяют третьнормальный раствор едкого натра или кали. Расчет общей кислотности производят в пересчете на винную кислоту. По достижении требуемых кондиций виноградного сусла начинают сбор винограда.

СБОР, ПЕРЕВОЗКА И ПРИЕМКА ВИНОГРАДА

Виноград собирают в сухую погоду, но не в жаркие часы дня, когда ягоды еще не сильно нагрелись, в противном случае полученное сусло, если не будут приняты специальные меры для его охлаждения, плохо сбраживается, что отрицательно влияет на качество виноматериала.

При сборе винограда можно использовать садовые ножи, секаторы, специальные ножницы и другой инструмент. Во время сбора виноград тщательно сортируют, собирают в корзины, в фанерные или дощатые ящики емкостью 10—15 кг, а также в эмалированные ведра. Для перевозки винограда используют ивовые корзины, тарпаны, чаны или кадки, ящики различной формы емкостью 40—60 кг.

Наполненные виноградом ящики при транспортировке размещают на машинах в несколько ярусов, что может привести к

раздавливанию ягод и потерям сока. Кроме того, нельзя осуществить механизацию разгрузки на винодельческом заводе; трудно дезинфицировать тару, она недолговечна и имеет большую массу. Большинство крупных заводов первичного виноделия и винодельческих пунктов применяет бестарную перевозку винограда на автомашинах-самосвалах, которые оборудованы специальными кузовами из дубовых досок или обычными металлическими кузовами, покрытыми лаком ВХЛ-4000 с грунтом ХС-04.

Для погрузки машин на виноградниках имеются переносные или передвижные платформы на полозьях. Сборщики подают корзины стоящему на платформе грузчику, который высыпает их в кузов машины. Виноград следует загружать ровным слоем (толщина 55—60 см). Кузов покрывают брезентом для защиты винограда от пыли. Перевозка самосвалами потребовала специального устройства приемных бункеров (рис. 1). Виноград после перевозки в них по качественным показателям не уступает винограду, перевезенному обыкновенным способом.

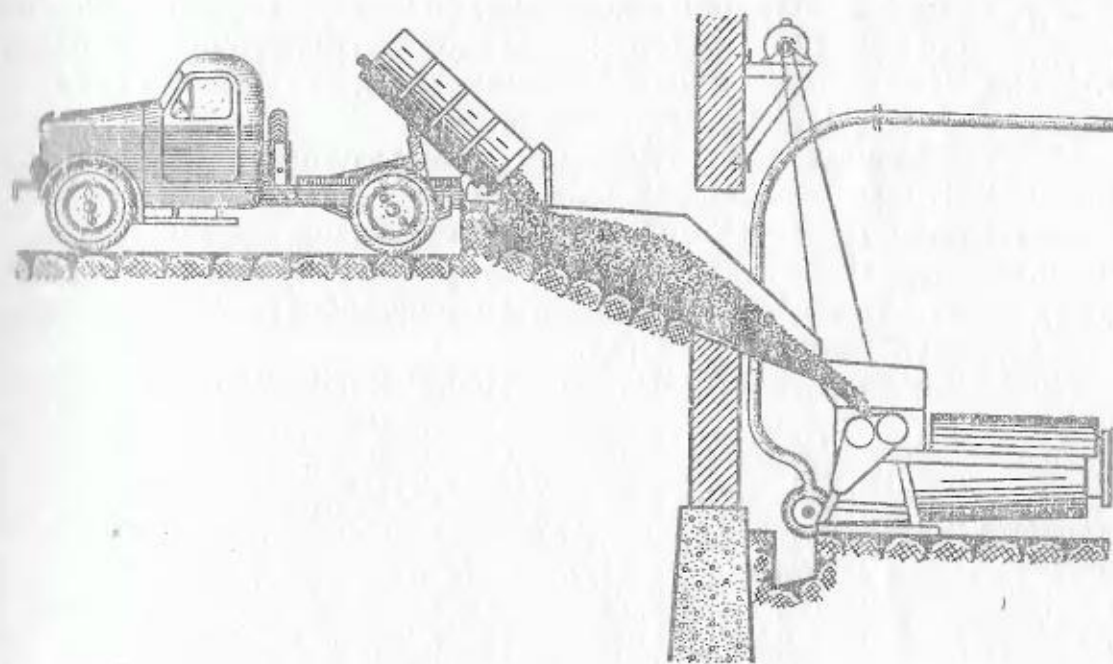


Рис. 1. Приемный бункер.

Благодаря применению бестарной перевозки значительно сокращаются потери при перевозке, исключается потребность в транспортной таре, повышается коэффициент полезного действия автомашин, сокращается время на погрузку и увеличивается количество перевозимого винограда, улучшаются санитарно-гигиенические условия перевозки винограда, его качество и по сравнению с обыкновенной перевозкой получается большой экономический эффект.

При приемке виноград, доставленный на пункт переработки, взвешивают, от привезенной партии отбирают среднюю пробу для химического анализа и при положительном ответе лаборатории, устанавливающей кондиционность его, направляют на переработку.

Методика отбора средней пробы винограда имеет весьма важное значение. Среднюю пробу винограда отбирают от каждой автомашины. Для этой цели отбирают приблизительно по 1 кг не менее чем из 6—10 мест (3—5 тарпанов). Если все отдельные пробы оказываются однородными, то их смешивают и из общей средней пробы выделяют для анализа 2—3 кг. Из средней пробы винограда извлекают сусло при помощи лабораторного прессика и после соответствующего отстаивания анализируют.

ПЕРЕРАБОТКА ВИНОГРАДА

Переработку винограда начинают с дробления, для чего его направляют в эграпомпу, состоящую из вальцовой дробилки, гребнеотделителя и мезгоперекачивающего насоса.

В процессе дробления раздавленные ягоды отрываются от гребней. Гребни прессуются, и гребневое сусло сбрасывается отдельно. После брожения гребневое вино поступает на перегонку для получения спирта-ректификата.

Мезга с суслом перекачивается в стекатели для извлечения самотека. После отделения сусла-самотека мезга, в которой содержится еще от 35 до 50% сока, поступает в пневматические или шнековые прессы. Прессовать ее нужно возможно быстрее. Суслу дают отстояться. Выжимки до переработки хранят в закрытых цементированных ямах.

После раздавливания и прессования винограда получается довольно мутное сусло. В процессе отстаивания оно освобождается от взвешенных механических частиц (частицы кожицы и мякоти ягод, пыль и др.) и осветляется. Для отстаивания используют резервуары большой емкости (чаны, буты). Продолжительность отстаивания 12—24 ч. В течение этого времени взвешенные в сусле вещества осаждаются, и оно приобретает прозрачность. Во время процесса отстаивания необходимо предотвратить забраживание сусла введением в него сернистого ангидрида (15—20 г/л) или отстаиванием при температуре 6—8°С.

Однако применение сернистой кислоты в производстве коньячных виноматериалов не допускается. При наличии сернистого ангидрида во время перегонки виноматериалов происходит образование тиоэфиров, которые, имея неприятные запахи, отрицательно влияют на качество коньячного спирта. Кроме того, по данным А. Д. Лашхи, при перегонке сернистая кислота частично окисляется до серной кислоты, растворяя стенки куба и трубок, что излишне обогащает спирт металлом; при выдержке

коньячных спиртов сернистый ангидрид частично замедляет окислительно-восстановительные процессы и продлевает сроки созревания — старения.

Осветлять сусло можно также центрифугированием.

После отстаивания сусло осторожно снимают с гущи и распределяют по бочкам, бутам или цистернам для брожения, причем все емкости наполняют лишь на $\frac{2}{3}$ объема. В сусло добавляют 1—1,5% разводки чистой культуры дрожжей. В процессе алкогольного брожения виноградного сока чистые культуры эфиробразующих дрожжей (*H. anomala*, *Z. bailii* и *s. oviformis*) обуславливают получение доброкачественных виноматериалов. Выработанные из них коньячные спирты характеризуются приятным ароматом, чистым гармоничным вкусом и перспективны для марочных коньяков.

Во время брожения виноградного сусла производят контроль, при котором особое внимание уделяют температурному режиму брожения сусла. Чем ниже температура, при которой происходит брожение, тем лучшего качества получают коньячные виноматериалы. Если температура бродящего сусла высока, необходимо ее понизить путем охлаждения. При резком снижении температуры бродящего сусла ее повышают до оптимального уровня искусственным путем.

При температуре брожения 20—25°С коньячные виноматериалы приобретают крепковыраженный приятный сортовой аромат и гармоничный вкус.

По окончании бурного брожения емкости дополняют однородным бродящим суслом, а после полного прекращения брожения их доливают молодым вином.

ТИП ВИНА И КАЧЕСТВО КОНЬЯЧНОГО СПИРТА

Вино кахетинского типа, приготовленное из белых сортов винограда, характеризуется большей экстрактивностью, цветом чая, приятным сортовым ароматом и ярко выраженным вкусом.

По данным Г. И. Беридзе, вина кахетинского типа (белогородный сорт винограда) подвергают длительной выдержке (до марта) на здоровой мезге, что заметно улучшает их вкусовые качества и повышает пищевую ценность.

Коньячный спирт, полученный из вина кахетинского типа, также можно применять как сырье для производства коньяка «Пять звездочек» и марочных коньяков после соответствующей выдержки.

ОБРАБОТКА ВИНОМАТЕРИАЛОВ

ЭГАЛИЗАЦИЯ ВИНОМАТЕРИАЛОВ

Для получения однородных коньячных спиртов производят эгализацию (уравнивание виноматериалов путем смешивания одних и тех же сортов и типов) отдельных партий виномате-

риалов с учетом сорта винограда и места его происхождения (микрорайона). Этот процесс необходим, так как нельзя найти совершенно идентичных коньячных виноматериалов, изготовленных даже с одного виноградника из одного и того же сорта винограда. Это в свою очередь отразится на качестве коньячных виноматериалов и вырабатываемых из них коньячных спиртов.

После отбора виноматериалы сливают в эгализационные резервуары большой емкости (5—10 тыс. дал) и перемешивают мешалками или при помощи насосов, а затем перекачивают в подготовленные емкости.

Иногда после эгализации из виноматериалов возобновляется выделение углекислоты. Поэтому шпунты на емкостях сразу забивать не следует. Через несколько дней емкости доливают и шпунты плотно забивают.

ТЕПЛОВАЯ ОБРАБОТКА ВИНМАТЕРИАЛОВ

Тепловую обработку вина применяют для различных целей: улучшения химического состава и ускорения созревания вина, стерилизации и придания прочности. Тепло ускоряет созревание — старение, улучшает качество разных типов вин.

Например, в обработанных виноматериалах из сорта Ркацители уменьшается содержание летучих кислот, общих кислот, винной кислоты, гистидина, аспарагиновой кислоты, серина, гликокола, глютаминовой кислоты, треснина, пролина, валина, фенилаланина, лейцина, изолейцина, пентозов и пентозанов. Увеличивается количество летучих эфиров, ацеталей, аргинина и фурфурола.

Виноматериалы, обработанные при 40°С в течение 40—50 суток, при 50°С — 50—60 суток и при 60°С — 10—20—30 суток, характеризуются высокими вкусовыми качествами. Выработанные из них коньячные спирты отличаются мягким гармоничным вкусом и перспективны для производства марочных коньяков.

ХРАНЕНИЕ ВИНМАТЕРИАЛОВ И УХОД ЗА НИМИ

Коньячный спирт хорошего качества можно получить перегонкой молодых виноматериалов вскоре после окончания брожения. Но так как сезон перегонки растягивается на 5—6 месяцев, необходимо создать благоприятные условия для их хранения.

Коньячные виноматериалы хранят в подвале при температуре 15—18°С. Если подвала нет, то хранить виноматериалы можно в наземных крытых помещениях.

ДОЛИВКА ВИНМАТЕРИАЛОВ

При хранении виноматериалов в разных емкостях (бочки, буты, резервуары) происходит их усушка. Между шпунтом и поверхностью виноматериала образуется воздушное простран-

ство, которое постепенно увеличивается. Это создает благоприятные условия для жизнедеятельности аэробных организмов. Размеры усушки зависят от условий хранения, размеров емкостей, состава виноматериалов и других факторов. Так, в старых или большего объема бочках усушка меньше, чем в новых или меньшего объема бочках. В бутях больших объемов усушка значительно меньше, чем в бочках. Наименьшие потери наблюдаются в железобетонных резервуарах и металлических эмалированных цистернах.

Для поддержания постоянного объема виноматериалов проводят их доливку в емкости: при температуре 10—12°С — 1 раз в неделю; при более высокой температуре — 2 раза в неделю.

Перед доливкой производят химико-органолептическое исследование доливаемого виноматериала. Он должен быть того же сорта и того же возраста; можно использовать старое вино.

При доливках в крупные емкости (буты, резервуары) используют насосы, а при доливках бочек — специальные приспособления.

ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ ВЫДЕЛКЕ И ОБРАБОТКЕ КОНЬЯЧНЫХ ВИНМАТЕРИАЛОВ

До начала подготовительных работ к сбору винограда и сезона виноделия специалист того или иного участка обязан дать рабочим некоторые сведения по технике безопасности.

Рабочий должен знать, как пользоваться химикатами (кальцинированной содой, соляной и серной кислотами), применяемыми для обработки технологических емкостей, так как они небезопасны. Например, при приготовлении водного раствора серной кислоты нельзя наливать воду в кислоту, а следует, наоборот, наливать кислоту в воду (во избежание разбрызгивания жгучих капель серной кислоты). Этот раствор желательно готовить в деревянной посуде.

Во время алкогольного брожения в большом количестве выделяется углекислый газ, который может оказаться губельным для человека. До начала работы бродильное помещение необходимо хорошо проветрить, открывая двери и окна.

При пропаривании бочек пар должен свободно выходить из них, в противном случае бочка может разорваться.

До обработки деревянных бочек или железобетонных резервуаров большой емкости их следует проверить на содержание углекислого газа. Если газа окажется много, его необходимо выкачать насосом или вытеснить водой.

Во время переливки виноматериалов внутреннюю мойку ботов и цистерн должны производить два рабочих: один находится в боте, а второй — снаружи для обслуживания первого.

Все машины должны быть установлены и закреплены на прочном основании, а вращающиеся части следует защищать

предохранительными приспособлениями. На производственной площадке должны быть огнетушители, ящики с песком и лопаты, емкости с водой и пожарные ведра.

ПЕРЕГОНКА В КОНЬЯЧНОМ ПРОИЗВОДСТВЕ

Перегонка в коньячном производстве — это отделение из вина этилового спирта вместе с некоторыми летучими компонентами. В результате перегонки получают спирт-сырец или непосредственно коньячный спирт.

Различают простую, фракционную и сложную перегонки. При простой перегонке из вина получают спирт-сырец. Подвергая его фракционной перегонке, получают коньячный спирт. При фракционной перегонке дистиллят делят на фракции, которые отбирают отдельно в соответствии с заданными показателями состава. В результате сложной перегонки получают дистиллят с большим содержанием спирта (до 97,2% об.), очищенный (ректифицированный) от примесей (спирт-ректификат).

В дистиллят, кроме этилового спирта, переходят, как было отмечено выше, летучие компоненты, которые играют важную роль при формировании характерного букета и вкуса коньяка. В зависимости от точки кипения эти вещества делят на три группы: низкокипящие, промежуточные и высококипящие.

Основные показатели летучих веществ коньячного спирта приведены в табл. 1.

В первую группу объединяют вещества, температура кипения которых ниже температуры кипения этилового спирта: альдегиды (уксусный, пропиловый, масляный); эфиры (муравьиноэтиловый, уксусноэтиловый и уксуснометиловый) и спирты (метиловый).

К промежуточным веществам относится этиловый спирт.

К высококипящим веществам относятся высшие спирты (пропиловый, изобутиловый, изоамиловый), фурфурол, эфиры (изомасляноэтиловый, изовалериановоэтиловый, уксусноизоамиловый) и кислоты (уксусная, пропионовая, масляная, изовалериановая).

Для перевода летучих примесей в дистиллят в заданном количестве надо регулировать режим перегонки с учетом законов простой дистилляции.

Так, температура кипения водно-спиртовой смеси зависит от содержания в ней этилового спирта; при увеличении его количества температура кипения смеси снижается.

Разделение водно-спиртовой смеси дистилляцией основано на различной летучести спирта и воды. Так как спирт более летуч, чем вода, в перегоняемой жидкости спирта всегда будет меньше, чем в парах, выделяющихся при кипячении водно-спиртовой смеси. Отношение содержания спирта (или примеси) в парах и перегоняемой жидкости называется коэффициентом испарения

Таблица 1

Вещества	Температура кипения, °С	Химическая формула	Органолептические свойства
Спирты			
метиловый	65,0	C_1H_4O	Вкус жгучий, запаха почти нет
этиловый	78,3	C_2H_6O	Вкус жгучий, запах приятный
пропиловый	97,4	C_3H_8O	Запах приятный, острый
бутиловый	117,5	$C_4H_{10}O$	Запах приятный
изобутиловый	108,4	$C_4H_{10}O$	Вкус жгучий, запах специфический
амиловый	128,0	$C_5H_{12}O$	Запах неприятный (сивушного масла)
изоамиловый	132,0	$C_5H_{12}O$	То же
гексильовый	157,2	$C_6H_{14}O$	Запах приятный
Альдегиды			
уксусный	20,8	C_2H_4O	Бесцветная жидкость с резким неприятным запахом
пропиловый	50,0	C_3H_6O	То же
масляный	75,0	C_4H_8O	Неприятный запах
фурфурол	162,0	$C_5H_4O_2$	Запах горького миндаля
Эфиры			
муравьиноэтиловый	54,1	$C_3H_6O_2$	Запах приятный
уксусноэтиловый	77,0	$C_4H_8O_2$	» »
изомасляноэтиловый	110,1	$C_6H_{12}O_2$	» »
изовалериановоэтиловый	134,3	$C_7H_{14}O_2$	» »
Кислоты			
уксусная	118,1	$C_2H_4O_2$	Запах резкий
пропионовая	140,9	$C_3H_6O_2$	» »
масляная	162,8	$C_4H_8O_2$	Запах неприятный
изовалериановая	177,0	$C_5H_{10}O_2$	Запах неприятный
капроновая	205,0	$C_6H_{12}O_2$	» »
энантовая	223,5	$C_7H_{14}O_2$	» »
каприловая	237,5	$C_8H_{16}O_2$	» »

испарения спирта $K_a = Y_a : X_a$ (или примеси $K_n = Y_n : X_n$). Коэффициент ректификации — это отношение коэффициента испарения примеси к коэффициенту испарения этилового спирта ($K_n' = K_n : K_a$)

Когда в дистилляте примеси содержится больше, чем в перегоняемой жидкости, коэффициент ректификации этой примеси

будет больше единицы, и, наоборот, когда в дистилляте содержится меньше примеси, коэффициент ректификации ее меньше единицы.

Коэффициенты ректификации некоторых примесей коньячного спирта приведены в табл. 2.

Таблица 2

Содержание этилового спирта в жидкости, % об.	Коэффициент ректификации			
	уксусного альдегида	ацетала	высших спиртов	фурфузола
40	5,18	6,01	1,02	0,33
35	5,08	5,54	1,18	0,36
30	5,02	5,16	1,28	0,40
25	4,94	4,75	1,37	0,55
20	4,71	4,32	1,61	0,74
15	4,33	4,81	1,94	0,98
10	3,83	3,33	2,30	1,26
8	3,57	3,21	2,42	1,37
6	3,26	3,4	2,60	1,45
4	2,88	2,62	2,72	1,48
2	2,55	2,36	2,67	1,54
1	2,36	2,20	2,63	1,54

Различают две группы летучих примесей: одни из них переходят в дистиллят из виноматериала без изменений, а другие вновь образуются в кубе в процессе перегонки (альдегиды, эфиры, ацетали и фурфурол).

ПЕРЕГОННЫЕ АППАРАТЫ

Перегонные аппараты, применяемые в коньячном производстве, в зависимости от способа действия и конструкции подразделяются на три группы. В первую группу входят кубовые аппараты периодического действия: простые без дефлегмационных устройств, шарантского типа с огневым обогревом, шарантского типа с паровым обогревом, кубовые аппараты с дефлегмационными тарелками, кубовые аппараты системы Деруа и двухкубовые аппараты; во вторую группу входят аппараты непрерывного действия, а в третью — вакуум-перегонные аппараты.

Аппараты периодического действия

В коньячном производстве распространены в основном аппараты периодического действия. Они делятся на аппараты двукратной (аппараты шарантского типа) и прямой перегонки (типа Писториуса).

При двукратной перегонке коньячный спирт получают в два этапа: сначала виноматериал перегоняют на спирт-сырец, а затем путем фракционной перегонки получают головной, средний (коньячный спирт) и хвостовой погонь.

При прямой (однократной) перегонке вина сразу же образуются коньячный спирт и остальные фракции.

Простой бездефлегмационный аппарат (рис. 2) состоит из медного котла 1, который заделывается в кирпичной печи 12 и имеет рукоятки 2. На котел прикреплен шлем 4, соединенный паропроводной трубкой 5 со змеевиком холодильника 6, конец змеевика выведен наружу и заканчивается изогнутой вниз трубкой 10 для стока перегнанной жидкости в спиртоприемник. Холодная вода поступает в холодильник через воронку 7, а вытекает из отверстия 8. Кран 9 служит для опорожнения холодильника, а кран 11 — для выпуска винной барды после перегонки. На котле имеется отверстие 3 для пополнения куба перегоняемым вином.

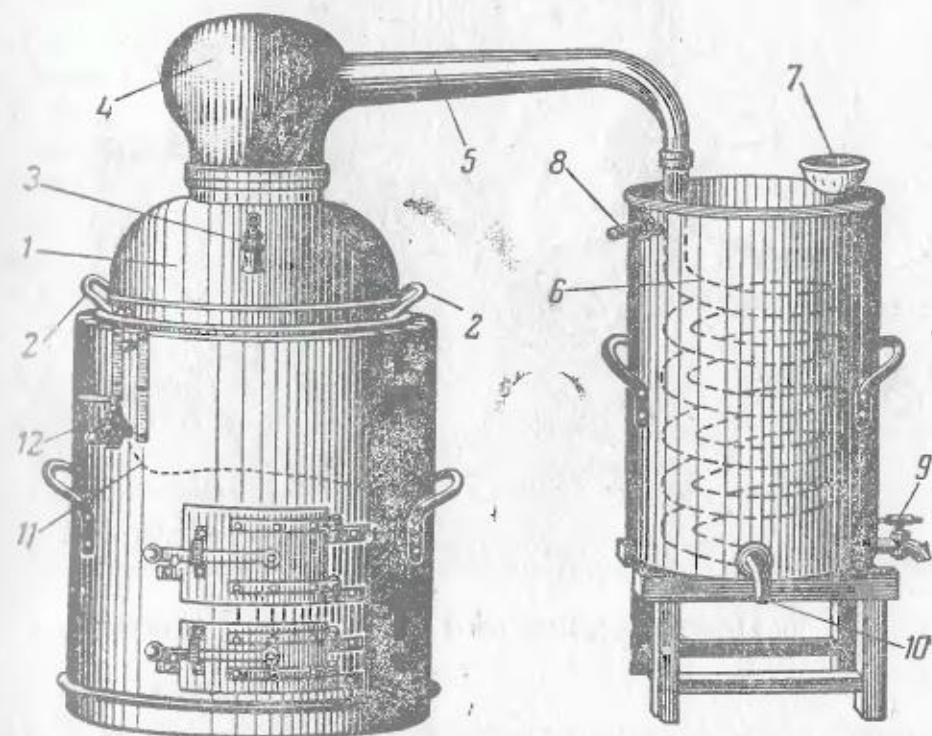


Рис. 2. Простой бездефлегмационный аппарат.

Простой перегонный аппарат с подогревателем (рис. 3) состоит из котла 1 со спусковым краном 2, указателем уровня вина внутри котла 9, отверстия для наливания вина, закрываемого винтовой пробкой 3, воздушного краника 4, люка для очистки котла 5, шлема 6 с паропроводной трубкой, который входит в подогреватель вина 6, колена 16 со змеевиком холодильника и наружного колена 12 с приспособлением для установки с фонарем. Подогреватель вина соединяется с котлом трубой с краном 10. Наполнение и чистку подогревателя осуществляют при помощи люка 8. Воронка 15 служит для подачи воды в холодильник, а отверстие 14 — для стока

воды из него, через кран 13 производится опорожнение холодильника 11.

Для перегонки вина котел наполняют до уровня винтовой пробки 3', наполняют подогреватель вином до уровня крана 7, проверяют плотность всех соединений, разводят под котлом огонь и начинают процесс перегонки.

Аппараты периодического действия состоят из следующих основных частей.

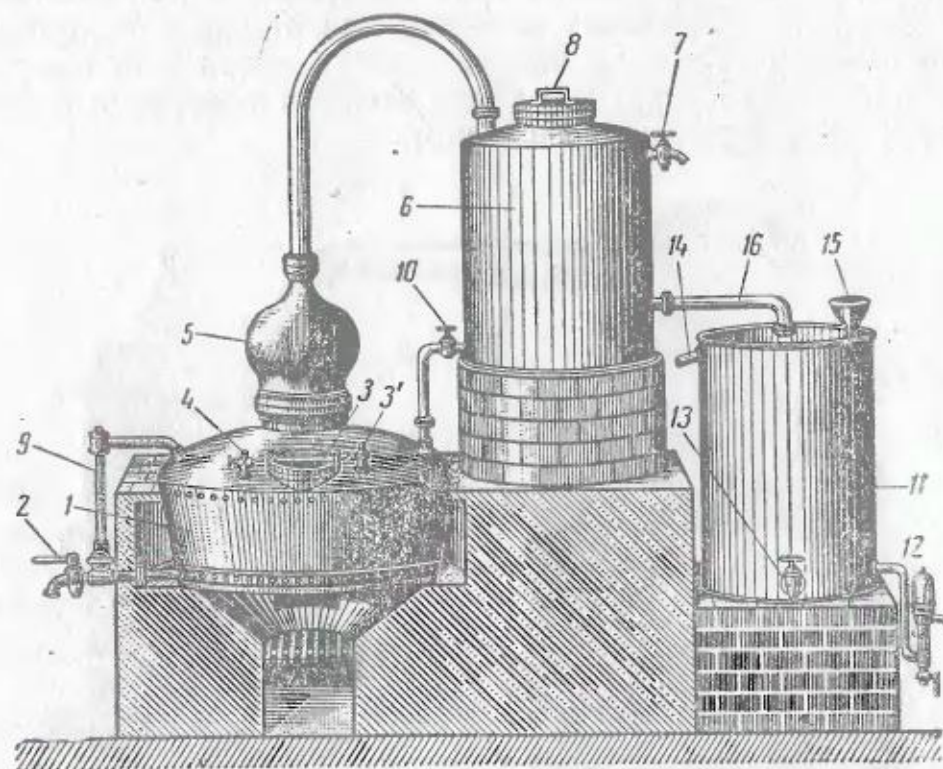


Рис. 3. Простой перегонный аппарат с подогревателем.

Напорный резервуар изготовляют из дуба в форме чана или бута. Он снабжен указателем уровня с мерной шкалой, загрузочным и спускным кранами и смотровым люком. Резервуар устанавливается выше подогревателя, чтобы жидкость из него поступала в подогреватель самотеком.

Во время перегонки 1 раз в неделю моют резервуары, а в конце сезона их обрабатывают, просушивают и покрывают слоем кальцинированной соды.

Куб (рис. 4) — это медный резервуар конической или цилиндрической формы, служащий для кипячения перегоняемой жидкости. На крышке куба расположено отверстие 1, над которым монтируется шаровой дефлегматор. Через люк 2 (диаметр 400 мм) осматривают и очищают куб. Люк закрывается крышкой 3. При загрузке куба и выпуске из него содержимого открывают воздушный краник 8. Питательный кран 7 служит для

загрузки куба сырьем из подогревателя. Давление при работе куба измеряют манометром 9.

Перегоняемую жидкость подогревают водяным паром, который подается в змеевик 4 через штуцер 5 и выходит через штуцер 6. Водомерное стекло 11 с отметками служит для контроля заполнения куба. В нижней части куба находится кран 10 для спуска барды.

Полезная емкость куба в большинстве случаев 65—85 дал.

Шаровой дефлегматор (рис. 5) служит для укрепления дистиллята за счет возврата в куб флегмы, образующейся в результате воздушного охлаждения спиртовых паров. Он состоит из двух штуцеров. Штуцером 1 соединяют шаровой дефлегматор с перегонным кубом, через штуцер 2 пары спирта проходят в холодильник или подогреватель.

Подогреватель, или порционный куб (рис. 6), необходим для предварительного нагревания перегоняемой жидкости до 50—60° С, что способствует увеличению производитель-

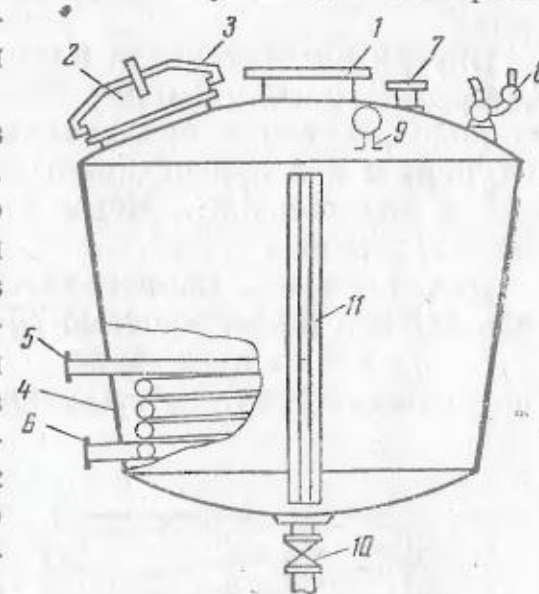


Рис. 4. Перегонный куб.



Рис. 5. Шаровой дефлегматор.

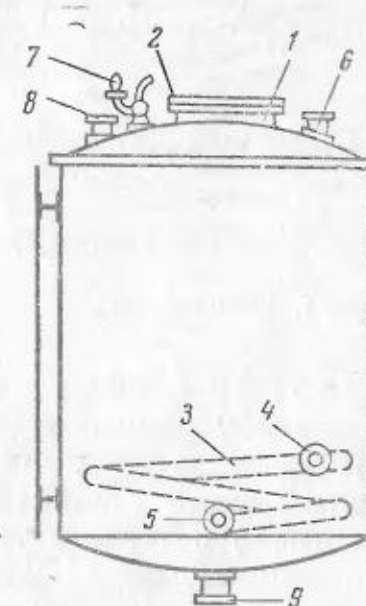


Рис. 6. Подогреватель.

ности куба и экономии пара (вино предварительно подогревается водно-спиртовыми парами, поступающими из куба).

Подогреватель представляет собой медный цилиндр, на крышке которого имеется люк 1 для ремонта или очистки его. Подогреватель закрывается крышкой 2. Штуцер 6 служит для загрузки подогревателя сырьем, штуцер 8 — для вывода паров спирта в холодильник. На крышке имеется также воздушный кран 7.

Внутри подогревателя в его нижней части находится змеевик 3, через который проходят водно-спиртовые пары, предварительно подогревающие предназначенную к перегонке жидкость. Штуцера 4 и 5 присоединены к трубам, идущим от дефлегматора и к холодильнику. Через нижний штуцер 9 подогретая жидкость спускается в куб.

Для аппарата производительностью 65—85 дал подогреватель должен быть емкостью 70—90 дал.

Холодильник (рис. 7) предназначен для конденсации спиртовых паров и охлаждения дистиллята до 15° С.

Холодильник представляет собой железный цилиндр, внутри которого помещены два медных змеевика. Змеевик 1 служит для охлаждения паров спирта, поступающих из дефлегматора, а змеевик 2 — для конденсации паров, идущих из подогревателя.

Штуцер 3 змеевика 1 соединен с змеевиком подогревателя и с паропроводом, идущим от дефлегматора; штуцер 4 змеевика 2 соединен с паропроводом от верхней части подогревателя. Концы обоих змеевиков холодильника соединены и выходят наружу через штуцер 5, к которому прикреплен спиртовой фонарь. Штуцера 6 и 7 служат для подачи и слива воды.

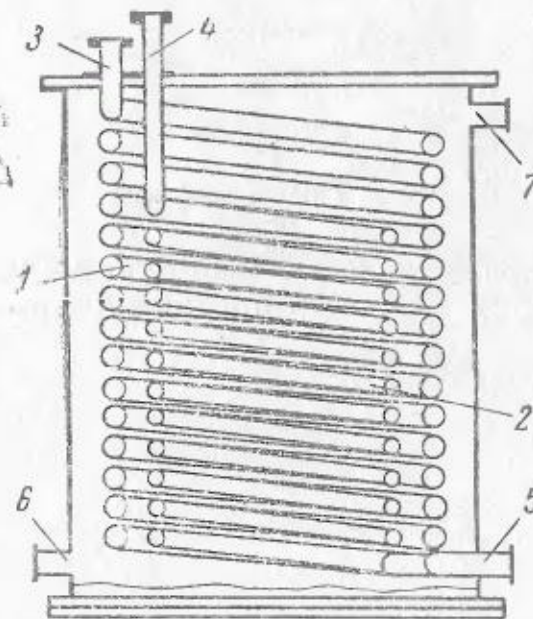


Рис. 7. Холодильник.

Спиртовой фонарь (рис. 8) служит для контроля перегонки; с его помощью осуществляют наблюдение за крепостью, температурой и скоростью потока спирта.

В нижней части 1 спиртового фонаря установлена трубка 2 для спиртомера и термометра. Через трубки 3 и 4 в спиртовой фонарь поступает спирт. На трубке 3 находится воздушник 5 для отвода углекислого и других газов, образующихся при перегонке виноматериала для спирта-сырца. По трубке 7 спирт поступает в спиртоприемник. Через краник 8 берут пробы. Фонарь закрывают стеклянным колпаком 6.

Спиртоприемник (рис. 9) представляет собой медный цилиндр для сбора погонов.

Спиртоприемник разделен перегородкой 2 на две части. Меньшая часть 3 предназначена для сбора головного и хвостового погонов, в большей части 4 собирается средняя фракция (коньячный спирт).

На крышке имеется широкое отверстие 1 для ремонта или

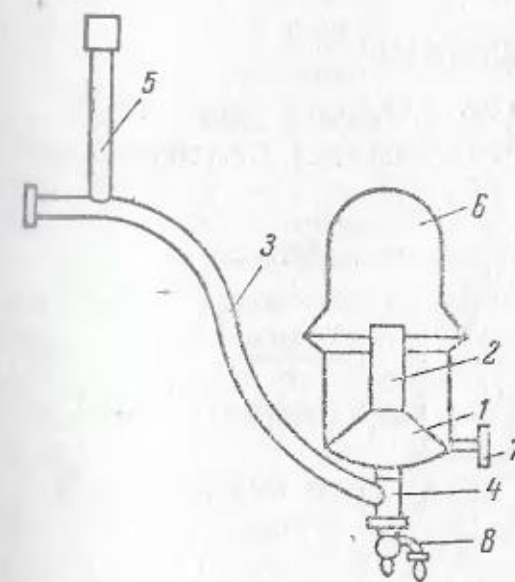


Рис. 8. Спиртовой фонарь.

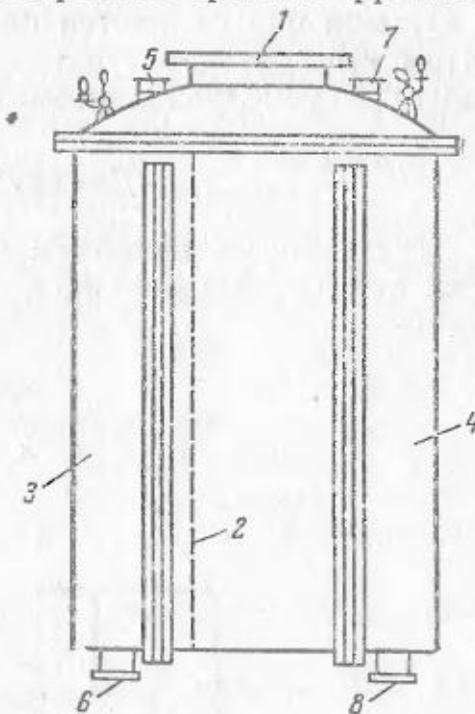


Рис. 9. Спиртоприемник.

очистки спиртоприемника. Отверстия 5 и 6 служат для загрузки и разгрузки спиртоприемника головной и хвостовой фракциями. Вторую часть приемника загружают коньячным спиртом и разгружают через отверстия 7 и 8.

Аппараты с дефлегмационными тарелками

С использованием аппаратов с дефлегмационными тарелками получение коньячного спирта осуществляется путем однократной перегонки виноматериалов.

В отличие от описанных выше шарантских аппаратов на кубе указанных аппаратов вместо шарового дефлегматора монтируются дефлегмационные тарелки — тарелки Писториуса.

Дефлегмационные тарелки (рис. 10), которые представляют собой чечевицеобразные со- суды, соединены одна с дру-

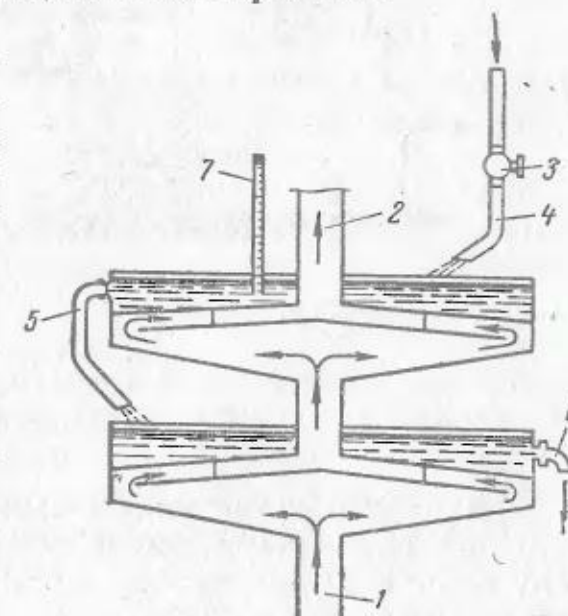


Рис. 10. Дефлегмационные тарелки.

гой. Патрубками 1 и 2 дефлегматор присоединяется к горловине куба и к пароотводящей коммуникации. Охлаждающая вода поступает на верхнюю тарелку с помощью крана 3 и патрубка 4. Отсюда она сливается по патрубку 5 на нижнюю тарелку, а затем выходит через патрубок 6. Для измерения температуры воды предусмотрен термометр 7.

Двухкубовые аппараты

Двухкубовые аппараты (рис. 11) используют для производства ординарных коньяков. Установка обладает большой мощностью.

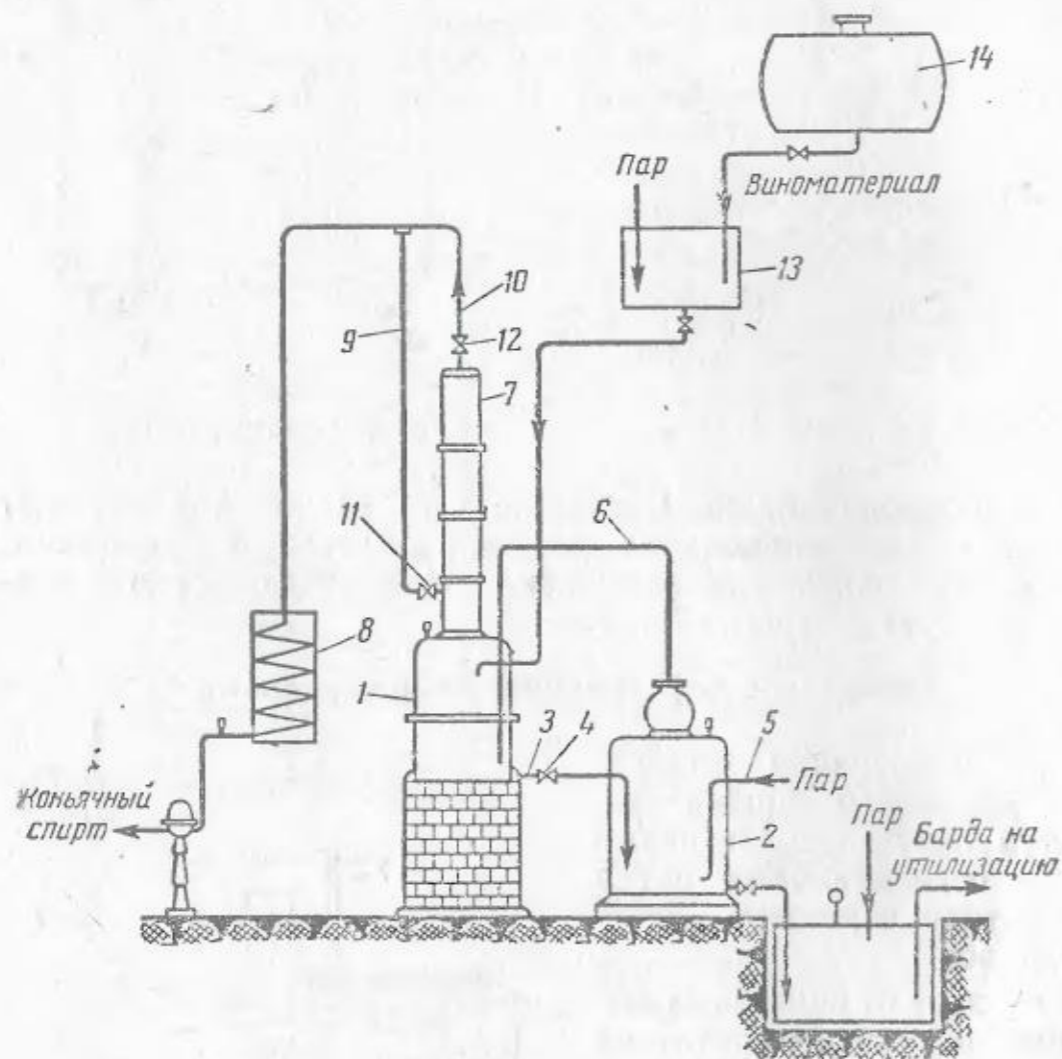


Рис. 11. Двухкубовые аппараты.

При производстве спирта-сырца производительность равна 1200 дал виноматериалов в сутки, а при производстве коньячного спирта путем однократной перегонки виноматериалов — сокращается на 20—30%.

Аппараты состоят из двух кубов 1 и 2 полезной емкостью по 100 дал каждый. Кубы расположены таким образом, чтобы содержимое из верхнего куба при помощи трубки 3 самотеком поступало в нижний, который снабжен краном 4.

Кроме этого, кубы соединены пароотводной трубкой 6, конец которой доходит почти до дна первого куба. Укрепительная колонка 7, находящаяся на горловине верхнего куба, снабжена пароотводящей коммуникацией, идущей к холодильнику 8. К холодильнику подключена и укрепительная колонка.

С помощью пароотводящих труб 9 и 10, которые снабжены кранами 11 и 12, осуществляется подача паров из куба через всю колонку или только через первую царгу. Над верхним кубом установлен подогреватель 13 и напорный резервуар 14. Греющий пар подается через патрубок с барботером 5 в нижний куб, а пары спирта переходят в верхний куб и вызывают в нем кипение жидкости. Образующиеся пары из верхнего куба проходят через колонку в холодильник. Коньячный спирт из холодильника после спиртового фонаря поступает в спиртоприемник.

На предприятиях коньячного производства используют также аппараты системы С. И. Зорабяна.

Аппарат прямой перегонки системы С. И. Зорабяна (рис. 12) состоит из порционного куба преднагревателя 1 (емкость до 500 дал) со змеевиком, по которому циркулирует отработанная горячая вода, поступающая из дефлегматора 5, перегонного куба 2 со змеевиком 12 и установленной на нем укрепляющей колонны 3 с колпачковыми тарелками, обводной трубы 4 и дефлегматора. Гидравлический затвор 16, в который вмонтирован ротаметр 19, служит питанием укрепляющей колонны флегмы.

В комплект аппарата входят вакуум-прерыватель 15, с помощью которого осуществляют контроль избыточного давления, холодильник 7, контрольный фонарь 8, дистанционные термометры 18 для контроля температуры вина и спиртовых паров в перегонном кубе и отходящих вод из дефлегматора и холодильника, а также сборники 9 и 10: первый для головных и хвостовых фракций, а второй — для коньячного спирта.

Вино, подогретое в преднагревателе отработанными горячими водами из дефлегматора до температуры 65—70° С, загружается в перегонный куб, где доводится до кипения змеевиком, соединенным с паропроводом 11. Конденсат из змеевика отводится через конденсационный горшок 13.

Спиртовые пары, образовавшиеся в перегонном кубе, барботируются через флегму в кипятильных тарелках укрепляющей колонны, по обводной трубе поступают в межтрубное пространство дефлегматора. В дефлегматоре установлены направляющие перегородки, благодаря которым осуществляется полный теплообмен между спиртовыми парами и охлаждающей поверхностью.

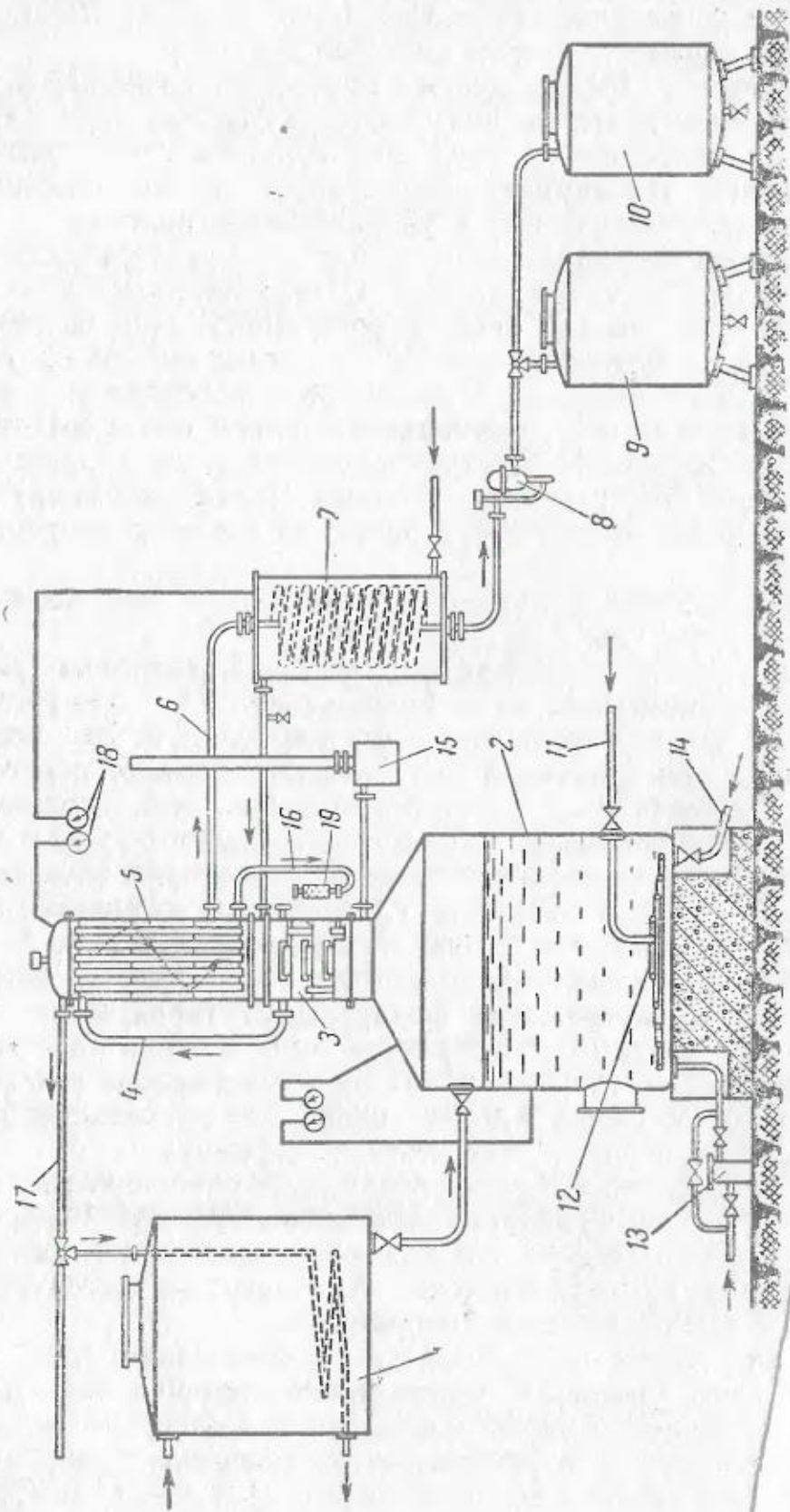


Рис. 12. Схема коньячного аппарата прямой перегонки.

Охлаждающая вода через нижний штуцер поступает в трубное пространство дефлегматора, где греется до температуры $55-90^{\circ}\text{C}$, и по трубопроводу 17 идет в преднагреватель для подогрева новой навалки. Флегма, образовавшаяся в дефлегматоре, возвращается на верхнюю тарелку укрепляющей колонны.

Спиртовые пары из дефлегматора по трубе 6 идут в холодильник, а полученные конденсаты через смотровой фонарь поступают в сборники.

Кубовые остатки (барда) спускаются по трубопроводу 14 и направляются для дальнейшего использования.

Сравнительные технико-экономические показатели шарантского аппарата и аппарата конструкции С. И. Зорабяна приведены в табл. 3.

Таблица 3

Показатели	Аппараты	
	шарантский	прямой перегонки
Производительность аппарата в сутки, л/а. а.	140	1000
Общая емкость перегонного куба, дал.	105	675
Полезная емкость, дал.	85	500
Свободный объем перегонного куба, дал.	20	175
Масса аппарата по меди, кг.	1500	1750
Расход меди на 1 л/а. а.	10,1	1,75
Производственная площадь, занимаемая одним аппаратом, м^2 .	30	40
Выход продукции с 1 м^2 производственной площади, л/а. а.	4,7	25
Продолжительность отгона одной навалки вина, ч.	8	10,8
Производственные потери спирта при перегонке, %	3,0	1,5

Аппараты непрерывного действия

На Майкопском ликеро-водочном заводе внедрен аппарат непрерывного действия системы Г. Г. Агабальянца и В. А. Маслова, который дает коньячный спирт удовлетворительного качества.

Аппарат состоит из напорного резервуара емкостью 2000 дал, виноподогревателя, двух эмалированных термос-резервуаров емкостью по 1500 дал, центробежного насоса, подающего вино-материал из резервуаров в верхнюю часть аппарата, элюационной колонны с девятью одноколпачковыми тарелками двойного кипячения кубовой емкостью 150 дал, колонны истощения с 22 колпачковыми тарелками кипячения и кубом емкостью 400 дал. Колонны снабжены дефлегматорами, холодильниками, спиртовыми фонарями и спиртоприемниками.

Вино нагревается в теплообменнике до 90°C и подается в термос-резервуары, в которых выдерживается в течение 15 ч при температуре $80-85^{\circ}\text{C}$ для образования фурфурола, слож-

ных эфиров и других полезных летучих примесей. Затем вино подается на среднюю тарелку эпорационной колонны, где выделяется часть легкоиспаряющихся примесей. Спиртовые пары, обогащенные примесями эфира-альдегидной группы, крепостью 90—92% об. концентрируются в дефлегматоре и в количестве 2—2,5% от получаемого коньячного спирта в виде головной фракции поступают через холодильник в спиртоприемник.

Вино без примеси головной фракции поступает в куб, где кипит 1,5 ч, и при температуре кипения непрерывно переходит на верхнюю тарелку колонны истощения. Отсюда водно-спиртовые пары поднимаются в дефлегматор, где спирт укрепляется до 68—70%, и в виде основного погона идут в холодильник.

Хвостовая фракция вместе с непрерывно отводимой бардой удаляется из куба, расположенного под колонной истощения.

В отечественной промышленности используют также аппараты непрерывного действия марки К-5 (НРБ). Аппарат состоит из колонны с 13 колпачковыми тарелками, системы из трех дефлегматоров, холодильника, виноподогревателя, бардяного регулятора и поплавкового регулятора уровня вина. Установка малогабаритна, проста в управлении, высокопроизводительна и экономична, не имеет ректификационной колонны, спирт укрепляется дефлегмацией и процесс ректификации исключен. Недостаток этого аппарата — отсутствие приспособления для фракционирования дистиллята и устройства для длительной тепловой обработки виноматериалов, в результате чего получают коньячные спирты с бедными полезными примесями.

Молдавский институт пищевой промышленности (В. К. Ломакин, В. М. Малтабар, М. Г. Ульянов) разработал схему модернизации аппаратов марки К-5, которая предусматривает изменение компоновки эпорационного устройства, что позволяет отбирать головную фракцию и улучшить тепловой режим обработки виноматериалов.

Модернизированный аппарат К-5М состоит из ректификационной тринадцатитарельчатой колонны, теплообменника, бардорегулятора, дефлегматоров, холодильника коньячного спирта, напорного бака вина, напорного бака воды, напорных бачков вина и воды.

После отстоя вино при помощи насосов из амфоры подается в напорный бак, а затем поступает в напорный бачок. В теплообменнике вино подогревается сбрасываемой бардой до 75—85°С.

Контроль за расходом вина осуществляют по ротаметру, а измерение температуры — термометром. В напорный бак поступает вода, питающая холодильник коньячного спирта и дефлегматоры. Кипятильник колонны подогревается паром при помощи барботера. Легкокипящая составляющая частично отби-

рается в первом дефлегматоре и возвращается на третью тарелку колонны.

Высококипящая составляющая сбрасывается бардорегулятором при определенном уровне в кипятильнике колонны и служит для подогрева вина. Спиртовые пары поступают на дефлегматоры, конденсируются и затем попадают в холодильник коньячного спирта.

Техническая характеристика аппарата К-5М

Расход вина на перегонку, л/ч	900—1100
Расход избыточного давления, ат	0,05—0,09
Параметры пара на входе в кипятильник, ат	4—6
Температура вина, подаваемого на первую тарелку, °С	75—85
Производительность колонны, дал/а. а. в сутки	200
Крепость коньячного спирта, %	69—70

Большой экономический эффект дает применение аппарата для непрерывной перегонки виноматериалов, модернизированного по схеме ВЗИППа (Г. Г. Агабальянц, В. А. Маслов). Предложенная этим институтом схема аппарата двойной сгонки для получения коньячного спирта в непрерывном потоке по сравнению с применяемыми аппаратами непрерывной перегонки виноматериалов дает возможность получать высококачественные коньячные спирты, подобные спиртам, полученным шарантским способом перегонки.

ПЕРЕГОНКА ВИНОМАТЕРИАЛОВ

Перегонка виноматериалов на коньячные спирты — сложный физико-химический процесс, требующий от мастера коньячного производства высокой квалификации, так как необходимо получить дистиллят, богатый полезными летучими компонентами. Неправильная перегонка даже высококачественного виноматериала приводит к потерям ценных компонентов, и коньячный спирт получается сравнительно низкого качества. Одним из условий получения высококачественного коньячного спирта и коньяка является соблюдение режима перегонки.

До начала перегонки подготавливают перегонные аппараты и виноматериал.

Подготовку перегонного аппарата к работе производят при непосредственном участии аппаратчика и специалиста цеха коньячного спиртокурения.

В первую очередь перегонный куб, дефлегматор и подогреватель испытывают на герметичность. После того как воздушный вентиль и спускной кран закрыты, куб вместе с дефлегматором и пароводящими коммуникациями наполняют водой из напорного резервуара через подогреватель. Когда уровень воды

достигнет трехходового крана подогревателя, кран закрывают, открывают воздушный вентиль и начинают заполнять подогреватель.

Система, наполненная водой, остается в таком положении на 3—4 ч, после чего осматривают каждую часть. В случае просачивания воды это место отмечают и после разгрузки аппарата тщательно ремонтируют.

Для проверки змеевика, кроме воды, используют водяной пар давлением 2—3 ат.

В процессе испытания порожний куб осматривают изнутри при электрическом освещении. По просачиванию воды или струи пара определяют поврежденное место и устраняют дефект.

Тщательно испытывают (так же, как и змеевик) холодильники и коммуникационные трубы.

По окончании проверки аппарат приводят в рабочее положение и вновь тщательно проверяют на герметичность.

Перегонку виноматериала производят на винодельческих пунктах первичного виноделия, винных заводах или непосредственно на коньячных заводах, в цехах винокурения, снабженных соответствующим оборудованием.

Виноматериалы поступают на коньячные заводы в бочках, автоцистернах или специальных железнодорожных цистернах.

Для транспортировки применяют дубовые бочки емкостью 30—60 дал. Перед транспортировкой бочки ремонтируют, тщательно моют, ополаскивают водой и взвешивают. Затем их наполняют вином под шпунт, после чего в зависимости от времени года и объема бочек отливают 1—3 дал. Бочки укупоривают транспортными шпунтами и взвешивают. На днище каждой бочки делают надпись с указанием завода-отправителя, сорта винограда, номера бочки, ее емкости, веса брутто, тары и нетто.

На автомашинах или в вагонах бочки устанавливают на днище. Для увеличения полезной площади вагона их располагают в два яруса.

Автоцистерны для перевозки вина сваривают из листового стали толщиной 5—6 мм и покрывают внутреннюю поверхность антикоррозионным и инертным к вину лаком БФ-2. Цистерны ставят в кузов автомашины. Объем ее 350 дал.

Более удобны для перевозки вина железнодорожные цистерны емкостью 1500 дал. Они оборудованы виномерными стеклами, термометрами, предохранительными клапанами, кранами для слива вина. Мойку и внутренний осмотр цистерны осуществляют через люки.

После доставки виноматериала на коньячный завод отбирают среднюю пробу для химико-органолептического анализа. При перевозке виноматериалов в цистернах отбор проб и общая органолептическая оценка виноматериала проще, так как приходится иметь дело с небольшим числом емкостей. При получении

виноматериала в бочках специалист в первую очередь производит органолептическую оценку виноматериалов каждой бочки, после чего берет только среднюю пробу здорового вина. Если в какой-либо бочке виноматериал имеет посторонний запах и вкус, то его бракуют и не включают в общую среднюю пробу.

При химическом анализе средней пробы определяют содержание спирта, сахара, общую сернистую кислоту, экстракт, удельный вес, летучие кислоты и титруемую кислотность.

Для облегчения контроля перегонки и получения однородных качественных коньячных спиртов производят эгализацию виноматериалов. Из эгализированных партий вновь берут среднюю пробу для химико-органолептического анализа. До перегонки уход за эгализированным виноматериалом осуществляется согласно технологическим правилам.

Перегонкой виноматериалов предприятия заняты с половины октября до мая, так как в жаркое время увеличиваются потери спирта, может произойти также порча несulfитированных виноматериалов, в связи с чем снижается качество дистиллята и увеличивается себестоимость выпускаемой продукции.

В процессе перегонки необходимо обеспечить условия для нормальной работы аппаратов и устранения нарушения технологических правил; контролировать загрузку кубов, интенсивность подогрева виноматериала и сырца; регулировать температуру охлаждения воды в холодильнике и на дефлегматоре.

Перегонные кубы должны загружаться на $\frac{2}{3}$ емкости (полезная емкость). При перегонке молодых вин с подогревом кубов открытым огнем наполнение не должно превышать 65% емкости куба. Паровой обогрев позволяет доводить загрузку до 70%, а при перегонке спирта-сырца куб можно загружать на 75—80% емкости.

Нагрев при перегонке регулируют греющим паром от котельной, который подается в аппаратный цех под давлением 3—3,5 ат. Подачу пара в змеевик осуществляют при помощи вентиля, расположенного около спиртового фонаря.

Регулирование степени охлаждения холодильника и дефлегматора позволяет получать качественные коньячные спирты и снизить потери при перегонке.

Контроль за степенью охлаждения дистиллята осуществляют при помощи термометра, установленного в стакане фонаря. Если при охлаждении применяют воду из открытых водоемов с температурой около 20°С и выше, перегонку нужно производить сравнительно медленнее.

Температура воды, отходящей из дефлегматора, должна быть 65—70°С. Контролируют температуру отходящей воды при помощи термометра, установленного на верхней тарелке. Подача воды должна быть равномерной.

После окончания перегонки приступают к подготовительным работам по разгрузке аппарата: прекращают подачу пара в змеевик, через 6—8 мин — приток воды в холодильник и дефлегматор, затем открывают воздушный вентиль, бардяной кран и выпускают из куба барду или обработанную жидкость. Барду направляют в цех утилизации.

При паровом обогреве куб полностью освобождается от жидкости. Если подогрев был проведен открытым огнем, то в кубе оставляют от 4 до 6 дал жидкости во избежание подгорания экстрактивных веществ вина.

Двукратная перегонка

Из железобетонных или других емкостей с помощью насоса виноматериал перекачивают в напорный резервуар шарантского аппарата (рис. 13). После этого загружают подогреватель 1,

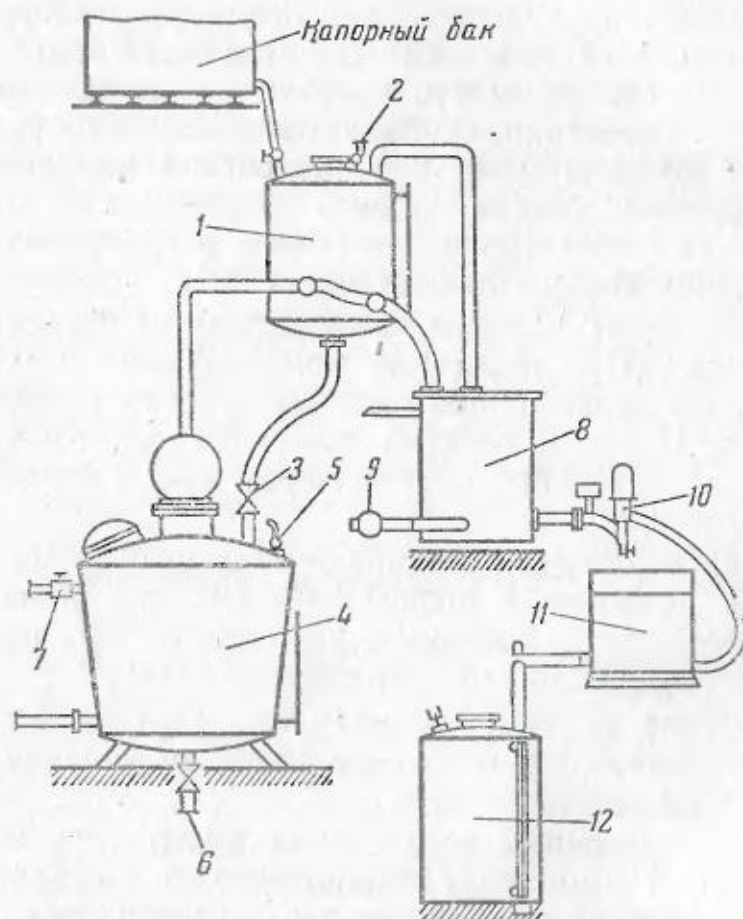


Рис. 13. Общий вид шарантского аппарата.

для чего открывают воздушный кран 2 и закрывают спускной кран 3.

Когда подогреватель наполнен до заданного уровня, закрывают вентиль напорного резервуара и спускают вино в куб 4,

открывая для этого воздушные краны 5, 2 и спускной кран 3; бардяной кран 6 должен быть хорошо закрыт. После наполнения куба закрывают спускной кран 3 и воздушник 5, открывают вентиль подачи пара 7 для подогрева вина. При паровом обогреве вино закипает в кубе через 25—40 мин, а при огневом — через 50—80 мин. Одновременно проверяют поступление воды в холодильник 8 через кран 9.

В начале перегонки помещенный в фонаре 10 спиртометр показывает пониженную крепость (5—10% об.), которая сохраняется до вытеснения из стакана фонаря воды, оставшейся в нем от предыдущей перегонки. Дистиллят (3—5 л), пройдя через фонарь, становится прозрачным и крепость его увеличивается до 50—65% об.

Оптимальная продолжительность перегонки вина 7 ч. Длительная (8—9 ч) и кратковременная (4—5 ч) перегонка нецелесообразна, так как в первом случае увеличиваются потери, а во втором — возможен переход кубовой жидкости в дистиллят, что приводит к снижению крепости спирта-сырца.

За 2—3 ч до окончания перегонки подогреватель вновь загружают виноматериалом и нагревают до 65—70° С водно-спиртовыми парами, поступающими из дефлегматора. По окончании перегонки, когда показание спиртометра равно нулю, подачу пара в куб прекращают, открывают воздушник 5 и барду выпускают через кран 6.

Полученный спирт-сырец из спиртоприемника 12 перекачивают в резервуар емкостью 1000—1500 дал для эгализации перед фракционной перегонкой. Количество полученного спирта-сырца обычно составляет 25—35% от объема перегоняемого вина; в кубе остается коньячная барда, из которой извлекают винную кислоту. Крепость спирта-сырца зависит в основном от крепости перегоняемого виноматериала и колеблется в пределах 20—35% об.

Спирт-сырец — бесцветная, слегка опалесцирующая жидкость; аромат и вкус его должны быть чистыми. Спирт-сырец с плесневыми или другими посторонними тонами не допускают к перегонке на коньячный спирт, его направляют на ректификацию.

При фракционной перегонке загрузка сырца и подогрев жидкости осуществляются так же, как и при перегонке вина. В начале перегонки дистиллят имеет неприятный запах, так как в нем содержится значительное количество высших спиртов, альдегидов и эфиров. В этот момент крепость дистиллята низкая (15—20% об.), она сильно возрастает после отбора 2—3 л жидкости и спустя 4—5 мин достигает 75—80% об. Дистиллят становится прозрачным, в нем слабеют альдегидно-эфирные тона, а крепость снижается до 73—75% об. С этого момента отделение головной фракции считается законченным и начинается выделение средней фракции.

При скорости перегонки 0,3—0,4 л/мин продолжительность отделения головной фракции колеблется от 20 до 40 мин и в зависимости от состава спирта-сырца ее объем составляет 1—3% от загрузки куба. Головная фракция через контрольный снаряд 11 поступает в спиртоприемник 12.

Скорость перегонки средней фракции 0,8 л/мин, продолжительность 7—9 ч. Когда крепость дистиллята достигнет 46—43% об., отбор средней фракции прекращают и начинают выделение хвостовой фракции.

Средняя фракция в количестве 30—35% от объема спирта-сырца через контрольный снаряд поступает в спиртоприемник, а затем передается в спиртохранилище на долговременную выдержку.

Скорость перегонки хвостовой фракции 0,7—0,9 л/мин; продолжается она до тех пор, пока спиртомер не остановится на нуле. Хвостовая фракция, составляющая 17—23% от объема спирта-сырца, через контрольный снаряд поступает в то отделение спиртоприемника, где помещена головная фракция.

Жидкость, оставшаяся в кубе (37—52% от объема спирта-сырца), спускают в канализацию.

Головной и хвостовой погоны эгализируют и подвергают фракционной перегонке. Головную фракцию отбирают в количестве 0,8—1% от объема перегоняемой жидкости, среднюю фракцию (коньячный спирт II сорта) — в количестве 20—25% и хвостовую фракцию — в количестве 20—25%.

Коньячный спирт II сорта направляют на выдержку для ординарных коньяков, а головной и хвостовой погоны — на ректификацию.

Однократная перегонка

Однократную перегонку виноматериала осуществляют на аппаратах прямой перегонки с двумя дефлегмационными тарелками (рис. 14). В этом случае подготовительные работы и пуск аппарата выполняют так же, как при двукратной перегонке. Через подогреватель 2 в перегонный куб 1 загружают виноматериал, который подогревается водяным паром, проходящим в змеевик через вентиль 3. Для получения дистиллята крепостью 62—70% об. температура воды на верхней дефлегмационной тарелке в течение всего периода перегонки должна быть 65—70° С.

Головную фракцию перегоняют со скоростью 0,3—0,4 л/мин; продолжительность процесса 20—25 мин; объем головной фракции составляет около 1% от объема перегоняемой жидкости.

Среднюю фракцию (коньячный спирт I сорта) перегоняют в течение 4—4,5 ч со скоростью 0,3—0,4 л/мин. Она составляет 10—14% от загрузки куба.

Отбор хвостовой фракции начинают при крепости дистиллята 42—45% об. и продолжают 2—2,5 ч. Объем ее составляет

11—15% от перегоняемого виноматериала. За 2—3 ч до окончания перегонки подогреватель вновь загружают виноматериалом, который к моменту спуска в перегонный куб нагревается до 65—70° С.

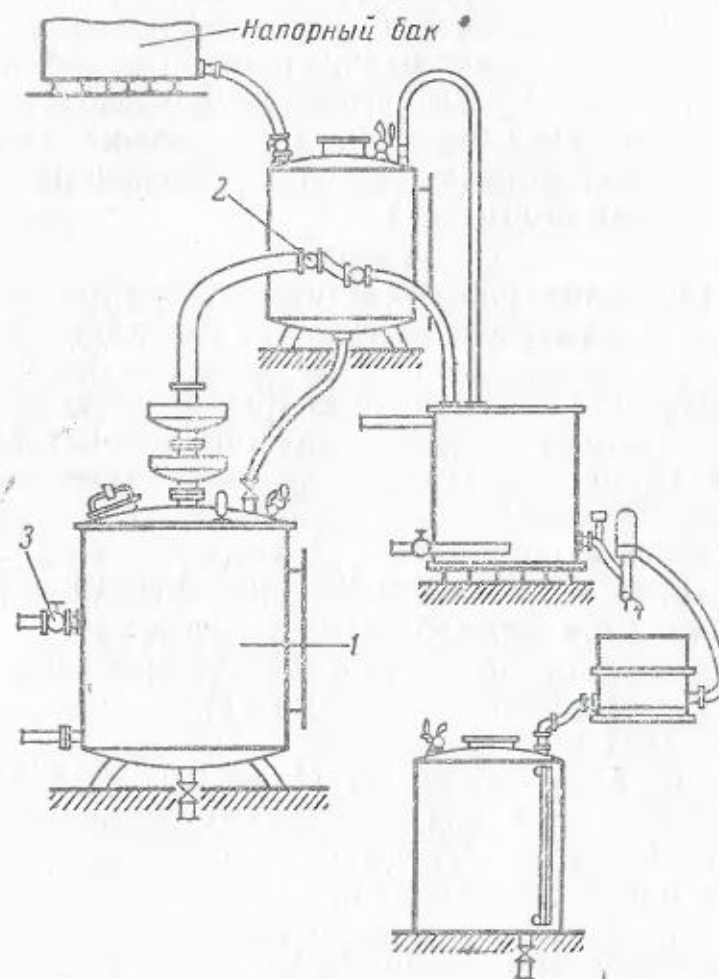


Рис. 14. Общий вид одногоночного аппарата.

Головные и хвостовые погоны эгализируют, разбавляют водой до крепости 10—12% и подвергают фракционной перегонке. В результате получают головную фракцию в количестве 1—1,5%, среднюю фракцию (коньячный спирт II сорта) — в количестве 8—12% и хвостовую фракцию — в количестве 13—17% от объема взятой смеси.

Коньячные спирты I и II сорта выдерживают в дубовых бочках, а головной и хвостовой погоны, полученные в результате второй перегонки, ректифицируют.

МЕТОДЫ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ГОЛОВНЫХ И ХВОСТОВЫХ ПОГОНОВ

Получаемые при перегонке вина головной и хвостовой погоны по химическому составу и органолептическим показателям отличаются друг от друга. В состав головного погона входят

альдегиды, некоторые эфиры, высшие спирты, метиловый спирт и другие летучие примеси, коэффициенты ректификации которых выше единицы. Головная фракция характеризуется резким неприятным запахом и вкусом. В состав хвостового погона входят летучие примеси, коэффициенты ректификации которых ниже единицы. Компоненты хвостовых погон, главным образом эфиры и кислоты, играют важную роль в облагораживании вкуса коньяка. Поэтому нецелесообразно смешивать головной и хвостовой погон. При перегонке смеси головного и хвостового погон получается коньячный спирт довольно низкого качества с нежелательными примесями.

ВЛИЯНИЕ КОНСТРУКЦИИ ПЕРЕГОННОГО АППАРАТА НА КАЧЕСТВО КОНЬЯЧНОГО СПИРТА

В практике коньячного производства господствовало мнение, что коньячный спирт высокого качества получается только на шарантских аппаратах. При двукратной перегонке получается спирт с более высоким содержанием ценных летучих примесей, чем при прямой перегонке. Причиной этого, по мнению А. Д. Лашхи, является более высокая ректификационная способность аппаратов прямой сгонки, в результате чего коньячный спирт отчасти обедняется летучими примесями. Однако разница между вкусовыми свойствами спиртов, полученных при перегонке на этих аппаратах, незначительна.

Некоторыми авторами (В. М. Малтабар, В. А. Маслов и др.) установлено, что при правильном режиме перегонки на аппарате прямой перегонки получают коньячный спирт такого же состава, как и при перегонке на шарантском аппарате. Л. Н. Кислицина при перегонке вина на аппаратах прямой перегонки с объемом куба 200, 300 и 500 дал добилась содержания эфиром и фурмуrolа в дистилляте даже выше, чем в спиртах двойной перегонки.

На аппарате прямой перегонки С. И. Зорабяна с емкостью перегонного куба 500 дал производят высококачественный коньячный спирт, не уступающий по органолептическим показателям спирту, полученному на шарантском аппарате, а иногда он оказывается даже более высокого качества.

Многочисленные экспериментальные работы показали, что в коньячном спирте, полученном при перегонке здорового вина в аппарате Писториуса, после соответствующей выдержки развивается характерный букет и вкус. Такой спирт можно использовать для изготовления марочных коньяков.

На аппаратах прямой перегонки с усиленной дефлегмацией получают коньячные спирты, пригодные для производства марочных коньяков. Из таких коньячных спиртов готовят, например, марочный коньяк «Енисели», который неоднократно получал высокую оценку на международных и всесоюзных выставках.

ПОТЕРИ СПИРТА ПРИ ПЕРЕГОНКЕ И ПУТИ ИХ СОКРАЩЕНИЯ

Потери спирта при перегонке в основном зависят от конструкции и режима работы аппаратов. При получении коньячных спиртов на шарантском аппарате потери достигают 3,5%, на аппарате Писториуса и на аппарате системы С. И. Зорабяна — до 2%, а на аппаратах непрерывного действия — 1—1,5%.

В процессе перегонки виноматериалов возможны технологические и механические потери, чтобы не допустить их в первую очередь необходимо до начала перегонки испытать аппараты на герметичность.

Неисправности в работе аппаратов приводят к резкому увеличению потерь. При перегонке виноматериалов в летнее время и при увеличении скорости сгонки потери также возрастают.

Перегонку следует проводить в установленный сезон спиртовурения (октябрь — апрель). Если эти сроки продлеваются, нужно ускорить перегонку, понизить температуру в цехе, термоизолируя горячие поверхности куба, подогревателя и паровых труб.

КОНДИЦИИ СВЕЖЕОТОГНАННЫХ КОНЬЯЧНЫХ СПИРТОВ

Качество коньяка в основном зависит от качества свежеотогнанного коньячного спирта. Практика коньячного производства показала, что свойства дефектных спиртов, обладающих посторонним запахом и вкусом, при выдержке улучшаются очень плохо и их бракуют. Спирты, бедные летучими веществами, при созревании (старении) в дубовых бочках мало развиваются и не отвечают требованиям выдержанного типичного высококачественного коньячного спирта.

Свежеотогнанные коньячные спирты должны быть бесцветными, прозрачными и обладать ясно выраженным приятным ароматом с винным или цветочным тоном. Вкус должен быть чистым, без постороннего привкуса, с легкими мыльными тонами. Ниже приведен состав свежеотогнанных спиртов крепостью 62—70% об.

Содержание безводного спирта на 100 мл, мг	
летучих кислот	До 80
альдегидов	До 50
эфиров (сложных)	До 250
высших спиртов	180—600
фурфуrolа	не более 3
Метиловый спирт, % об.	0,15
Сернистая кислота (общее количество), мг/л	
Медь, мг/л	до 20
Олово, мг/л	до 8
Железо, мг/л	до 5
Содержание свинца в коньячном спирте	до 1
не допускается	

ЧТО ДОЛЖЕН ЗНАТЬ АППАРАТЧИК О РАБОТЕ ПЕРЕГОННОГО АППАРАТА

Аппаратчик должен хорошо знать устройство отдельных агрегатов аппарата, принцип перегонки и правила ухода за ним.

При эксплуатации аппарата необходимо обращать внимание на следующие факторы: степень загрузки куба, интенсивность нагрева, режим охлаждения холодильника и дефлегматора и способ разгрузки куба.

При перегрузке куба жидкость из него может перейти в змеевик холодильника и спиртовой фонарь, а из последнего — в спиртоприемник, что вызовет снижение качества дистиллята.

Нормальная работа аппарата во многом зависит от интенсивности нагревания жидкости в кубе. Не допускается слишком сильный нагрев, так как в этом случае также может произойти переход жидкости из куба в дистиллят.

Пар от котельной следует подавать в аппаратный цех под давлением 3—3,5 ат. При появлении дистиллята в фонаре регулируют подачу пара так, чтобы струя спирта была равномерной.

Получению коньячного спирта хорошего качества и снижению потерь способствует регулирование степени охлаждения спиртовых паров в холодильнике. При использовании воды температурой выше 20°С перегонку следует проводить несколько медленнее.

Вместе с тем нельзя допускать сильного охлаждения тарелок, так как в этом случае увеличивается количество флегмы, возрастает расход пара и спирт получается более низкого качества. Желательно, чтобы температура воды, вытекающей из дефлегматора, была 65—70°С.

По окончании перегонки прекращают подачу пара, а спустя 5—6 мин — приток воды в холодильник и дефлегматор. После этого открывают воздушник и через вентиль из куба выпускают барду или отработанную жидкость. Чтобы не допустить подгорания экстрактивных веществ при огневом обогреве, в кубе оставляют 4—6 дал вина. Виноматериал в подогревателе нагревается парами спирта. Трехходовой кран, через который пары спирта направляются в подогреватель, должен быть при этом открыт.

ОСНОВНЫЕ ПРАВИЛА САНИТАРИИ, ГИГИЕНЫ И ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ В ЦЕХЕ ПЕРЕГОНКИ

В цехе перегонки необходимо поддерживать чистоту; стены цеха ежегодно следует белить раствором известкового молока, а двери и окна покрывать лаком.

Во время спуска вина и спирта-сырца из подогревателя, а также разгрузки куба вентиль воздушника должен быть открыт.

Аппаратчик во время работы должен регулярно проверять

герметичность аппарата, не допуская поступления паров спирта в воздух, так как это увеличивает потери и может быть причиной несчастных случаев.

В цехе должны быть огнетушители, ящики с песком и другие противопожарные средства.

ВЫДЕРЖКА КОНЬЯЧНЫХ СПИРТОВ

Полученный коньячный спирт эгализируют и передают в цех выдержки. От каждой партии лаборатория отбирает средние пробы спирта для химического анализа и органолептической оценки. Лабораторные данные заносят в журнал в качестве исходных для контроля интенсивности изменений, происходящих при выдержке спирта.

Коньячные заводы, кроме своего спирта, получают спирт от других винных заводов и пунктов первичного виноделия; в этом случае молодой коньячный спирт перевозят в дубовых бочках емкостью 50—70 дал на автомашинах или в железнодорожных вагонах, а также в автомобильных или железнодорожных цистернах. При приемке спирта в бочках их вскрывают и органолептически проверяют качество спирта в каждой бочке. Если спирт не отвечает установленным кондициям, то его выбраковывают. От спиртов, признанных доброкачественными, берут среднюю пробу для химико-органолептического анализа. Затем бочки закрывают шпунтами и взвешивают для определения веса брутто. Спирт перекачивают насосом в стационарную тару, после чего устанавливают массу пустых бочек и определяют количество принятого безводного спирта.

Перевозка коньячного спирта в цистернах, особенно в железнодорожных, более рациональна: сокращается время перевозки, механизуются трудоемкие работы, снижаются потери спирта.

При приемке спирта из автомобильных и железнодорожных цистерн специальными мерниками определяют количество спирта, берут среднюю пробу, после чего спирт перекачивают в стационарную тару, находящуюся в цехе выдержки.

На выдержку спирты закладывают партиями в зависимости от их возраста, микрорайона, произрастания винограда и сортового состава. Однородные спирты закладывают отдельно.

На каждом лагере делают надпись с указанием количества бочек, количества безводного спирта, времени выкурки, сорта винограда, микрорайона и номера партии эгализации.

Для развития характерного букета и вкуса в период выдержки, кроме исходного состава и качества свежетоогнанного коньячного спирта и некоторых других факторов, большое значение имеет температура и влажность воздуха помещения, емкость тары и соблюдение технологических правил выдержки коньячных спиртов.

ПОМЕЩЕНИЯ И ЕМКОСТИ ДЛЯ ВЫДЕРЖКИ КОНЬЯЧНЫХ СПИРТОВ

Климатические условия помещений для выдержки коньячных спиртов наряду с другими многочисленными факторами влияют на нормальный ход окислительно-восстановительных процессов и оказывают влияние на развитие характерного букета и вкуса коньячных спиртов.

Практика коньячного производства показывает, что оптимальная температура выдержки коньячного спирта 15—25°С и относительная влажность 75—85%. В более сухом помещении, где средняя годовая температура выше, устанавливают увлажнители. Совершенно непригодны для выдержки коньячного спирта помещения, в которых температура воздуха ниже, а относительная влажность выше. В этом случае, хотя потери спирта и уменьшаются, но спирты слабо окрашиваются и в них очень медленно развивается характерный запах и вкус. На случай возможного понижения температуры помещение должно отапливаться. Нецелесообразно также использовать для выдержки помещения, в которых температура воздуха резко колеблется, что приводит к увеличению потерь спирта и других полезных летучих веществ.

Для хранения коньячного спирта используют надземные, полуподвальные, фундаментальные и легкого типа помещения.

Для выдержки коньячных спиртов наиболее удобны полуподвальные этажи фундаментальных зданий; в таких помещениях оптимальные климатические условия обуславливают нормальное протекание процессов созревания — старения коньячных спиртов.

Помещения легкого типа непригодны для долголетней выдержки коньячных спиртов, поскольку температура в них сильно колеблется: летом очень высокая, а зимой заметно падает, что в свою очередь замедляет окислительно-восстановительный процесс. По данным института «Магарач», на Кишиневском заводе, где коньячный спирт находится на выдержке в помещениях легкого типа, потери за год составили в среднем 6,5%, а на Одесском заводе при выдержке коньячных спиртов в фундаментальном спиртохранилище — 4,53%.

В подвальном спиртохранилище высока относительная влажность и сравнительно низка температура.

В спиртохранилищах производятся ежедневные наблюдения за температурой и относительной влажностью воздуха; в случае отклонений от нормы специалист немедленно принимает меры для устранения существующих недостатков.

Важную роль при выдержке коньячного спирта играют технологические емкости. Для изготовления их используют в основном древесину дуба. В бочках из высококачественной дубовой древесины качество коньячного спирта улучшается: он стано-

вится мягким, бархатистым, гармоничным, приятного цвета. В бочках, изготовленных из дуба низкого качества, качество спирта ухудшается и замедляется процесс его созревания — старения.

Для коньячного производства пригоден дуб, произрастающий в Татарии, Марийской АССР, на юго-западе Украины, в Азербайджане, Казахстане, Грузии и Армении.

На качество древесины влияет также возраст дубовых деревьев. У молодого дуба древесина более мягкая, редкослойная, характеризуется более высоким содержанием экстрактивных веществ, что ухудшает вкусовые показатели коньячного спирта и увеличивает потери. Хорошую древесину дает дуб в возрасте 70, 80 и 100 лет. Она богата веществами, играющими важную роль в созревании коньячного спирта.

Чтобы изготовить бочки для коньячного производства, не рекомендуется применять древесину менее твердых видов дуба, а также дуба, произрастающего на пониженных, сырых местах (на жирной почве). Древесина такого дуба обладает рыхлым строением и крупнопориста. При выдержке коньячного спирта в бочках, изготовленных из такого дуба, увеличиваются потери и ухудшаются его вкусовые свойства.

Серьезное внимание при изготовлении бочек должно быть уделено содержанию влаги в клепках. Бочки из свежизготовленной клепки непригодны для выдержки коньячного спирта: они скоро деформируются и, кроме того, способствуют образованию в спирте неприятных веществ. Поэтому необходима предварительная естественная сушка клепок под навесом на открытом воздухе в течение 2—3 лет. В результате сушки почти полностью исключается образование трещин. Кроме того, благодаря ферментации составных частей дубовой древесины качество коньячного спирта при выдержке улучшается.

Для коньячного производства необходимо использовать только бочки первой категории. Их изготавливают из колотых клепок, габариты которых приведены в табл. 4.

Емкость коньячных бочек в разных странах различна. В СССР применяют бочки емкостью 30; 40; 50 дал, а во Франции, Испании и Италии — 25; 30 дал.

Бочки должны быть определенной формы с постоянным количеством обручей: на бочках емкостью 50 дал — 10 обручей; 40 дал — 8; 30 дал — не менее 6 обручей.

Таблица 4

Емкость бочек, дал	Габаритные размеры, мм	
	боковые клепки, длина ¹	дно, длина ²
30	900	700
35	975	700
40	1000	750
45	1060	750
55	1120	825
60	1150	825

¹ Ширина 60—130 мм, толщина 35 мм.

² Ширина 60—160 мм, толщина 35 мм.

На винодельческих предприятиях Франции на каждую бочку, кроме железных обручей, набивают по два деревянных обруча толщиной 2,5 см, что делает бочки более прочными и увеличивает срок их эксплуатации.

Новые бочки обрабатывают так, как это было описано выше, не применяя только раствор кальцинированной соды. Вначале их используют для хранения спиртованных вод. После обработки определяют емкость бочек, и на днище каждой из них надписывают год изготовления, инвентарный номер и емкость.

В большинстве случаев емкость определяют взвешивая бочки, заполненные водой, но этот метод неточен, так как часть спирта (около 0,5%) впитывается во влажную клепку.

Г. И. Фертман и А. И. Духовный предложили измерять емкость бочек, наливая в них коньячный спирт (до полного объема не доливают 2—3 л), затем определять температуру термометром с ценой деления не более 0,5° и крепость спирта спиртомером класса 0,1. После этого бочку нужно доливать тем же спиртом, шпунтовое отверстие забивать, бочку взвешивать и устанавливать вес брутто, затем бочку освободить от спирта, взвешивать и подсчитывать вес нетто.

По крепости спирта находят плотность его при температуре в момент заполнения бочки. Вес нетто (в кг) делят на плотность и получают емкость бочки в литрах.

Пример 1. Вес нетто спирта 500 кг, крепость его 65% об., температура при наполнении бочки 10°С. Согласно приложению при 10°С плотность спирта крепостью 65% об. равна 0,90582, отсюда емкость бочки будет равна

$$\frac{500}{0,90582} = 552,0 \text{ л.}$$

Пример 2. Вес нетто спирта 450 кг, крепость 64,5% об., температура спирта 15°С. Согласно приложению при 15°С плотность водно-спиртового раствора крепостью 64% об. равна 0,90409, а при крепости 65% об. — 0,90175. Тогда плотность коньячного спирта крепостью 64,5% об. при 15°С будет

$$\frac{0,90409 + 0,90175}{2} = 0,90292.$$

$$\text{Емкость бочки} \frac{450}{0,90292} = 498,4 \text{ л.}$$

Этот метод измерения емкости бочек дает удовлетворительные результаты.

УХОД ЗА КОНЬЯЧНЫМИ СПИРТАМИ НА ВЫДЕРЖКЕ

Коньячные бочки требуют особого ухода. Их нельзя использовать для хранения спирта-сырца и других продуктов.

Во избежание порчи обручей их покрывают сверху лаком. Эту операцию проводят во дворе, чтобы защитить спирт от неприятного запаха лака. После просушки обручей бочки вносят в помещение и заполняют спиртом (не доливают на 1—

1,5%). Бочки забивают хорошо промытыми шпунтами и устанавливают в 1—4 яруса в зависимости от высоты помещения, причем в первом (нижнем) ярусе устанавливают бочки большей емкости, а в верхних — меньшей.

Однако, по данным В. Д. Цицишвили, устанавливать бочки ярусами нецелесообразно: в нижних ярусах они деформируются, сравнительно быстро выходят из строя, затрудняется доступ к ним, причем ожидается увеличение потерь коньячного спирта при технологических процессах и инвентаризации. Стеллажный способ хранения коньячных спиртов устраняет данные недостатки и гарантирует сравнительно длительную сохранность бочек, облегчает доступ к бочкам для их ремонта и ухода за спиртом.

Исследования И. М. Скурихина показали, что при использовании стеллажного способа хранения бочек с коньячным спиртом потери спирта от макро- и микротечей по сравнению с ярусной системой сокращаются на 53%. Поэтому лучше хранить бочки на стеллажах, что должно быть предусмотрено при строительстве новых коньячных заводов.

В процессе выдержки коньячных спиртов проверяют состояние бочек и при необходимости ремонтируют их.

Коньячный спирт в период выдержки нуждается в тщательном наблюдении и уходе. Периодически проводят дегустации, определяют его цвет, аромат и вкус. Если в аромате и вкусе чувствуются посторонние тона, то применяют соответствующие приемы обработки для их устранения (оклейка, обработка желтой кровяной солью и пр.).

После 2—2,5 лет выдержки спирты сортируют. Спирты высшего качества как перспективные оставляют на долговременную выдержку для марочных коньяков; спирты более низкого качества используют на изготовление обычных коньяков.

Раз в год производят химический анализ коньячных спиртов, определяя содержание в них спирта, летучих кислот, альдегидов, ацеталей, общих кислот, общих эфиров, высших спиртов, экстракта, дубильных веществ, фурфурола, меди, железа. Данные анализа оказывают большую помощь специалистам при оценке хода созревания коньячных спиртов.

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ПРОЦЕССЫ ПРИ ВЫДЕРЖКЕ КОНЬЯЧНЫХ СПИРТОВ В ДУБОВЫХ БОЧКАХ

Свежеотогнанный коньячный спирт характеризуется сравнительно грубым и негармоничным вкусом. Характерный аромат и вкус он приобретает при длительной выдержке (от 3 до 20 лет, а в некоторых случаях больше) в дубовых бочках. Из древесины дуба в спирт экстрагируются вещества, придающие ему оригинальный характерный букет и вкус.

По данным Н. М. Сисакяна и И. А. Егорова, коньячный спирт созревает в два этапа: вначале в результате взаимодей-

ствия коньячного спирта с дубовой клепкой в него переходят экстрактивные вещества, а на втором этапе происходят частичные превращения этих веществ.

По мнению Г. Г. Агабабянца, процессы образования коньяка в основном протекают в порах клепки.

С. М. Манская и М. П. Емельянова предполагают, что при выдержке коньячного спирта фенолы окисляются кислородом воздуха с образованием перекисей, которые активируют кислород.

По данным А. Д. Лашхи, при выдержке коньячного спирта продукты окислительных реакций в течение длительного времени взаимодействуют друг с другом, в результате чего создается характерный коньячный букет.

Л. М. Джанполадян и Ц. Л. Петросян считают, что коньячный спирт обогащается кислородом воздуха, под действием которого древесина и ее экстракт образуют перекиси.

Таким образом, окислительно-восстановительные процессы являются одними из основных при выдержке коньячных спиртов. Они способствуют превращению летучих и нелетучих компонентов.

В осуществлении окислительно-восстановительных процессов большую роль играет кислород воздуха, растворимость которого в коньячном спирте зависит в основном от его крепости и температуры среды.

По данным Л. М. Джанполадяна, содержание кислорода в трехлетнем коньячном спирте составляет: в верхнем слое — 14,5 мг/л, среднем — 10,5 мг/л и нижнем — 8,2 мг/л.

Исследования И. М. Скурихина показали, что при насыщении коньячного спирта воздухом максимальная растворимость кислорода достигает 19 мг/л, а при использовании чистого кислорода — 31—37 мг/л и выше. По его же данным, кислород участвует в двух важнейших реакциях, связанных с улучшением качества: в окислении пропилфенольных компонентов лигнина по двойной связи в боковой цепи с образованием ароматических альдегидов типа ванилина: в окислении дубильных веществ дуба с образованием растворимых продуктов, улучшающих вкус коньячных спиртов и коньяков.

Окислительные процессы и изменения в содержании летучих компонентов при выдержке коньячных спиртов происходят сравнительно медленно.

Скорость образования альдегидов и ацеталей зависит от древесины и вида дуба. По мнению Ц. Л. Петросяна, в присутствии древесины дуба образование альдегидов и ацеталей в 5—7 раз усиливается.

Количественный состав спиртов меняется в основном в зависимости от возраста коньячного спирта.

По данным И. А. Егорова и А. К. Родопуло, количество изоамилового спирта достигает 33%. За ним следуют *n*-гексанол,

изобутанол, *n*-гептанол и *n*-пентанол, содержание которых колеблется от 2,7 до 9%. Содержание *n*-изопропанола колеблется от 0,5 до 1,84%. По мере увеличения сроков выдержки уменьшается количество высших спиртов в результате окисления спиртов в соответствующие кислоты.

В процессе выдержки коньячных спиртов количество летучих кислот возрастает.

При выдержке коньячных спиртов в сравнительно сухом помещении при температуре выше 13—15°C и относительной влажности ниже 75% вода испаряется быстрее, чем спирт. В результате концентрация спирта возрастает, а объем его уменьшается, и, наоборот, объем коньячного спирта, выдерживаемого во влажном помещении, увеличивается, а крепость снижается на 1—1,5%.

Титруемая кислотность при выдержке коньячных спиртов увеличивается (величина рН уменьшается), что особенно заметно на первом году выдержки, в дальнейшем уменьшение идет сравнительно медленно.

Нелетучие вещества, в состав которых входят лигнин, дубильные и экстрактивные вещества, сахара, гемицеллюлозы и целлюлоза, в коньячных спиртах в основном образуются в результате растворения элементов древесины дуба.

По данным И. М. Скурихина, весь процесс созревания — старения коньячных спиртов, в особенности превращения летучих и нелетучих компонентов, можно разделить на три периода.

I период (примерно до 5 лет) характеризуется наиболее интенсивным извлечением дубильных веществ, которые под действием кислорода воздуха и благодаря высокому показателю рН спирта (5,5—5,0) подвергаются интенсивному окислению.

В результате экстракции дубильных веществ, урсусной и молочной кислот и образования летучих кислот кислотность спирта возрастает. Начинается процесс гидролиза гемицеллюлоз, скорость которого зависит от содержания спирта, рН и температуры среды. В коньячном спирте образуются простейшие моносахара — ксилоза, арабиноза и глюкоза. Начинается извлечение и распад лигнина с образованием ароматических альдегидов. В этот период дубильные вещества составляют около 25—35% сухого остатка, редуцирующие сахара — около 18—24%, лигнин — около 30—35%. Коньячные спирты приобретают светло-желтый цвет, слабо развитый аромат и сравнительно грубый вкус.

II период (примерно от 5 до 10 лет) характеризуется замедлением экстракции дубильных веществ благодаря уменьшению градиента концентрации веществ в клепке и в спирте. Происходит дальнейшее окисление дубильных веществ.

В результате повышения кислотности интенсивнее протекают процессы извлечения и распада лигнина с образованием ароматических альдегидов и процесс гидролиза гемицеллюлоз.

В спиртах появляется фруктоза. Сухой остаток коньячных спиртов этого периода содержит около 25—35% дубильных веществ, 20—30% лигнина и 25—35% сахаров.

Коньячные спирты приобретают интенсивный желтый цвет, приятный аромат и мягкий вкус.

III период (свыше 10 лет) характеризуется замедлением по сравнению с предыдущими периодами процесса экстракции танидов и других веществ из клепки. Окислительные процессы продолжают. Ввиду этого содержание танидов в коньячных спиртах не изменяется или начинает уменьшаться. Продолжаются процессы извлечения и распада лигнина и гидролиза гемицеллюлоз. Часть сахаров (ксилоза и арабиноза) дегидратируют с образованием фурфурола.

Сухой остаток коньячных спиртов в основном состоит из сахаров (50—60%). Лигнин и таниды составляют по 10—20% от суммы экстрактивных веществ.

В этот период заметно улучшаются органолептические свойства коньячных спиртов. Они характеризуются интенсивным золотисто-желтым цветом, крепко выраженным приятным букетом старости и мягким гармоничным вкусом.

Большое значение при выдержке коньячных спиртов имеет возраст и емкость бочек. Установлено, что количество летучих кислот, общих кислот, дубильных веществ в спиртах, выдержанных в новых бочках, выше, чем в старых; в отношении общих эфиров и перекисного числа получены противоположные результаты.

С уменьшением емкости бочек в спиртах увеличивается количество летучих кислот, общих кислот, общих эфиров, кислых эфиров и дубильных веществ.

Коньячные спирты, выдержанные в старых бочках, характеризуются более приятным ароматом и гармоничным вкусом, чем спирты, выдержанные в новых бочках. Кроме того, вкусовые свойства коньячных спиртов улучшаются при увеличении емкости бочек (от 20 до 50 дал).

ПОТЕРИ ПРИ ВЫДЕРЖКЕ КОНЬЯЧНЫХ СПИРТОВ В ДУБОВЫХ БОЧКАХ И МЕТОДЫ ИХ СНИЖЕНИЯ

Потери спирта при выдержке в дубовых бочках происходят в результате впитывания клепкой и испарения. Интенсивность этих процессов зависит в основном от температуры и влажности помещения, анатомического строения клепки дуба, возраста спирта, возраста и емкости бочек и др.

Исследования И. М. Скурихина показали, что потери спирта при температуре до 18°С составляли 2,2—2,7%, при температуре 20—25°С потери увеличивались в 2 раза, а при 25°С — в 3,5 раза. По данным Л. М. Джанполадяна, потери за три летних месяца в 10 раз больше, чем в марте и апреле. Нормы по-

терь, вызванных выдержкой спирта, в разных странах установлены в разных пределах.

По данным Кремера, в наполненных бочках емкостью 50 дал потеря спирта колебалась от 2,7 до 2,8%, в бочках той же емкости, наполненных до половины, достигала 5,2%.

Исследования А. Д. Лашхи и А. Л. Сирбиладзе, проведенные в производственных условиях, показали, что при выдержке коньячных спиртов на потери спирта большое влияние оказывают такие факторы, как давность употребления бочки и возраст спирта, емкость бочки и крепость спирта. Оказалось, что усушка из новой бочки нового спирта протекает интенсивнее (среднегодовые потери 5,8%), чем старого спирта (потери 4,3%); при использовании старой бочки потери заметно уменьшаются (3,6%). Потери увеличиваются с увеличением удельной поверхности жидкости. В хранилищах с высокой влажностью потери 60%-ного коньячного спирта больше, чем 40%-ного.

Годовые нормы потери спирта с учетом района, температурных условий, помещения и емкости тары для первого и второго года выдержки приведены в табл. 5.

Таблица 5

Тара	Потери спирта, %, при различной температуре воздуха, °С, по союзным республикам							
	Узбекская, Таджикская, Армянская и Туркменская ССР				остальные			
	до 15	15,1—20,0	20,1—25,0	свыше 25	до 15	15,1—20,0	20,1—25,0	свыше 25
Бочки до 70 дал	3,9	4,5	4,9	5,6	3,3	3,7	4,1	4,4
Бочки свыше 70 дал и буты до 150 дал	2,4	2,6	3,0	3,6	2,3	2,4	2,7	3,1
Буты свыше 150 дал	2,2	2,4	2,8	3,2	2,0	2,2	2,6	2,9

На третьем году выдержки нормы годовых потерь снижаются на 5%, а в последующие годы — на 10%.

При выдержке коньячных спиртов и спиртовых вод в дубовых бочках емкостью до 120 дал на открытом воздухе годовые потери спирта при температуре до 15°С составляют 5,8%, от 16 до 20°С — 6,8%, от 21 до 25°С — 7,7%, а свыше 25°С — 8,5%.

Как видно из приведенных данных, при выдержке коньячных спиртов в течение продолжительного времени годовые потери колеблются в пределах 3—5%, что значительно увеличивает себестоимость выпускаемой продукции. Общие потери при выдержке коньячных спиртов велики. Однако сокращение потерь путем замедления химических процессов нежелательно, наоборот, надо усиливать процессы, ускоряющие созревание

продукта. Одновременно следует выработать такие мероприятия, которые в определенной мере сократят потери при созревании и старении коньячных спиртов и не окажут отрицательного действия на качество продукции.

Л. М. Джанполадян и Ц. Л. Петросян установили, что при нормальном протекании окислительно-восстановительных процессов в бочки поступает избыточное количество кислорода. Следовательно, возможна герметизация при помощи частичного и полного окрашивания бочек, которая дает сокращение потерь спирта до 53%.

При выдержке коньячных спиртов в полностью окрашенных (снаружи) бочках потери спирта по сравнению с контрольными бочками сокращаются на 1,52%. Выдержанные в окрашенных бочках коньячные спирты и приготовленные из них коньяки «Пять звездочек» своими химико-органолептическими показателями незначительно, но все же превосходят контрольные.

Потери при выдержке коньячных спиртов на открытом воздухе в частично (на дне) и полностью окрашенных бочках на 0,91—3,77% меньше, чем в контрольных. По данным В. А. Маслова, выдержка коньячного спирта в бочках с парафинированными шпунтами и окрашенными торцами особенно эффективна, так как сокращаются потери в спиртохранилищах, в которых температура и влажность близки к нормальным. Разница в величине потерь по сравнению с контролем в этом случае составляет от 3 до 13%.

Бочки необходимо осматривать 2 раза в день. Для предотвращения течи, кроме обычных средств (рагоза, дубовые шпильки и др.), Л. М. Джанполадян и Е. Л. Мнджоян рекомендовали спиртонерастворимую замазку, которая готовится следующим образом: в 1 л горячей воды растворяют 25 г желатина, затем добавляют 200 г окиси цинка и 600 г обожженного гипса. Полученную массу кипятят 10 мин, тщательно перемешивают. На поверхность уторов замазку наносят до полной ликвидации течи.

ВЫДЕРЖКА КОНЬЯЧНЫХ СПИРТОВ В ЭМАЛИРОВАННЫХ РЕЗЕРВУАРАХ

Для сокращения потерь и уменьшения себестоимости выпускаемой продукции рекомендуется выдерживать коньячные спирты в эмалированных резервуарах с погруженной в спирт дубовой клепкой (длина дубовых клепок 60—115 см, ширина 6—15 см и толщина 1,8—3,6 см). Обработку дубовых клепок производят разными методами.

По методу Краснодарского технологического института пищевой промышленности (Г. Г. Агабальянц) дубовые клепки обыкновенных размеров сначала замачивают в холодной воде со сменой через 3—4 дня, затем обрабатывают 1%-ным раство-

ром кальцинированной соды в течение 1 ч и 2%-ным раствором серной кислоты в течение 1—2 ч, после чего тщательно промывают горячей и холодной водой.

По методу института «Магарач» (В. И. Нилов, И. М. Скурихин) тонкие дубовые клепки обрабатывают 0,3—0,6%-ным раствором едкого натра или 0,5—1%-ным раствором едкого кали при температуре 10—25°C в течение 2—6 суток. После слива щелочи древесину промывают в течение 8—12 ч несколько раз холодной водой, затем ее высушивают в помещении в течение 6 суток или в сушилке при температуре не выше 45°C в течение суток.

Учитывая, что спирт проникает при длительной выдержке всего на 8—11 мм и существенные изменения в дубовой клепке происходят на глубине не более 2—3 мм, В. И. Нилов и И. М. Скурихин рекомендовали для использования тонкие дубовые клепки толщиной около 10 мм. Тонкие клепки более экономичны: их требуется для загрузки в цистерны в несколько раз меньше, а потери спирта на впитывание уменьшаются.

По методу АрмНИИВВиП (Л. М. Джанполадян, Е. Л. Мнджоян) половина дубовых клепок обрабатывается обычным, а половина — термическим методами. Во время термической обработки в течение 5—7 дней (доступ воздуха свободный) клепки выдерживаются в сушилке при температуре 115—140°C до появления коричневой окраски, затем их обрабатывают холодной и горячей водой.

В резервуар клепки укладывают из расчета 80—100 см² на 1 л спирта, находящегося в цистерне. Существуют различные методы укладки клепок в резервуарах. Можно укладывать клепки на ребро. В этом случае штабель жестко закрепляется четырьмя деревянными штырями, которые продевают через просверленные отверстия в горизонтально уложенных клепках (рис. 15). В цистернах размещаются три штабеля (рис. 16).

Клепки устанавливают также на брусья, расположенные поперек цистерны на расстоянии 60—115 см. Первый ряд клепок располагается поперек, второй — вдоль брусьев на расстоянии 3—5 см друг от друга. Далее последовательность сохраняется.

После укладки клепок в резервуары их тщательно промывают водой и заполняют спиртом. Выдержку коньячных спиртов в металлических эмалированных резервуарах производят в спиртохранилищах при оптимальной температуре хранения 20—25°C.

Во время выдержки спирт насыщают кислородом несколько раз в год с таким расчетом, чтобы содержание кислорода в спирте составляло 12—15 мг/л. Насыщение коньячного спирта кислородом производят подачей его в газовую камеру из баллона через редуктор. По окончании продувания должно быть оставлено давление 0,2 ат. Кислород дозируют при помощи дозатора, состоящего из форсунки. Дозатор устанавливают на

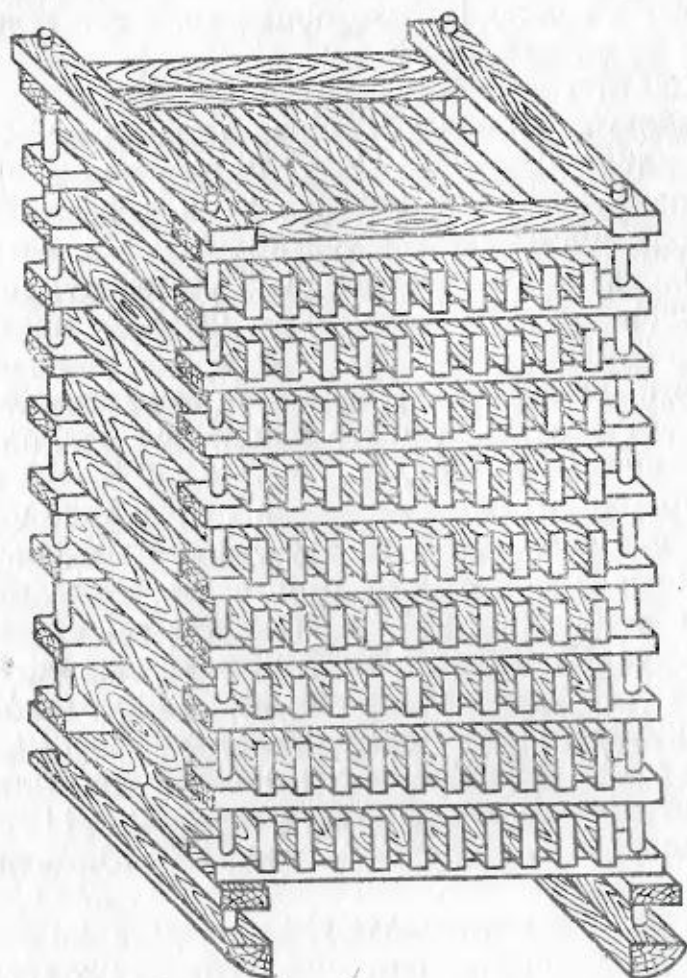


Рис. 15. Схема укладки клепки.

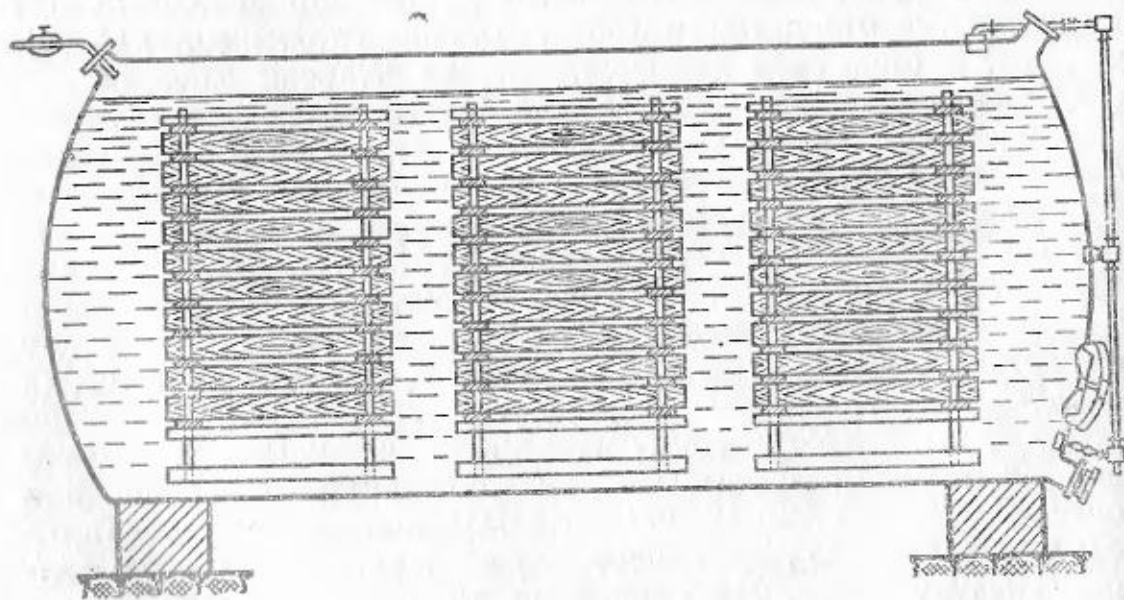


Рис. 16. Размещение клепки в цистерне.

всасывающей линии центробежного насоса. Спирт всасывается через верхнюю горловину резервуара и подается через нижний его кран. Через 5—6 ч работы определяют содержание кислорода в спирте.

По истечении срока выдержки резервуары освобождают и вновь загружают коньячным спиртом.*

И. М. Скурихин провел сравнительные производственные испытания трех вариантов резервуарной выдержки коньячных спиртов. Результаты органолептической оценки показали, что при всех вариантах резервуарной выдержки коньячные спирты обладают более высоким качеством, чем при выдержке в бочках.

При резервуарной выдержке коньячных спиртов наблюдается увеличение титруемой и летучей кислотности, содержания альдегидов, ацеталей, эфиров, фурфурола и экстрактивных веществ. Спиртуозность и количество метанола несколько снижаются. При созревании — старении коньячных спиртов, предназначенных для обычных коньяков, в эмалированных резервуарах с дубовой клепкой при температуре 27°С без подачи кислорода ожидается улучшение вкусовых качеств и ускорение созревания.

Резервуарная выдержка значительно сокращает потери коньячных спиртов, что дает большой экономический эффект.

МЕТОДЫ УСКОРЕННОГО СОЗРЕВАНИЯ-СТАРЕНИЯ КОНЬЯЧНЫХ СПИРТОВ

Потери спирта можно снизить различными способами ускоренного созревания-старения коньячных спиртов.

По данным М. А. Герасимова, качество коньячного спирта заметно улучшается после шестимесячной выдержки в бутылках при температуре 60°С.

Получены также положительные результаты при выдержке коньячных спиртов на открытом воздухе благодаря интенсификации окислительно-восстановительных процессов.

С. М. Манская и М. П. Емельянова ускорили созревание коньячных спиртов, применяя биопрепараты (0,02 г чистого препарата пероксидазы на 1 л спирта).

По методу Э. М. Шприцмана свежееотогнанные коньячные спирты купажируют до кондиций коньяка и затем выдерживают на опилках из дубовой древесины, которые предварительно обрабатывают в течение 30 мин 0,5%-ным раствором соляной кислоты при температуре 100—105°С, а затем 1—2%-ным раствором аммиака. После этого опилки выдерживают 10 мин на воздухе и 60 мин при температуре 160—170°С. Данная обработка опилок приводит к окислительным и гидролитическим превращениям компонентов древесины дуба, продукты которых

извлекаются разбавленным коньячным спиртом. После месячной выдержки коньячный напиток реализуют.

Коньячные спирты можно обрабатывать различными физическими агентами (тепло, звук, ультразвук, электрическое поле, токи высокой частоты и др.). При тепловой обработке хороший результат дает двухмесячная обработка коньячных спиртов при температуре 50—60° С. Обработка ультразвуком в течение 20—60 мин, звуком в течение 180 мин, токами высокой частоты в течение 10—20 мин и в электрическом поле в течение 1—3 ч улучшает качество коньячных спиртов. Обработанные коньячные спирты характеризуются приятным ароматом и мягким гармоничным вкусом.

Кроме перечисленных выше методов ускоренного созревания коньячных спиртов, применяют ступенчатую доливку, схема которой разработана Л. М. Джанполадяном. Суть ее заключается в том, что старые спирты доливают более молодыми в количестве 15—20%.

УЧЕТ КОНЬЯЧНЫХ СПИРТОВ ПРИ ВЫДЕРЖКЕ

При выдержке коньячных спиртов производится учет; в шнуровую книгу заносят год перегонки, номера эгализаций, происхождение спирта и количество его, дегустационную характеристику и аналитические данные (содержание спирта, летучих кислот, альдегидов, эфиров, высших спиртов, фурфурола и тяжелых металлов).

Один раз в год производят дегустацию спиртов. При обнаружении каких-либо недостатков и отклонений от нормального протекания окислительно-восстановительных процессов принимают срочные меры для исправления дефектов.

На основе полученных данных специалист отбирает спирты для купажей.

ПРИГОТОВЛЕНИЕ КОНЬЯКА

Коньячные спирты выдерживают в дубовых бочках от 3 до 10 лет, а в некоторых случаях и дольше.

Для приготовления ординарных коньяков купажируют спирты трех-, четырех- и пятилетнего возраста, а для марочных коньяков используют коньячные спирты, выдержанные в бочках от 6 до 10 лет и дольше.

Основным компонентом купажа является коньячный спирт. Очищенная вода, сахарный сироп и колер служат вспомогательными материалами.

Коньячные спирты определяют качество коньяков, и их подбор требует высокой квалификации дегустаторов. При купаже целесообразно смешивать несколько партий спиртов. Это улучшает аромат коньяка.

Коньячный спирт повышенной крепости необходимо разбавлять дистиллированной или спиртованной водой. При этом интенсивность окраски спирта уменьшается, особенно при изготовлении ординарных коньяков, поэтому необходимо прибавлять колер.

При добавлении в купаж сахарного сиропа (от 0,7 до 1,5%) вкус коньяка смягчается и становится более приятным.

ТЕХНОЛОГИЯ ВСПОМОГАТЕЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Вода — один из необходимых компонентов купажа. При изготовлении коньяка используют очищенную нейтральную воду без постороннего запаха и вкуса.

В воде, предназначенной для производства коньяка, не должны присутствовать NaHCO_3 , NH_3 , CO_2 , HNO_3 . Допускается содержание NO_3 не более 25 мг/л, Mn —0,2 мг/л и Fe —0,5 мг/л. Присутствие солей железа в большом количестве нежелательно, так как они взаимодействуют с дубильными веществами, в результате чего коньяк приобретает вяжущий вкус. Растворенные в воде соли кальция и магния обуславливают ее жесткость.

Различают жесткость постоянную, устранимую и общую. Устранимая жесткость обуславливается кальциевыми и магниевыми солями угольной кислоты. Постоянная жесткость воды зависит от содержания кальциевых и магниевых солей серной, соляной и азотной кислот. По жесткости воду подразделяют на мягкую, умеренно-жесткую, жесткую, очень жесткую и необычайно жесткую. В технологии коньяка используется мягкая вода до жесткости 3,5°.

Воду, не удовлетворяющую указанным требованиям, не применяют. Ее заменяют дистиллированной водой. Однако дистилляция воды требует значительных расходов, что повышает себестоимость выпускаемой продукции. Вместо очистки воды дистилляцией можно использовать ионообменные смолы.

На Тбилисском коньячном заводе внедрен катионитовый способ смягчения воды. Сущность его заключается в замене катионов Ca^{++} и Mg^{++} другими катионами, которые не придают воде жесткости. Смягченную воду фильтруют через слой катионита КУ-2; при этом из воды в катионит переходят катионы Ca^{++} и Mg^{++} , а в воду — катионы Na^+ .

Катионитная установка состоит из фильтра, солерастворителя и приемников смягчения воды.

Катионитовый фильтр представляет собой вертикальный цилиндрический резервуар из нержавеющей стали; крышка и дно сферические. В верхней части фильтра расположен люк для загрузки катионита, в нижней части — дренажное устройство, состоящее из сетки из нержавеющей стали и слоя (толщина 2—3 см) стеклянной ваты. Над ватой помещают предварительно обработанный катионит КУ-2. Приблизительно 40% простран-

ства фильтра остается свободным. Над поверхностью катионита находится бронзовая сетка.

На фильтре имеются два патрубка с кранами, из которых один соединен с водопроводом для подачи воды, а второй — с приемником смягченной воды.

В центре крышки укреплен воронка для пропускания раствора поваренной соли при регенерации катионита.

В процессе работы периодически определяют жесткость воды. Когда она достигнет 0,10—0,14 мг-экв/л, фильтр переключают на регенерацию, которую производят 10%-ным раствором поваренной соли. Соль должна быть сорта Экстра, белого цвета, без постороннего запаха и вкуса. В ней должно содержаться 99,2% NaCl (на сухое вещество), не более 0,5% влаги, 0,05% нерастворимых в воде веществ.

Раствор поваренной соли приготавливают в солерастворителе, состоящем из цилиндрического резервуара из нержавеющей стали, на крышке которого смонтирована воронка для загрузки соли.

В течение всего периода регенерации поверхность катионита должна быть покрыта раствором поваренной соли.

После регенерации катионит промывают водой до тех пор, пока жесткость выходящей из фильтра воды не достигнет 0,7—0,10 мг-экв/л.

Полученную катионитным способом смягченную воду широко применяют при купаже коньяка, что дает заводу определенную экономию и не снижает органолептических показателей выпускаемой продукции.

Спиртованные воды, применяемые при изготовлении коньяка, представляют собой смесь коньячного спирта и дистиллированной или смягченной воды. Крепость спиртованных вод колеблется от 20 до 26%. До употребления их хранят в дубовых бочках в течение 1 месяца.

При приготовлении спиртованных вод можно пользоваться следующей расчетной формулой:

$$V_k = \frac{V_{с.в} q_{с.в}}{q_k},$$

где $V_{к1}$ — количество коньячного спирта, дал;
 $V_{с.в}$ — количество приготавливаемой спиртованной воды, дал;
 $q_{с.в}$ — крепость спиртованной воды;
 q_k — крепость коньячного спирта.

Для приготовления спиртованной воды различной крепости из спиртов крепостью 60—70% Г. И. Фертман предлагает пользоваться таблицей расчета количества воды и спирта (табл. 6).

Сахарный сироп приготавливают из сахара-песка или сахара-рафинада.

Сахар-песок должен быть белого цвета, без постороннего запаха и вкуса. Согласно ГОСТу в нем должно содержаться не менее 99,75% сахарозы и не более 0,15% влаги. Содержание сахарозы в сахаре высшего сорта должно быть не меньше 99,85%, I сорта не меньше 99,75%. Количество инвертного сахара соответственно должно быть в пределах 0,02—0,03%.

Сахар-рафинад также должен быть белого цвета, без пятен и посторонних примесей. Содержание влаги не более 0,3%, а сахарозы — не менее 99,9%.

Водные растворы сахара-песка и сахара-рафинада должны быть совершенно прозрачными.

Сахар-песок и сахар-рафинад доставляют на коньячный завод упакованными в одинарные или двойные мешки массой по 80—100 кг. Их необходимо хранить в чистом помещении при постоянной температуре и относительной влажности воздуха не выше 70%.

Сахарный сироп приготавливают горячим способом. Количество смягченной воды для приготовления 100 кг сахарного сиропа заданной концентрации можно определить из следующего уравнения:

$$100C = XC_1,$$

где X — количество первоначального раствора, кг;

C_1 — концентрация первоначального раствора, %.

С целью экономии тепла принимают C_1 равной 65 и 73% соответственно для 65,8 и 73,2%-ного сиропов.

Таблица 6

Крепость спиртованной воды, % об.	60		61		62		63		64		65		66		67		68		69		70	
	спирт	вода	спирт	вода	спирт	вода	спирт	вода	спирт	вода	спирт	вода	спирт	вода	спирт	вода	спирт	вода	спирт	вода	спирт	вода
20	333	672	328	678	323	683	317	689	313	693	308	698	303	703	299	708	294	713	290	718	286	722
21	350	656	344	662	339	667	333	673	328	678	323	684	318	689	313	694	309	699	304	703	300	708
22	367	639	361	645	355	652	349	658	344	664	338	669	333	674	328	679	324	684	319	690	314	695
23	383	623	377	630	371	636	365	643	359	648	354	654	348	659	343	665	338	671	333	676	329	680
24	400	607	393	614	387	620	381	626	375	633	369	639	364	645	358	651	353	656	348	661	343	667
25	417	591	410	597	403	604	397	611	391	618	385	624	379	630	373	636	368	642	362	648	357	653
26	433	574	426	581	419	589	413	596	406	603	400	609	394	615	388	622	382	628	377	634	371	639

Так, при C_1 , равной 65%, количество первоначального раствора будет

$$X = \frac{100 \cdot 0,658}{0,65} = 101,23 \text{ кг.}$$

Потребуется сахара $100 \times 0,658 = 65,8 \text{ кг}$ и воды $101,23 - 65,8 = 35,43 \text{ кг}$, или $0,54 \text{ л}$ в пересчете на 1 кг сахарного песка; испарится воды $101,23 - 100 = 1,23 \text{ кг}$.

Объем 100 кг сахарного сиропа при $D = 1,322$ равен $75,64 \text{ л}$. В 1 л такого сиропа содержится $0,869 \text{ кг}$ сахара-песка.

Для приготовления сахарного сиропа используют сироповарочный котел, полезная емкость которого $350 - 680 \text{ л}$.

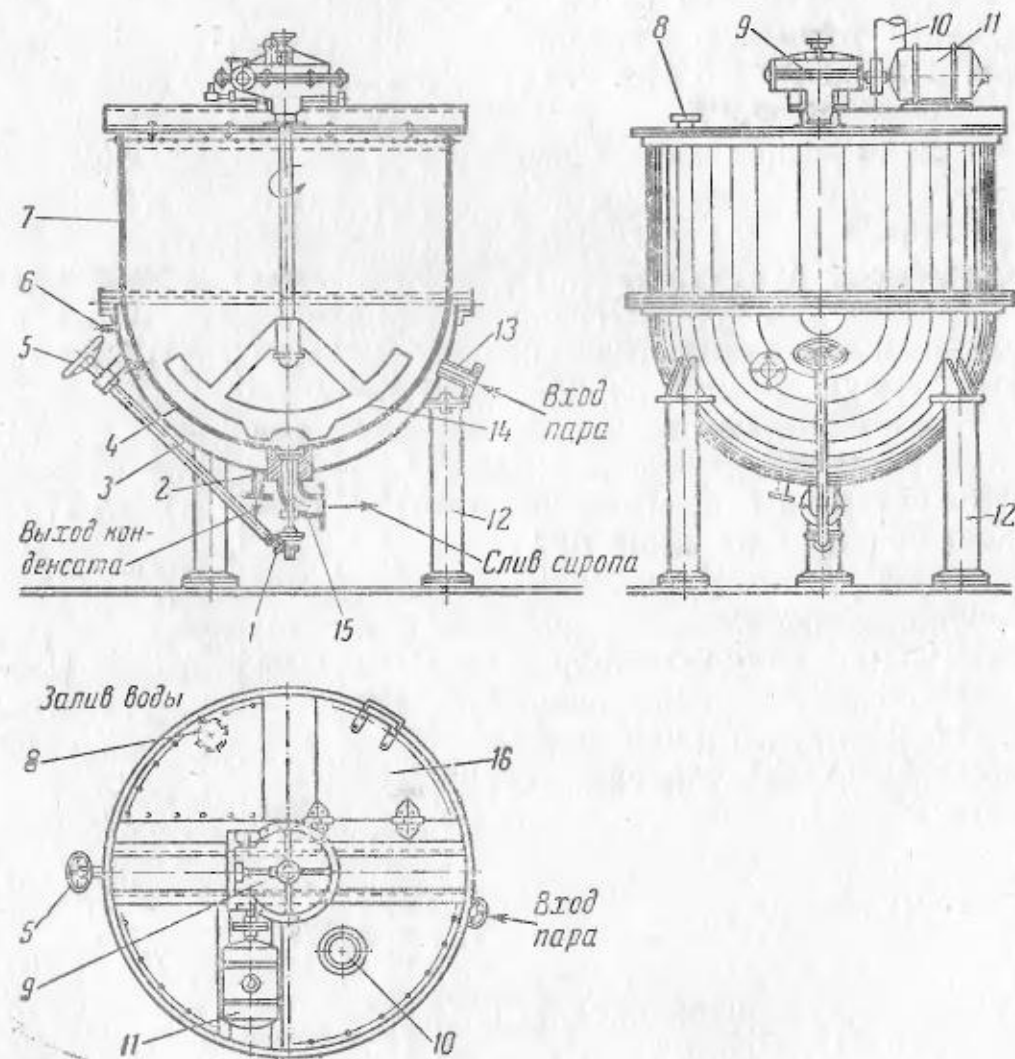


Рис. 17. Сироповарочный котел.

Типовой сироповарочный котел емкостью 680 л (рис. 17) изготовлен из листовой меди (5 мм) и внутри покрыт полудой. Котел состоит из цилиндрической обечайки 7 со сферическим днищем 4 в виде полушара. На некотором расстоянии от днища

котла имеется второе сферическое днище 3 , которое образует вокруг нижней части котла рубашку для обогрева. В этом днище имеются патрубки 13 и 6 для подвода пара и для выпуска воздуха из паровой рубашки.

Пар, выпускаемый в паровую рубашку, конденсируется и нагревает содержимое котла. Удаление конденсата производят через штуцер 2 .

Котел снабжен крышкой, часть которой 16 служит для загрузки сахара-песка. На крышке имеется патрубок 8 и вытяжная труба 10 для залива в котел воды и для отвода пара при варке сиропа. Для размешивания массы котел снабжен мешалкой 14 (47 об/мин), которая приводится в действие от электродвигателя 11 через редуктор 9 . Готовый сироп спускают через нижний патрубок 15 . Сироповарочный котел установлен на трех трубчатых стойках 12 . В котел заливают очищенную воду, пускают в ход мешалку и глухим паром при давлении 3 ат нагревают до $55 - 60^\circ \text{C}$, затем засыпают сахар-песок (на 10 кг сахара-песка $50 - 60 \text{ л}$ очищенной воды).

После растворения сахара-песка сироп доводят до кипения. Чтобы предотвратить кристаллизацию сахара-песка в процессе кипячения сиропа, добавляют водный раствор лимонной кислоты из расчета $0,033\%$ кристаллической кислоты к массе сахара. Раствору дают дважды закипеть, удаляя с поверхности пену, после чего подачу пара прекращают и мешалку останавливают. Затем при помощи маховика 5 поворачивают шестерню 1 , открывают клапан, пропускают сироп через фильтр с редкой металлической сеткой и перекачивают в горячем состоянии в дубовые бочки или в эмалированные резервуары с дубовыми клепками, спиртуют не менее 5 лет коньячным спиртом до 30% об. и ставят на хранение.

Колер (краситель) используют для придания коньяку определенного цвета. Перед внесением купажа колер разбавляют водой в соотношении $1 : 1$ (на 1 кг колера 1 л воды).

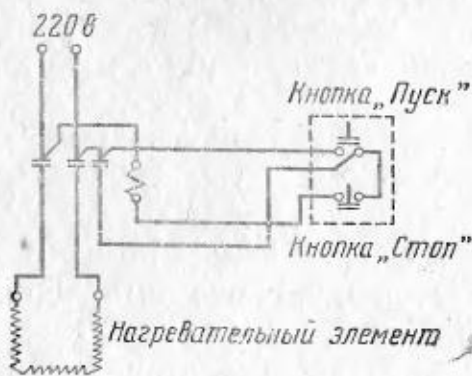
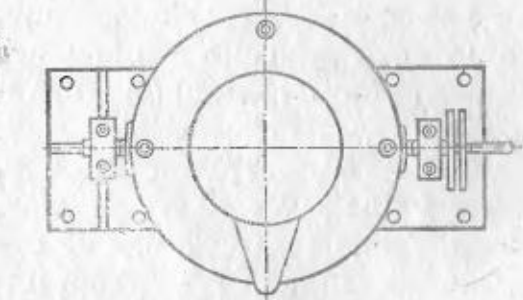
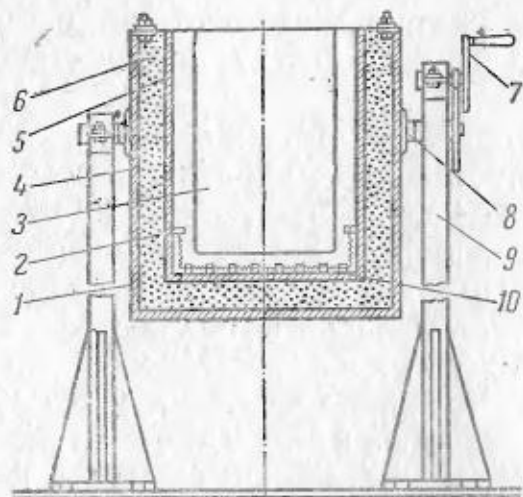
Получают колер дегидратацией сахара-песка при температуре $180 - 200^\circ \text{C}$. Во время варки колера необходимо соблюдать предусмотренный температурный режим, нарушение которого приводит к карамелизации сахара-песка и приобретению колером горького вкуса или интенсивной окраски.

Для варки колера раньше использовали котлы с огневым обогревом. В настоящее время применяют котлы с электрическим обогревом.

Типовой колероварочный котел (рис. 18) состоит из каркаса, представляющего собой два вставленных один в другой металлических цилиндра 1 и 2 с плоскими днищами, в который помещается тигель 3 . Для теплоизоляции оба цилиндра выложены внутри слоем листового асбеста 4 и 5 , а пространство между ними заполнено слоем волокнистого асбеста 6 . На днище внутреннего цилиндра под тиглем размещен нагревательный эле-

мент 10. Котел при помощи полуосей 8 укреплен на стойках 9. Поворачивают котел от маховика 7 рукояткой.

В котел помещается переносная мешалка, над колероваркой установлен жестяной зонтик, который служит для оттягивания воздуха в вентиляционную систему.



Колер готовят следующим образом. В котел загружают сахар-песок, наполняя котел на 50—55% объема. Затем добавляют 5—6% (к массе сахара-песка) очищенной воды и смесь подогревают при непрерывном перемешивании. Сахар-песок плавится и постепенно буреет. С этого момента подогревание замедляют и процесс карамелизации ведут при температуре 180—200°С при непрерывном помешивании массы. Обычная продолжительность варки 6—8 ч. По окончании варки деревянной лопаточкой из котла отбирают пробу, наносят тонким слоем на стекло, погружают в холодную воду и рассматривают перед источником цвета. Готовый колер должен быть окрашен в темно-бурый цвет.

Готовый колер охлаждают до температуры 60—65°С и наливают горячую воду из расчета получения раствора 70—71%-ной концентрации.

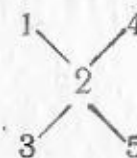
Разбавленный водой и тщательно перемешанный колер до применения спиртуют выдержанным не менее пяти лет коньячным спиртом до 30% об. и хранят в эмалированных резервуарах.

Хорошо приготовленный колер полностью растворяется в воде, в 90%-ном спирте и обладает большой красящей способностью. Окрашивающая способность колера считается удовлетворительной, если окраска раствора (1 мл колера в 1 л очищенной воды) соответствует окраске 10 мл 1 н. йода, разведенного в 1 л воды.

КУПАЖ КОНЬЯКА

До проведения производственного купажа производят в различных вариантах пробный купаж в посуде малой емкости. Сначала в градуированных цилиндрах смешивают в различных сочетаниях выделенные для купажа коньячные спирты и выбирают лучший вариант. Затем к этому спирту добавляют в соответствующих количествах спиртованную воду, сахарный сироп и колер.

Для установления количественного соотношения основных компонентов пробного купажа удовлетворительный результат дает расчет по следующей формуле:



Здесь 1 — крепость коньячного спирта, % об.; 2 — заданная крепость коньяка, % об.; 3 — крепость спиртованной воды, % об., 4 — разность между 2 и 3; 5 — разность между 1 и 2.

Пример. Крепость коньячного спирта 65% об., спиртованной воды — 20% об. Требуется получить коньяк крепостью 41% об.

Формула принимает следующий вид:



Таким образом, для получения коньяка крепостью 41% об. надо взять 21 объем коньячного спирта и 24 объема спиртованной воды.

Пробный купаж тщательно перемешивают и спустя два дня подвергают органолептической оценке. По принятому варианту пробного купажа делают расчет для производственного купажа. С этой целью в первую очередь подсчитывают количество сахарного сиропа и колера. Количество последнего определяют пробным купажом. Допустим, что для достижения требуемой окраски на 1000 дал коньяка «Три звездочки» нужно внести 3 л колера, содержащего 50% сахара. Необходимый объем сахарного сиропа вычисляют по формуле

$$V_c = \frac{1000K - AC_k}{C_c},$$

где K — заданное содержание сахара в коньяке, %;

A — необходимое количество колера, дал на 1000 дал коньяка;

C_k — содержание сахара в колере, %;
 C_c — содержание сахара в сиропе, %.

Если в купаже используют коньячные спирты различной крепости, то необходимо определить средневзвешенную крепость коньячного спирта (K) по следующей формуле:

$$K = \frac{K_1 a + K_2 b + K_3 c \dots K_n d}{100},$$

где $K_1, K_2, K_3, \dots, K_n$ — крепость коньячных спиртов;
 a, b, c, \dots, d — их процентное соотношение, установленное пробным купажем.

Количество коньячного спирта (без учета сжатия) определяют по формуле

$$V_k = \frac{1000K - K_2 [1000 - (V_c + V_{c_1})]}{K_1 - K_2},$$

где V_k — объем коньячного спирта, дал;
 K — крепость коньяка, % об.;
 K_1 — средняя крепость коньячного спирта, рассчитанная по формуле, % об.;
 K_2 — крепость спиртованной воды, % об.;
 V_c — объем сиропа, подсчитанный по формуле, дал;
 V_{c_1} — объем колера по пробному купажу.
Объем спиртованных вод определяют по формуле

$$V_{c.v} = 1000 - (V_k + V_c + V_{c_1}),$$

где $V_{c.v}$ — объем спиртованных вод, дал.
Расчет купажа марочных коньяков значительно проще, так как их готовят без колера.

Количество сахарного сиропа

$$V_c = \frac{1000K}{C_c},$$

количество коньячного спирта

$$V_k = \frac{K \cdot 1000 - K_2 (100 - C_c)}{K_1 - K_2},$$

объем спиртованных вод

$$V_{c.v} = 1000 - (V_k + V_c).$$

При точном расчете купажа коньяка должна быть предусмотрена поправка на сокращение объема (контракция). Кроме того, надо предусмотреть происходящие при технологической обработке купажа (оклейке, фильтровании, отдыхе и пр.) потери спирта и связанное с этим снижение крепости коньяка (в среднем на 0,1—0,2 % об.).

Купаж производят в дубовых чанах большой емкости (1500—2000 дал) или в эмалированных цистернах (емкость 1500 дал).

Во избежание потерь спирта и ароматических веществ при приготовлении купажа чаны делают герметически закрытыми. На крышке имеется плотно закрывающийся лаз для чистки. Чаны снабжены мерными стеклами и спускными кранами.

До эксплуатации их тщательно измеряют мерниками, при этом на рейки стекол наносят градуировку. Для перемешивания смеси внизу чана расположена электрическая мешалка. Чаны наполняют на 85—90%, так как содержимое необходимо перемешивать.

Число чанов в купажном цехе зависит от производительности завода и ассортимента вырабатываемой продукции. Необходимое количество чанов для заданного производства определяют по формуле

$$n = \frac{V \Sigma \tau}{V_1 \varphi \tau},$$

где V — объем смеси, приготовляемой в течение суток, дал;

$\Sigma \tau$ — полный оборот чана, ч;

V_1 — объем чана, дал;

φ — коэффициент, учитывающий заполнение чана смесью (равен 0,9);

τ — длительность работы отделения в течение суток, ч.

В чистые купажные емкости задают коньячный спирт, затем спиртованную воду, колер и сахарный сироп. После этого купаж тщательно перемешивают в течение 20—30 мин.

После перемешивания от купажа отбирают среднюю пробу для определения содержания алкоголя и сахара. В случае некондиционности купажа его исправляют, добавляя рассчитанное количество того или иного компонента, и вновь перемешивают.

ОБРАБОТКА КОНЬЯКА

Готовый коньяк для ассимиляции спирта и других компонентов выдерживают в бутах или эмалированных цистернах от трех (для ординарных) до шести (для марочных коньяков) месяцев. В течение этого периода коньяки оклеивают (особенно ординарные) и фильтруют.

Оклейку производят главным образом желатином и рыбим клеем для осветления коньяка и улучшения его вкусовых качеств. Коньяк становится мягким и гармоничным.

Пищевой желатин должен быть безвкусным, бесцветным или слабо-желтого цвета, без постороннего запаха. Он нерастворим в холодной воде, но переходит в раствор при температуре 35—40° С. Для приготовления раствора желатин вымачивают в те-

чение суток в холодной воде 3—4 раза, меняя ее. После этого готовят 1—5%-ный раствор в горячей воде.

Водный раствор желатина смешивают с коньяком в отношении 1:1, после чего он готов для использования.

Для коньяков с малым содержанием дубильных веществ хорошим оклеивающим материалом считается рыбий клей. Пластины клея разрезают на небольшие куски и заливают холодной водой, которую меняют 5—6 раз в течение суток. Набухший клей пропускают через волосяное сито для получения однородной массы, из которой готовят 1%-ный раствор на дистиллированной воде. После тщательного перемешивания раствор готов к употреблению.

До производственной оклейки проводят пробную, устанавливая необходимое количество оклеивающих материалов. Для пробной оклейки готовят 0,25%-ный раствор оклеивающего материала в коньячном спирте крепостью 15% об. После этого в шесть бутылок белого стекла емкостью по 0,25 л наливают по 200 мл коньяку и добавляют из бюретки различные дозы раствора оклеивающего материала. Затем бутылки взбалтывают и оставляют на двое суток в том помещении, где хранится коньяк. По окончании выдержки определяют, при какой дозе оклеивающего материала получен наилучший эффект осветления, и рассчитывают необходимое количество клея для оклейки всей партии коньяка. После этого проводят производственную оклейку. Лучшее осветление коньяка достигается при температуре помещения не выше 15°С. В купаж постепенно вносят раствор клея при тщательном перемешивании, после чего коньяк оставляют в покое на 10—15 дней для осветления. Осветленную часть коньяка снимают с клея, а клеевые осадки фильтруют. Плотные клеевые осадки направляют на переработку для извлечения спирта.

Органические оклеивающие вещества (желатин и рыбий клей) не обладают универсальным оклеивающим действием. В последнее время для осветления коньяков применяют бентонитовые глины, которые добывают в Грузинской ССР (Асканское месторождение), в Средней Азии (Акзамаровское, Огланлинское, Шорсуйское месторождения), в Украинской ССР (Одесское месторождение) и Молдавской ССР (Тираспольское месторождение).

Бентонитовые глины — водные алюмосиликаты, в состав которых входят монтмориллонит, бейделит, сапенит и другие минералы.

Для приготовления суспензии куски бентонита замачивают в воде, взятой в отношении 1:5, и в течение 24 ч наблюдают за набуханием бентонита, объем которого заметно увеличивается. Набухшую массу перемешивают и постепенно добавляют к ней небольшие порции воды, разбавляя до 10%-ной концентрации. Суспензию оставляют на 24 ч для осаждения крупных частиц.

Перед осветлением коньяков к водной суспензии бентонита добавляют коньяк и получают 5%-ную суспензию.

В лабораторных условиях проводят предварительную пробу на осветление коньяка бентонитовой суспензией. Для этого в восемь цилиндров или склянок (емкость 250 мл) с притертыми пробками наливают по 200 мл испытуемого коньяка и соответственно добавляют 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,5 и 5,0 мл 5%-ной суспензии. Затем коньяк взбалтывают в течение 4—5 мин и хранят в течение суток в темном месте. По прозрачности коньяка выбирают лучшую для осветления коньяка в производственных условиях дозу.

Фильтрация коньяка — один из основных методов его осветления. Он основан на пропускании коньяка через мелкопористую перегородку и применяется независимо от оклейки. После фильтрации аромат коньяка снижается, но полностью восстанавливается спустя некоторое время. Также частично бледнеет окраска коньяка, что необходимо учитывать во время купажа, соответственно увеличивая дозу колера.

Обработка коньяка холодом была предложена И. М. Скурихиным и Н. Т. Семененко. Охлаждение коньяков благодаря физико-химическому, биологическому и химическому действию дает положительный эффект. Перед розливом коньяк выдерживают при температуре 6°С в течение 5—10 суток и при температуре —15°С в течение 3—7 суток, обеспечивая необходимую стабильность.

Обработка коньяка холодом включена в действующие технологические инструкции.

РОЗЛИВ КОНЬЯКА В БУТЫЛКИ

Для реализации коньяк разливают в бутылки. Вместе с тем при долголетней бутылочной выдержке улучшается букет и вкус коньяка.

Цех розлива состоит из моечного и разливочного отделений. Помещения необходимо содержать в чистоте, пол здесь должен быть выложен метлахской плиткой, а панели — белым кафелем.

В цехе розлива имеется следующее оборудование: автомат для выемки бутылок из ящиков, смолкоочистительная машина, бутылкомоечная машина АМЕ-3М, разливочный автомат, укупорочный автомат, бракеражный автомат, машина для осмоления и опечатывания бутылок, машины для наклейки этикеток на бутылки, машины для закрутки бутылок в бумагу и машина для укладки бутылок в ящики.

Коньяк, предназначенный для розлива, вновь подвергают химическому и органолептическому анализу и при положительном заключении передают в цех розлива.

Коньяк разливают в бутылки емкостью 0,5 и 0,25 л; в последнее время применяют также бутылки емкостью 0,1 и 0,05 л,

для чего в цехе розлива или в отдельном помещении устраивают специальную линию.

Буылки должны быть правильной формы. Толщина стенок менее 2,5 мм недопустима.

На коньячный завод поступают новые и бывшие в употреблении буылки. Последние дополнительно проверяют на отсутствие посторонних запахов. До мойки оборотные (бывшие в употреблении) буылки бракуют и сортируют по емкости, типу и степени загрязнения, затем их очищают от смолки.

В буылкомоечной машине буылки сначала (если тара оборотная) ополаскивают 2%-ным теплым содовым раствором (температура 50—55°С) и затем моют.

Вымытые и высушенные буылки конвейером подают в отделение розлива. Здесь коньяк фильтруют и разливают в буылки на разливочном автомате. Производительность автомата до 3000 буылок в час (емкостью 0,5 л). После этого буылки укупоривают, бракуют и этикетируют. На этикетке указывают марку коньяка, возраст спирта, крепость коньяка, завод-изготовитель. Кроме этикетки, на нижнюю часть горлышка буылки наклеивают кольеретку, на которой для ординарных коньяков изображены звездочки, а для марочных — марка коньяка. На горлышко буылки после укупорки надевают цветной колпачок.

Оформленные буылки передают на склад готовой продукции, где их укладывают по 40 штук в ящики.

Коньяк транспортируют также в дубовых бочках емкостью 30—35 дал. Вагоны для перевозки коньяка в бочках должны быть хорошо обработанными, без постороннего запаха.

КОНТРОЛЬ И УЧЕТ ПРИ ПРИГОТОВЛЕНИИ КОНЬЯКА

При изготовлении коньяка производят следующие химические анализы:

- основные (определение спирта и сахара);
- дополнительные (определение эфиров, альдегидов, высших спиртов, фурфурола, летучих кислот, дубильных веществ, экстракта);
- контрольные (определение железа, меди, свинца метилового спирта).

Определение спирта и сахара производят до и после купажа и после обработки коньяков. При транспортировке коньяка в бочках анализы повторяют перед их укупоркой; коньяк для анализа отбирают из каждой бочки для получения средней пробы.

Каждую буылку со средней пробой снабжают этикеткой, на которой указывают следующие данные: наименование коньяка, наименование предприятия-изготовителя; дату отбора проб; номера и размер партии, от которой отобрана проба; должность и фамилия лица, отобравшего пробу; номер стандарта или тех-

нических условий на испытываемую продукцию; химические показатели.

Из отобранной средней пробы сохраняют по одной буылке вместимостью 0,75 л или по две по 0,5 л для арбитражного анализа или дегустации, для передачи заводу-отправителю и для хранения.

Время хранения буылки со средней пробой, предназначенной для арбитражного анализа, не должно превышать трех месяцев.

Учет при приготовлении коньяка ведется по формам, в которых купажи коньяков оформляются купажными листами с указанием компонентов, входящих в состав коньяка, их количества и кондиции. В журнал учета технологических операций заносят результаты технологических операций (оклейка, фильтрация, корректировка, обработка теплом, обработка холодом, выдержка перед розливом в бочки).

Учет бочкового коньяка ведут в подвальной книге по маркам в объемных декалитрах и декалитрах безводного алкоголя.

При реализации бочковый коньяк сопровождается спецификацией с указанием номеров по порядку, присвоенного номера, веса брутто, нетто и каждой точки, сертификатом на каждую однородную партию коньяка с указанием наименования коньяка, количества мест, количества декалитров, кондиции коньяка. Буылочный коньяк сопровождается накладной и сертификатом.

Перед заполнением бочки ополаскивают коньяком, затем в них наливают коньяк, не доливая 2—3 л, и закупоривают поперечным шпунтом.

На днище бочки наносят трафарет со следующими данными: наименование завода-изготовителя, порядковый номер, под которым бочка числится в актах замера тары, вес брутто и нетто, номер по преискуранту и емкость бочки, наименование коньяка.

ПОТЕРИ ПРИ ПРИГОТОВЛЕНИИ, ОБРАБОТКЕ И РОЗЛИВЕ КОНЬЯКА И МЕТОДЫ ИХ СНИЖЕНИЯ

Предусмотрены следующие потери при приготовлении, обработке и розливе коньяков.

Потери спирта при выдержке и хранении коньяков в течение года для всех районов СССР приведены в табл. 7.

Потери при технологических операциях довольно велики и зависят от условий технологического режима. Целесообразно соблюдать следующие условия технологических операций, сокращающих потери.

Спиртованную воду выдерживают в течение определенного срока в дубовых бочках или эмалированных резервуарах. Целесообразно выдерживать ее в резервуарах, загруженных дубовой древесиной, при температуре 35—40°С. В этом случае сокра-

Операция	Потери, %
Переливка из тары	0,2
емкость до 150 дал	0,18
емкость свыше 150 дал	0,08
Перемешивание (при эгализации, купаже, оклейке)	0,09
Фильтрация (впитывание фильтрующим слоем и потери непосредственно на фильтре)	0,09
Оклейка (потери спирта с оклеивающим материалом)	0,3
Обработка холодом в потоке (перекачка через теплообменник), с выдержкой на холоде	0,4
Розлив коньяка в стеклянную посуду разливочной машиной	0,47
То же, с контрольной фильтрацией	0,08
Отделка (оформление) бутылок и передача в экспедицию	0,2
Розлив коньяка в бочки, включая потери при отъеме	0,02
Хранение коньяка в бутылках на складе завода	0,08
Упаковка бутылок в закрытые ящики	0,3
Приемка коньяков (впитывание в клепку)	0,8
Слив бутылочного коньяка, поступившего из склада готовых изделий и из торговой сети (в %), от количества коньяка, поступившего на слив по акту, с участием ТХМК (лаборатории), не выше	0,2
Переливка при приемке из дубовых бочек в тару получателя	
Переливка при приемке из автомобильных и железнодорожных цистерн и контейнеров в тару получателя	0,18
Транспортировка по железной дороге и водным путем на сутки пути (включая погрузку и выгрузку)	0,27
Перевозка автогужевым транспортом (включая погрузку и выгрузку) независимо от продолжительности пути	0,15

Таблица 7

Тара для хранения	Температура хранения, °С		
	до 15,0	15,1—20,0	свыше 20
Бочки и буты, до 150 дал	2,1	2,5	3,0
Буты, свыше 150 дал	1,7	2,0	2,2
Металлические эмалированные резервуары	0,4	0,5	0,6

щаются потери спирта и получается спиртованная вода удовлетворительного качества.

Спиртованный сахарный сироп и колер целесообразно хранить в эмалированной посуде.

Послекупажную выдержку коньяков производят в бочках или бутях. На ряде заводов нашей страны применяют выдержку обычных коньяков в эмалированных резервуарах без клепок, что обеспечивает значительное сокращение потерь спирта без ухудшения органолептических свойств продукта.

В цехе розлива пути снижения потерь зависят от типа бутылок, корковых или полиэтиленовых пробок, от смолы или колпачков, типа ящиков и других факторов.

Транспортировка коньяков в вагонах-цистернах по сравнению с транспортировкой в бочках сокращает потери спирта на 0,67%, а для коньячных спиртов — на 0,87% к количеству безводного спирта.

МАРКИ СОВЕТСКИХ КОНЬЯКОВ

В зависимости от возраста коньячных спиртов и кондиций готовой продукции советский коньяк делится на обычные и марочные коньяки. Принятые кондиции советских коньяков приводятся в табл. 8.

Таблица 8

Коньяки	Содержание спирта, % об.	Содержание сахара, %	Коньяки	Содержание спирта, % об.	Содержание сахара, %
Обычные			«Праздничный»	42	1,2
«Три звездочки»	40	1,5	«Ахтамар»	42	1,0
«Четыре звездочки»	41	1,5	«40 лет»	40	1,0
«Пять звездочек»	42	1,5	«Наири»	40	0,75
Марочные			«ОС»	43	0,7
Коньяки группы КВ	42	1,2	«Енисели»	43	0,7
В том числе:			«КС»	45	0,7
«Отборный»	42	1,2	«Греми»	45	0,7
«Вардхизе»	42	1,2	«Юбилейный, 40 лет»	43	0,7
«Гек-Гель»	42	1,2	«Юбилейный, 50 лет»	43	0,7
Коньяки группы КВВК	43—45	0,7—2,5	«Тбилиси»	43	0,7
«Дойна»	45	0,7	«Вардзия»	43	0,7
«Молдова»	43	1,2	«Букурия»	43	0,7
«Нистру»	43	2—3	«Кишиневу»	43	0,7
«Баку»	43	1,2	«Юбилейный»	43	1,5
Коньяки группы КС	40—57	0,7—2	«Сюрпризный»	44	1,5
«Юбилейный»	45	0,7	«КС Кизляр»	43	2
«Азербайджан»	45	0,7	«Лезгинка»	43	2
«Юбилейный»	43	0,7	«Украина»	43	0,7
«Армения»	45	0,7	«Одесса»	43	1,2
«Двин»	50	0,7	«Киев»	42	1,2
«Ереван»	57	2	«Черноморский»	43	1,5

МЕТОДЫ ХИМИКО-ОРГАНОЛЕПТИЧЕСКОГО АНАЛИЗА КОНЬЯЧНОГО СПИРТА И КОНЬЯКА

Химический анализ и органолептическая оценка дают представление о соответствии кондиций и качественных показателей коньячного спирта и коньяка.

Для получения точных результатов анализа большое значение имеет способ отбора пробы. Пробы от партии коньяка или

коньячного спирта в цистернах берут пробоотборником из разных слоев.

Пробы в бочках отбирают из каждой емкости не ранее чем через четверо суток после их налива. Перед отбором пробы коньяк или коньячный спирт перемешивают. Пробы берут из разных слоев при помощи ливера или сифона, которые предварительно ополаскивают исследуемым коньяком или коньячным спиртом. Из проб составляют средний образец (масса не менее 5 л), который тщательно перемешивают. От него отбирают среднюю пробу в четыре бутылки (емкость по 0,75 л), ополоснув их предварительно отобранным коньяком или коньячным спиртом.

Средний образец от партии коньяка, налитого в бутылки, составляют из 20 бутылок отобранных из разных ящиков, а из них берут среднюю пробу в количестве 4 бутылок по 0,75 л или 8 бутылок по 0,5 л.

Химический анализ

Определение плотности пикнометром

Массу совершенно чистого высушенного пикнометра емкостью 50 мг устанавливают после трех повторных взвешиваний с точностью до 0,001 г.

Перед исследованием пикнометр заполняют выше метки дважды перегнанной дистиллированной водой, освобожденной от углекислоты, и, закрыв пикнометр пробкой, помещают на 30 мин в водяную баню, температура воды в которой 20° С. После этого доводят объем воды в пикнометре (не вынимая пикнометра из водяной бани) капиллярной пипеткой точно до метки. Свободную от жидкости внутреннюю поверхность шейки пикнометра тщательно вытирают, стараясь не касаться уровня жидкости фильтровальной бумагой. Затем, закрыв пикнометр пробкой, вынимают его из водяной бани, досуха вытирают снаружи полотенцем, оставляют на 30 мин и взвешивают на аналитических весах. После трех повторных определений устанавливают массу пикнометра с водой с точностью до 0,001 г. Затем освобождают пикнометр от воды, промывают его несколько раз исследуемой жидкостью и заполняют пикнометр до метки исследуемой жидкостью при температуре 20° С. После трех повторных определений устанавливают массу пикнометра с исследуемой жидкостью.

Плотность исследуемой жидкости (d_{20}^{20}) вычисляют по формуле

$$d_{20}^{20} = \frac{G_2 - G}{G_1 - G},$$

где G — масса пустого пикнометра, г;

G_1 — масса пикнометра с водой, г;

G_2 — масса пикнометра с исследуемой жидкостью, г.

Определение летучих кислот

В коньячном спирте и коньяке содержится большое количество уксусной кислоты; остальные летучие кислоты (муравьиная, пропионовая, масляная и др.) присутствуют в незначительных количествах. Поэтому летучие кислоты выражают в пересчете на уксусную кислоту.

Для проведения анализа применяют прибор (рис. 19), который состоит из перегонного сосуда 1 с широкогорлой конической колбой, емкостью 500—600 мл. Колба служит парообразователем специального перегонного сосуда 2, погруженного в колбу парообразователя. Шариковый холодильник 3 установлен вертикально. Шариковый холодильник 3 установлен вертикально. Специальный сосуд имеет впаянную внутри трубку 4, конец которой немного сужен. Через эту трубку пар из колбы-парообразователя попадает в сосуд и, перемешивая содержимое, увлекает в холодильник летучие кислоты.

В наружную колбу перегонного аппарата вливают 250—350 мл дистиллированной воды и кипятят в течение нескольких минут для удаления углекислоты. Во внутренний сосуд вносят 20 мл коньячного спирта. Затем дают пробе коньячного спирта прогреться в течение 1—2 мин для удаления углекислоты, не присоединяя отводную трубку, ведущую в холодильник. Закрывают внутренний сосуд пробкой и продолжают отгонку с паром, собирая дистиллят в приемнике колбы (емкость 200 мл). По окончании перегонки дистиллят нагревают почти до кипения и титруют 0,1 н. раствором едкого натра в присутствии фенолфталеина.

Если коньячный спирт содержит сернистый ангидрид, то для удаления его перед перегонкой в колбу добавляют 0,02%-ный раствор, 2,6-дихлорфенолиндофенола до появления розовато-красного окрашивания.

Содержание летучих кислот в коньячных спиртах (мг на

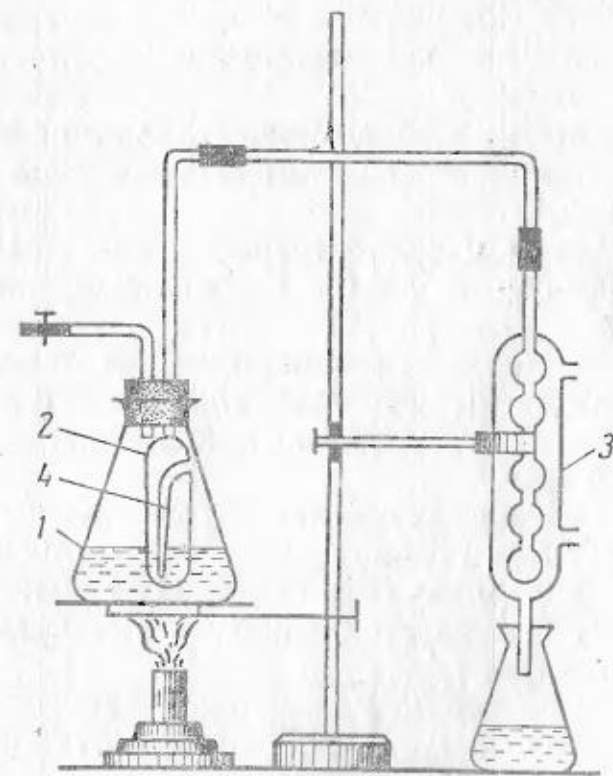


Рис. 19. Схема прибора для определения летучих кислот.

100 мл безводного спирта) в пересчете на уксусную кислоту вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{6y \cdot 100 \cdot 100}{20C} = \frac{3000y}{C} \text{ мг (100 мл)},$$

где 6 — количество уксусной кислоты (мг), соответствующей 1 мг 0,1 н. раствора едкого натра;

y — количество 0,1 н. раствора едкого натра (мл), пошедшего на титрование дистиллята;

100 — пересчет на 100 мл коньячного спирта;

100 — коэффициент для пересчета на абсолютный спирт;

20 — количество коньячного спирта (мл), взятого на анализ;

C — крепость исследуемого коньячного спирта, % об.

Определение этилового спирта

Метод определения этилового спирта основан на применении стеклянного спиртомера типа А, а также следующей аппаратуры:

термометров ртутных стеклянных лабораторных с ценой деления не более $0,1^\circ\text{C}$ (для коньяков и коньячных спиртов) и $0,5^\circ\text{C}$ (для вин);

цилиндров мерных вместимостью 25, 50 и 250 мл;

колб мерных вместимостью 200 или 250 мл;

колб круглодонных и плоскодонных вместимостью 500 или 750 мл;

трубки двухколенной изогнутой стеклянной П-образной со сторонами габаритными размерами $130 \times 320 \times 150$ мм;

холодильников стеклянных пяти- и восьмишариковых;

аллонжа стеклянного с вытянутым узким концом (почти капиллярны);

термостата или водяной бани;

насоса стеклянного водоструйного лабораторного или насоса Комовского.

Испытания проводят следующим образом. В мерную колбу вместимостью 250 мл наливают вино, коньяк или коньячный спирт и при определенной температуре (желательно 20°C) доводят до метки. В перегонную колбу вместимостью 500—750 мл переносят из мерной колбы определенное количество вина, коньяка или коньячного спирта. Мерную колбу ополаскивают 2—3 раза дистиллированной водой (по 10—15 мл) и сливают ее в ту же перегонную колбу.

Перегонную колбу при помощи изогнутой двухколенной трубки соединяют с вертикально поставленным холодильником. Приемной колбой служит та же мерная колба. Нижний конец конденсационной трубки холодильника соединяют с аллонжем, имеющим в верхней части шариковое расширение и удлиненный

конец, оканчивающийся тонкой трубкой и легко входящий в горло приемной колбы.

До начала перегонки в приемную колбу наливают 10—15 мл дистиллированной воды и погружают в нее конец аллонжа для получения водяного затвора. Затем колбу помещают в холодную воду (желательно со льдом).

Во время перегонки дистиллят периодически перемешивают вращением колбы. Когда приемная колба заполнится на $\frac{2}{3}$, аллонж вынимают и опускают колбу так, чтобы конец его не погружался в дистиллят. Конец аллонжа смывают 5 мл дистиллированной воды и продолжают перегонку без водяного затвора.

Когда приемная колба наполнится на $\frac{4}{5}$ объема (а для коньяков и коньячных спиртов — на 4—5 мл ниже метки), перегонку прекращают. Колбу после энергичного перемешивания вращением плотно закрывают пробкой и оставляют на 30 мин в термостате с температурой, при которой отмеривали вино, коньяк или коньячный спирт перед перегонкой. Затем содержимое колбы доводят точно до метки дистиллированной водой той температуры, при которой выдерживали дистиллят. Содержимое энергично перемешивают сливают в сухой стеклянный цилиндр вместимостью 250 мл и после определения температуры отгона опускают спиртометр, чтобы он не касался стенок цилиндра. При этом еще раз измеряют температуру отгона.

Содержание спирта в дистилляте определяют в объемных процентах по показанию стеклянного спиртометра. Содержание спирта в вине, коньяке и коньячном спирте выражается с точностью до десятичного знака.

Определение титруемой кислотности

Данное определение проводят следующим образом. 100 мл коньячного спирта или коньяку переносят пипеткой в коническую колбу (емкостью 200—250 мл), соединенную с обратным шариковым холодильником, и в течение 30 мин кипятят спирт для удаления углекислоты. Затем кипячение прекращают, закрывают верхнюю часть холодильника трубкой с натронной известью и охлаждают жидкость до 30°C . После этого в присутствии фенолфталеина (1—2 капли) титруют спирт 0,1 н. раствором едкого натра до появления светло-розового окрашивания. Если анализируют выдержанный (окрашенный) спирт, конец реакции определяют по метилроту.

Титруемую кислотность подсчитывают по формуле

$$X = a \cdot 6 \cdot 10K,$$

где X — титруемая кислотность, мг/л;

a — количество 0,1 н. раствора щелочи, израсходованной на титрование мл;

- 6 — постоянное число;
 10 — коэффициент пересчета на 1 л спирта;
 K — коэффициент поправки.

Определение общих эфиров

Содержание общих эфиров устанавливают в той же пробе спирта, в которой определяли кислотность.

Для омыления эфиров к нейтрализованному спирту прибавляют щелочь (для молодого спирта берут 5 мл 0,1 н. щелочи, а для выдержанного — 10—20 мл). Колбу соединяют с обратным холодильником и раствор кипятят в течение 1 ч. Затем жидкость охлаждают до 40°С и добавляют в нее 5, 10 или 20 мл 0,1 н. раствора серной кислоты. Избыток кислоты титруют 0,1 н. раствором едкого натра до появления розового окрашивания.

Содержание общих эфиров определяют по формуле

$$X = 10 \cdot 8,8aK,$$

- где X — содержание уксусноэтилового эфира, мг/л;
 a — количество 0,1 н. раствора едкого натра, израсходованного на омыление 100 мл испытуемого спирта, мл;
 8,8 — количество уксусноэтилового эфира, соответствующего 1 мл 0,1 н. раствора едкого натра, мг;
 10 — коэффициент пересчета на 1 л спирта;
 K — коэффициент поправки.

Определение общего количества сернистой кислоты

Необходимые реактивы: 1%-ный раствор крахмала (100 мл дистиллированной воды доводят до кипения и добавляют 1 г растворимого крахмала), раствор едкого кали или натра (40 г едкого натра или 56 г едкого кали растворяют в 1 л дистиллированной воды) 0,02 н. раствор йода (50 мл раствора двуххромовокислого калия вносят в мерную колбу емкостью 100 мл, прибавляют 10 мл концентрированной соляной кислоты, 0,5 г йодистого калия и доводят до метки дистиллированной водой), разбавленная (1 : 3) серная кислота.

В колбу емкостью 100—200 мл наливают 25 мл раствора щелочи и 50 мл коньячного спирта или коньяка. Смесь осторожно перемешивают и оставляют на 15 мин. Затем добавляют 10 мл серной кислоты, 1 мл раствора крахмала и титруют 0,02 н. раствором йода до появления сине-фиолетового оттенка.

Общее количество сернистой кислоты (мг/л) вычисляют по формуле

$$X = 0,64a \cdot 20,$$

- где 0,64 — количество сернистой кислоты, соответствующей 1 мл 0,02 н. раствора йода, мг;
 a — количество 0,02 н. раствора йода, израсходованного на титрование, мл;
 20 — коэффициент пересчета на 1 л спирта.

Определение общего экстракта

25 мл коньячного спирта (выдержанного) или коньяку переносят в заранее взвешенную плоскодонную фарфоровую чашку, которую ставят на водяную баню, и выпаривают содержимое до образования сиропообразной жидкости, затем в течение 1,5 ч выпаривают в сушильном шкафу при температуре 105°С. Чашку с экстрактом помещают в эксикатор не менее чем на 30 мин и взвешивают. Содержание общего экстракта (г/л) определяют по формуле

$$X = 40(a - b),$$

- где a — масса чашки с экстрактом, г;
 b — масса пустой чашки, г;
 40 — коэффициент пересчета на 1 л.

Определение дубильных веществ

Для проведения данного анализа необходимы следующие реактивы: 0,1 н. раствор марганцовокислого калия (1,333 г х.ч. марганцовокислого калия растворяют в кипяченой дистиллированной воде и доводят до 1 л. Титр раствора устанавливается по 0,1 н. щавелевой кислоте); раствор индигокармина (30 г сухого индигокармина растворяют в 1 л воды, добавляют 1,05 л концентрированной серной кислоты плотностью 1,83—1,84 и разбавляют до 10 л водой. Перед употреблением раствор тщательно фильтруют через трехслойный фильтр); раствор Герлеса (I—150 г/л NaOH); раствор Герлеса [II—500 г/л P1(NO₃)₂].

Определяя общее содержание окисляемых веществ, 20—80 мл коньячного спирта или коньяка выпаривают на водяной бане в фарфоровой чашке до 5—10 мл. Оставшуюся жидкость с ополосками переносят в сосуд для определения танидов, добавляют 20 мл раствора индигокармина, 800 мл воды и титруют раствором перманганата до установления желтой окраски.

Для определения количества других окисляемых веществ (нетанидов) 50—200 мл коньячного спирта выпаривают на водяной бане до удаления спирта. Оставшуюся жидкость переносят в мерную колбу емкостью 50 мл с ополосками. Туда же добавляют 1—2 мл раствора Герлеса (I) и после легкого взбалтывания 1—2 мл раствора Герлеса (II) и доводят водой до 50 мл. По истечении 5 мин фильтруют через бумажный фильтр. Из

фильтра берут 20 мл жидкости и титруют описанным выше методом.

Количество танидов определяют по разности между содержанием общих окисляемых веществ и окисляемых после обездубливания реактивом Герлеса.

1 мл 0,1 н. раствора $KMnO_4$ окисляет 0,0068 г дубильных веществ. Если на определение общих окисляемых веществ коньячного спирта или коньяка пошло a мл (при пробе спирта 20 мл), а на окисление нетанидов — b мл перманганата, то количество танидов (X) находят по формуле

$$X = 0,0068(a - b) 50K_n \text{ г/л,}$$

где K_n — коэффициент поправки 0,1 н. $KMnO_4$;
50 — коэффициент пересчета на 1 л.

Определение сахара

100 мл коньячного спирта или коньяка выпаривают на водяной бане для удаления спирта. Оставшуюся жидкость переносят в мерную колбу (емкость 100 мл), куда добавляют 5 мл раствора уксуснокислого свинца. Избыток свинца осаждают насыщенным раствором сернокислого натрия. После фильтрования в жидкости определяют сахар по Бертрану.

Определение альдегидов йодометрическим методом

Для проведения данного анализа необходимы следующие реактивы: 1%-ный раствор бисульфита, 0,1 н. раствор едкого натра, буферный раствор pH 7,0 (35 г однозамещенного фосфорнокислого калия KH_2PO_4 и 15 г двухзамещенного фосфорнокислого натрия ($Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$ растворяют в дистиллированной воде и доводят раствор в мерной колбе до 1 л), буферный раствор pH 9,0 (25 г борнокислого натрия и 25 мл 1 н. раствора серной кислоты растворяют в дистиллированной воде и доводят раствор до 1 л), раствор соляной кислоты 1:1, борнощелочной раствор (60 г борной кислоты и 80 г едкого натра растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1 л), 1%-ный раствор крахмала, 0,1 н. раствор йода, 0,01 н. раствор гипосульфита, 0,01 н. раствор йода.

Для проведения анализа применяют прибор (рис. 20), который состоит из перегонной колбы 1 (емкость 200—250 мл), соединенной с обратным холодильником 2. В эту колбу через второе отверстие в пробке вводят стеклянную трубку 3, которая соединена каучуковой трубкой с двумя склянками Дрекселя и служит для пропускания воздуха. В одну склянку налит насыщенный раствор углекислого натрия, а в другую — раствор метабисульфита.

С другой стороны холодильник соединен с приемной колбой 4 (емкость 100 мл). В нее вставлена поглотительная колонка 5, конец которой доходит до дна колбы.

Колонка наполнена стеклянными шариками и соединена в верхней части с аспиратором.

25 мл коньячного спирта или коньяка переносят в перегонную колбу, добавляют 0,1 н. раствор едкого натра до слабощелочной реакции, затем 20 мл буферного раствора (pH 9,0) и нагревают жидкость до кипения. В приемную колбу наливают 5 мл 1%-ного раствора бисульфита и 20 мл буферного раствора (pH 7,0).

Через 15—20 мин перегонку прекращают и несколько раз промывают поглотительную колонку дистиллированной водой. Затем к дистилляту прибавляют 5 мл раствора соляной кислоты и титруют избыток бисульфита 0,1 н. раствором йода до появления слабо-голубой окраски в присутствии 1 мл 1%-ного раствора крахмала (израсходованный йод в расчет не принимают). Прибавляют одну каплю 0,01 н. раствора гипосульфита до исчезновения голубой окраски и после этого приливают борнощелочной раствор в присутствии фенолфталеина (1—2 капли) до розовой окраски. Выделившийся бисульфит оттитровывают 0,01 н. раствором йода до глубокого окрашивания.

Содержание альдегида (мг) на 100 мл безводного спирта вычисляют по формуле

$$X = \frac{0,22a \cdot 100 \cdot 100}{25c} = \frac{88a}{c},$$

где 0,22 — количество уксусного альдегида, соответствующего 1 мл 0,01 н. раствора йода, мг;

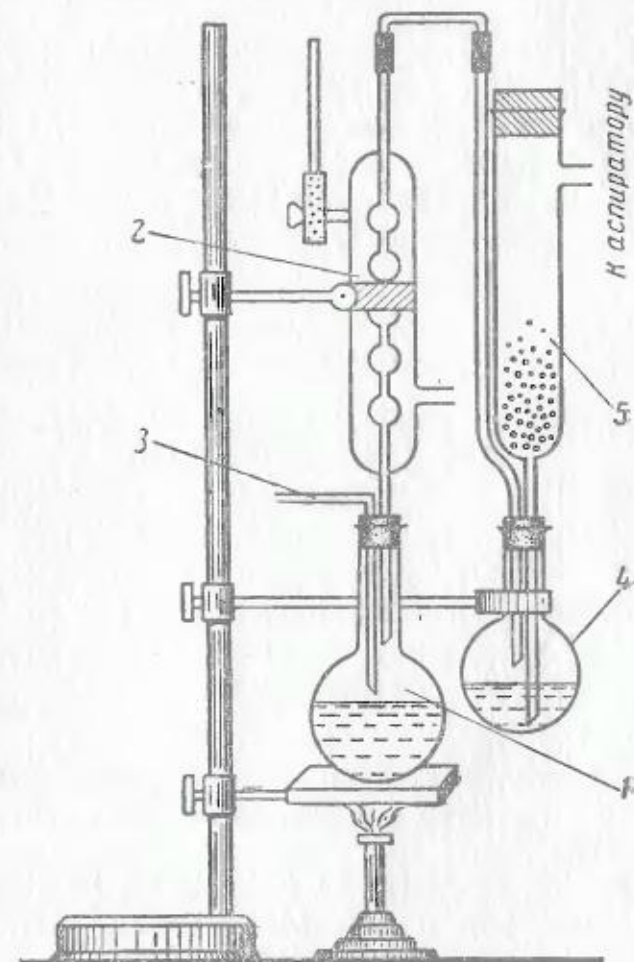


Рис. 20. Прибор для определения альдегидов и ацеталей.

- a* — количество 0,01 н. раствора йода, израсходованного на титрование, *мл*;
 25 — количество коньячного спирта, взятое на анализ, *мл*;
 100 — пересчет на 100 *мл* коньячного спирта;
C — крепость коньячного спирта, % об.;
 100 — коэффициент пересчета на безводный алкоголь.

Определение ацеталя

К остатку в перегонной колбе прибавляют для омыления ацеталя 5 *мл* 1 н. раствора соляной кислоты. В приемную колбу наливают новую порцию раствора метабисульфита калия и 20 *мл* буферного раствора (рН 7) и далее определяют уксусный альдегид, образовавшийся в результате омыления ацеталя.

Содержание ацеталя (*мг/л*) вычисляют по формуле

$$X = \frac{0,59 V \cdot 1000}{25},$$

где 0,59 — количество ацеталя (*мг*), соответствующего 1 *мл* 0,01 н. раствора йода;

V — количество 0,01 н. раствора йода, израсходованного на титрование бисульфита, освобожденного щелочным раствором борной кислоты, *мл*;

1000 — коэффициент пересчета на 1 *л*;

25 — количество коньячного спирта или коньяка, взятых для определения, *мл*.

Определение содержания метилового спирта в коньячных спиртах и коньяках с фуксिनсернистой кислотой

Метод основан на окислении метилового спирта марганцовокислым калием в формальдегид, присутствие которого обнаруживает фуксिनсернистую кислоту.

Для приведения испытаний применяют следующую аппаратуру:

термометры ртутные стеклянные лабораторные со шкалой до 100°С; колбы мерные вместимостью 50 и 1000 *мл*; пипетки вместимостью 1, 2, 5, 10 и 25 *мл* по ГОСТ 1770—64; часы песочные на 3 *мин*; пробирки из бесцветного прозрачного стекла с плоским дном и притертой пробкой; водяная баня; фотоэлектродиметр.

Необходимые реактивы и растворы — бисульфит или метабисульфит калия; фуксин основной; калий кислый сернокислый; кислота серная плотностью 1,83—1,84 *г/см³*; кислота щавелевая; 8%-ный раствор, насыщенный на холоде; калий марганцовокислый; кислота ортофосфорная; спирт этиловый крепостью не ниже 96% об. бессивушный, безальдегидный, безмета-

нольный (40%-ный раствор); спирт метиловый синтетический; вода дистиллированная двойной перегонки; раствор бисульфита калия плотностью 1,262 (насыщенный раствор готовят на холоде растворением около 300 *г* бисульфита в 1 *л* воды и доводят затем дистиллированной водой до указанной плотности; хранят его в сосуде с притертой пробкой); раствор фуксिनсернистой кислоты (1 *г* основного фуксина растворяют в нагретой до 80°С дистиллированной воде и сливают жидкость в мерную колбу (вместимостью 1000 *мл*). После охлаждения до 20°С доводят раствор до метки дистиллированной водой).

Раствор фуксина наливают в склянку с притертой пробкой (вместимостью 1,5—2 *л*) и смешивают с 25 *мл* свежеприготовленного раствора кислого сернокислого калия плотностью 1,262. В течение 3—4 *ч* раствор отстаивают, периодически перемешивая. Когда жидкость приобретает слабо-розовую окраску (обесцветится), к ней добавляют 4,8 *мл* серной кислоты, перемешивают и выдерживают несколько дней на ярком свете, пока окраска не станет желтоватого цвета без малейшего розового оттенка.

Правильно приготовленный реактив не должен давать окраски при смешивании его с равным объемом 40%-ного этилового спирта (не содержащего метанола) и не должен иметь резко выраженного запаха сернистого ангидрида. Реактив надо хранить в прохладном месте в сосуде из темного стекла.

Типовая шкала растворов метилового спирта: сначала готовят 1%-ный раствор метилового спирта в 40%-ном этиловом бессивушном безальдегидном спирте, не содержащем метанола. Из полученного 1%-ного раствора метилового спирта готовят растворы, содержащие 0,025; 0,05; 0,075; 0,1; 0,15 и 0,2% и т. д. метилового спирта в 40%-ном этиловом спирте.

Марганцовокислый калий (3%-ный раствор), содержащий 12,5% ортофосфорной кислоты, готовят следующим образом. 15 *г* марганцовокислого калия растворяют в 200—300 *мл* дистиллированной воды, к которой добавлено 75 *г* 85%-ной ортофосфорной кислоты, и растворяют при нагревании в водяной бане. После охлаждения раствор переливают в мерную колбу (вместимость 500 *мл*) и доводят до метки дистиллированной водой. Хранят его в хорошо закрытой склянке.

Испытание проводят следующим образом. В пробирку бесцветного прозрачного стекла с плоским дном и притертой пробкой вносят 0,25 *мл* дистиллята коньяка или коньячного спирта, предварительно разбавленного дистиллированной водой до крепости 40%, и добавляют 2 *мл* 3%-ного раствора марганцовокислого калия, содержащего 12,5% ортофосфорной кислоты. Раствор перемешивают и выдерживают в течение 3 *мин*, периодически взбалтывая. Затем добавляют 2 *мл* 8%-ного раствора щавелевой кислоты и вновь перемешивают до растворения осадка. К обесцвеченному раствору добавляют 1 *мл* концентриро-

ванной серной кислоты, после перемешивания 5 мл фуксिनсернистого раствора, а затем вновь перемешивают.

Типовые растворы обрабатывают одновременно в совершенно идентичных условиях.

Растворы выдерживают в течение 20 мин на водяной бане при температуре 20°С. По истечении этого времени в пробирках, содержащих метиловый спирт, появляется фиолетовая окраска. Количественное определение метилового спирта производят путем сравнения интенсивности окрасок испытуемой пробы и типовых растворов метилового спирта.

При содержании в испытуемом спирте менее 0,1% метилового спирта колориметрирование производят через 1 ч. Испытание фотоэлектроколориметром проводят при желтом светофильтре в кювете 20 мм, определяя величину экстинкции испытуемой пробы и сравнивая ее с величиной экстинкции близкого по окраске типового раствора.

Коньяки и коньячные спирты считаются выдержавшими пробу, если окраска испытуемого коньячного дистиллята будет слабее или одинакова с окраской типового раствора, содержащего метиловый спирт для коньяков 0,1%, для коньячных спиртов — 0,15%.

При расчете содержания метилового спирта необходимо учитывать степень разбавления коньяков и коньячных спиртов.

Определение высших спиртов

Для проведения испытаний применяют следующую аппаратуру:

колбы мерные вместимостью 50 мл; стаканчики для взвешивания (бюксы); пипетки мерные вместимостью 10 и 20 мл; цилиндры мерные вместимостью 10 мл; колбы длинногорлые с притертыми пробками вместимостью 50 мл; фотоэлектроколориметр или фотометр; бани водяные.

Необходимые реактивы и растворы — кислота серная плотностью 1,835 г/см³ (х. ч.); спирт этиловый ректифицированный высшей очистки; бессивушный крепостью 40% об.; спирт изоамиловый (ч.д.а.); спирт изобутиловый (ч.д.а.); парадиметиламинобензальдегид (х.ч.); раствор парадиметиламинобензальдегида (4 г/л концентрированной серной кислоты плотностью 1,835 г/см³); раствор изоамилового спирта (1,0 г изоамилового спирта взвешивают на аналитических весах в бюксе, растворяют в этиловом спирте крепостью 40% об., количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 мл, затем доводят тем же спиртом до метки при температуре 20°С и хорошо перемешивают); раствор изобутилового спирта (0,25 г изобутилового спирта взвешивают в бюксе на аналитических весах, растворяют в этиловом спирте крепостью 40% об., количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 мл, доводят тем же

спиртом до метки при температуре 20°С и хорошо перемешивают); раствор изоамилового и изобутилового спиртов (в мерную колбу вместимостью 50 мл отмеряют 10 мл раствора изоамилового спирта и 10 мл раствора изобутилового спирта, доводят до метки этиловым спиртом крепостью 40% об. при 20°С, тщательно перемешивают и получают смесь спиртов в отношении 4:1 с общим содержанием 5 г/л сивушных масел).

Подготовку к испытанию начинают с приготовления типовых растворов.

Из смеси изоамилового и изобутилового спиртов готовят типовые растворы для построения калибровочной кривой с концентрациями 25, 50, 75 и 100 мг на 100 мл безводного спирта.

Для этого в мерные колбы вместимостью 50 мл вносят раствор смеси спиртов в количестве 1, 2, 3 и 4 мл, добавляют этиловый спирт крепостью 40% об., перемешивают и доводят до метки при температуре 20°С раствором этилового спирта.

Для построения калибровочной кривой в длинногорлые колбы (вместимостью 50 мл) с притертыми пробками отмеряют по 0,5 мл типового раствора и помещают в ледяную баню. Затем, не вынимая колбы из бани, добавляют 10 мл раствора парадиметиламинобензальдегида при постоянном легком помешивании. Далее колбы помещают в кипящую водяную баню на 30 мин (через несколько минут после помещения в кипящую баню колбы закрывают пробками), а после нагрева переносят в водяную баню со льдом и оставляют на 5 мин и колориметрируют при сине-зеленом светофильтре.

В качестве контрольного образца берут 0,5 мл этилового спирта крепостью 40% об. и 10 мл раствора парадиметиламинобензальдегида.

По полученным данным строят калибровочную кривую. Для этого на оси ординат откладывают найденные значения оптической плотности типовых растворов высших спиртов, а на оси абсцисс — соответствующие значения содержания высших спиртов безводного спирта.

Испытания проводят следующим образом. Дистиллят выдержанного коньячного спирта или коньяка после определения крепости разбавляют дистиллированной водой до крепости 40% об. Затем 10 мл этого раствора помещают в мерную колбу вместимостью 50 мл и доводят до метки этиловым спиртом крепостью 40% об. Полученный раствор используют для испытаний, для проведения которых 0,5 мл полученного раствора отмеряют градуированной пипеткой (вместимость 1 мл) и помещают в длинногорлую колбу (вместимость 50 мл) с притертой пробкой. Туда же прибавляют 10 мл раствора парадиметиламинобензальдегида и перемешивают.

В качестве контрольного образца берут 0,5 мл этилового спирта крепостью 40% об. и 10 мл раствора парадиметиламинобензальдегида.

Содержание высших спиртов в пробе находят по калибровочной кривой.

Свежеперегнанный молодой бесцветный коньячный спирт перегонке не подвергают.

Содержание высших спиртов в коньячных спиртах и коньяках (*мг* на 100 *мл* безводного спирта) вычисляют по формуле

$$X = \frac{5KA}{40},$$

где 5 — коэффициент разбавления коньячного спирта или коньяка перед определением;

A — количество высших спиртов, найденных по калибровочной кривой, *мг* на 100 *мл* безводного спирта;

K — крепость спирта в исследуемом коньячном спирте или коньяке, % об.;

40 — крепость исследуемой жидкости после разбавления, % об.

Определение фурфурола

Колориметрический метод определения фурфурола (метод Кучерова) основан на том, что анилин в присутствии соляной кислоты окрашивает жидкость, содержащую фурфурол, в красный цвет. Продуктом реакции является фурфурольно-анилиновое соединение — $C_4H_3OCH_3(C_6H_4NH_2)_2$.

Необходимые реактивы и растворы — анилин свежееотогнанный, бесцветный [фракция с температурой кипения 456—457° К (183—184° С)]; соляная кислота плотностью 1,188; фурфурол свежееперегнанный [фракция с температурой кипения 433—434° К (160—165° С)].

При перегонке фурфурола фракцию с температурой кипения 433—434° К отбирают в ампулу и, когда она наполнится, открытый кончик капилляра запаивают.

Приготовление 0,01%-ного раствора фурфурола. Взвешенную на аналитических весах маленькую ампулу наполняют жидкостью из большей ампулы, слегка нагревая на пламени горелки шарик. В момент наполнения шарик охлаждают водой и, когда ампула наполнится, открытый кончик капилляра запаивают, ампулу обсушивают и взвешивают.

Разница между массой наполненной и пустой ампулы дает данные о массе реактива, на основании чего рассчитывают необходимый объем (40%-ного спирта) растворителя.

Растворитель (40%-ный спирт) отмеривают бюреткой с точностью до 0,1 *мл* в склянку с хорошо притертой пробкой, сюда же опускают ампулу с фурфуролом. Сильным встряхиванием склянки (пробка закрыта) разбивают ампулу и раствор хорошо перемешивают. Из полученного раствора готовят типовую

шкалу разбавлением 40%-ным спиртом, не содержащим фурфурола.

Определение фурфурола производят следующим образом. В ряд пробирок из бесцветного стекла с плоским дном одинакового диаметра и с притертыми пробками отмеривают по 10 капель бесцветного анилина и по 3 капли соляной кислоты. В одну из пробирок наливают до метки испытуемый отгон коньячного спирта (после определения крепости) и доводят объем до 40%, а в остальные пробирки доливают до метки типовыми растворами фурфурола. Закрывают пробирки пробками, содержимое хорошо перемешивают, оставляют в темном месте и через 15 *мин* сравнивают окраску испытуемого раствора с типовым. При точных определениях необходимо, чтобы крепость испытуемого отгона коньячного спирта точно соответствовала 40% об., для чего спирт разбавляют дистиллированной водой. При расчете учитывают произведенное разбавление.

Содержание фурфурола в коньячных спиртах (*мг* на 100 *мл* безводного спирта) вычисляют по формуле

$$X = \frac{A \cdot 100K}{40} = A \cdot 2,5K \text{ мг на } 100 \text{ мл,}$$

где *A* — содержание фурфурола, *мг* в 100 *мл* типового раствора;
 $\frac{100}{40}$ — коэффициент для пересчета содержания фурфурола на 100 *мл* безводного спирта;

K — коэффициент разбавления коньячного спирта.

При определении содержания фурфурола на фотоэлектроколориметре или фотометре по типовым растворам строится калибровочная кривая¹.

Определение цвета коньяка

Метод основан на сравнении окраски коньяков с окрашенным сухим стеклянным фильтром-эталоном.

Для определения цвета применяют колориметр, в котором устанавливают рассеивающую пластинку так, чтобы в отсутствие жидкости в цилиндре яркость обеих полей была совершенно одинаковой. Исследуемый коньяк наливают в цилиндр и в него опускают цилиндрическую призму, под другую призму помещают стеклянный фильтр-эталон. Свет отражается от пластинки или зеркала и проходит через цилиндр с исследуемой жидкостью, а также через фильтр-эталон.

Опуская и поднимая призму, меняют высоту слоя исследуемой жидкости от дна цилиндра до призмы, пока окраска обеих половинок поля не сольется.

¹ Молодой бесцветный коньячный спирт перегонке не подвергается.

После уравнивания окраски поля производят отсчет высоты столба исследуемой жидкости (коньяка) по миллиметровой шкале. Для точности определения производят 2—3 отсчета.

Определение содержания железа с сульфосалициловой кислотой

Метод основан на образовании окрашенных в желтый цвет комплексных соединений сульфосалициловой кислоты в слабоммиачной среде с солями окиси и закиси железа.

Для проведения анализа необходима следующая аппаратура: колбы мерные вместимостью 50, 100 и 1000 мл; пипетки вместимостью 1, 2, 5 и 10 мл; колбы Кьельдаля вместимостью 100 и 200 мл; пробирки стеклянные; термометр ртутный стеклянный лабораторный; фотоэлектроколориметр; пробирки для колориметрирования из бесцветного стекла с плоским дном.

Необходимые реактивы и растворы — квасцы железоммиачные (х.ч.); кислота серная (х.ч.) плотностью 1,83—1,84 г/см³; аммиак водный (х.ч.), 25%-ный раствор; кислота сульфосалициловая (х.ч.), 30%-ный водный раствор; кислота азотная концентрированная (х.ч.); вода дистиллированная двойной перегонки (не содержащая железа); основной раствор железа (0,864 г железоммиачных квасцов растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 мл в небольшом количестве дистиллированной воды с добавлением 4 мл концентрированной серной кислоты и доводят содержимое колбы до метки при 20°С): раствор А. В 1 мл раствора А содержится 0,1 мг железа. 50 мл раствора А разбавляют дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1000 мл: раствор Б. В 1 мл его содержится 0,05 мг железа.

Типовые растворы железа готовят следующим образом: в мерные колбы вместимостью 50 и 100 мл соответственно вносят 1 и 2 мл свежеприготовленного раствора Б. Затем в каждую колбу добавляют по 1—2 мл раствора сульфосалициловой кислоты, нейтрализуют в присутствии лакмусовой бумаги раствором аммиака и прибавляют еще 0,4—0,5 мл раствора аммиака. При 20°С содержимое колбы доводят до метки дистиллированной водой. Через 10 мин растворы готовы для колориметрирования.

Испытания проводят следующим образом.

В колбу Кьельдаля вместимостью 100 мл отмеряют 5—10 мл коньяка или коньячного спирта, прибавляют 2 мл серной кислоты и нагревают на слабом огне, чтобы избежать сильного вспенивания жидкости. После почернения всей жидкости и прекращения вспенивания содержимое колбы охлаждают, вносят 1 мл азотной кислоты и вновь нагревают до прекращения выделения бурых паров окислов азота и обесцвечивания раствора. Если раствор темнеет при охлаждении, то в него вносят еще 1 мл азотной кислоты и снова нагревают.

Для более быстрого удаления окислов азота после охлаждения можно внести 1 мл серной кислоты или 10 мл дистиллированной воды, соблюдая необходимые меры предосторожности и вновь некоторое время нагревая раствор.

Бесцветный охлажденный раствор из колбы Кьельдаля переносят в мерную колбу (вместимостью 50 или 100 мл) так, чтобы разбавление коньяка (коньячного спирта) было 1:10.

Колбу Кьельдаля многократно ополаскивают дистиллированной водой и сливают промывочные воды в мерную колбу. Затем туда же опускают небольшой кусочек лакмусовой бумаги и вливают 1—2 мл раствора сульфосалициловой кислоты, нейтрализуют раствором аммиака до посинения лакмусовой бумаги и повторно добавляют 0,5 мл раствора аммиака. Содержимое колбы доводят дистиллированной водой при температуре 20°С до метки. Полученный раствор желтого цвета через 10 мин готов для колориметрирования.

Параллельно ставят контрольный опыт. В колбу Кьельдаля прибавляют 5 или 10 мл дистиллированной воды, серной и азотной кислот столько, сколько было прибавлено для нейтрализации испытуемой пробы. После удаления окислов азота содержимое колбы Кьельдаля переносят полностью в мерную колбу (вместимостью 50 или 100 мл), опускают в нее небольшой кусочек лакмусовой бумаги, добавляют 1—2 мл раствора сульфосалициловой кислоты, нейтрализуют раствором аммиака, добавляют 0,5 мл раствора аммиака, затем доводят дистиллированной водой содержимое колбы при температуре 20°С до метки. Через 10 мин раствор готов для колориметрирования.

Исследуемые типовые растворы наливают в пробирки для колориметрирования до одинакового уровня. Сравнение окраски растворов в пробирках производят глядя сверху вниз.

Содержание железа (мг на 1 л) в исследуемом коньяке или коньячном спирте вычисляют по формуле

$$X = a \cdot 10,$$

где a — количество железа в типовом растворе, мг;

10 — показатель разбавления коньяка или коньячного спирта.

Если в реактивах (контрольный опыт) при сравнении с типовыми растворами обнаружено железо в количестве 0,05—0,1 мг, то содержание железа (мг на 1 л) в исследуемом коньяке или коньячном спирте вычисляют по формуле

$$X = (a - b) 10,$$

где b — количество железа в типовом растворе, мг.

При наличии фотоэлектроколориметра измеряют величину экстинкции испытуемой пробы и типового раствора железа, сходного по окраске с синем светофильтром в кювете 20 мл.

Определение меди в винах и коньяках путем осаждения тиокарбаминатом аммония

Метод основан на том, что тиокарбаминат аммония дает при определенной кислотности среды тиокарбаминаты металлов, легко переходящие (при нагревании) в сернистые соединения металлов.

Необходимые реактивы и растворы — аммоний тиокарбаминат; кислота азотная (х.ч.) плотностью 1,367; кислота серная (х.ч.) плотностью 1,835, и 10%-ный раствор; кислота соляная (х.ч.) плотностью 1,19, разбавленная 1:1, и 10%-ный раствор; перекись водорода; аммиак водный (х.ч.), 25%-ный раствор; спирт этиловый ректификат.

Типовая шкала растворов меди: 3,9284 г перекристаллизованной сернистой меди $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, переносят в мерную колбу емкостью 1 л, добавляют 40 мл 10%-ного раствора серной кислоты и дистиллированной водой доводят до метки. 1 мл такого раствора содержит 1 мг меди. Из него готовят более разбавленные типовые растворы с содержанием меди: 50, 100, 150, 200, 250 мг/л и т. д.

250 мл вина или коньяка выпаривают в фарфоровой чашке на водяной бане почти досуха и затем прокаливают в этой же чашке в муфеле до красного каления. Зола, полученную после прокаливания, растворяют в 5 мл соляной кислоты, разбавленной 1:1. Затем добавляют 1—3 капли перекиси водорода и раствор выпаривают в фарфоровой чашке досуха. Осадок растворяют в 2 мл 10%-ного раствора соляной кислоты, добавляют 3 мл воды, затем фильтруют в коническую колбу емкостью 100—150 мл через обычный бумажный фильтр и промывают 15 мл дистиллированной воды.

В полученный фильтрат постепенно в течение часа и при охлаждении прибавляют 300—500 мг тиокарбамината аммония. Затем содержимое колбы нагревают в течение 40 мин на кипящей водяной бане, раствор центрифугируют и жидкость сливают с осадка. Осадок в пробирке растворяют в 5—10 каплях смеси крепкой серной и азотной кислот, взятых в соотношении 1:1.

После охлаждения в пробирку добавляют 0,5—1 мл дистиллированной воды и такое же количество этилового спирта. Осадок или муть отделяют центрифугированием, а раствор собирают в фарфоровую чашку. В пробирку наливают 1 мл дистиллированной воды, взбалтывают, переливают обратно и выпаривают на водяной бане почти досуха. После этого чашку охлаждают и добавляют раствор аммиака. Окраску исследуемого раствора сравнивают с типовыми растворами меди. При расчете учитывают разбавление типовых растворов аммиаком и степень сгущения исследуемой пробы.

Содержание меди (мг/л) вина или коньяка вычисляют по формуле

$$X = \frac{T}{C},$$

где T — содержание меди в типовом растворе, мг/л;

C — разбавление типового раствора перед колориметрированием.

Определение общего количества кислорода

Восстановленная бесцветная форма индигокармина способна окисляться кислородом вина или коньячного спирта с переходом в окрашенную форму. На рис. 21 показан аппарат для определения кислорода.

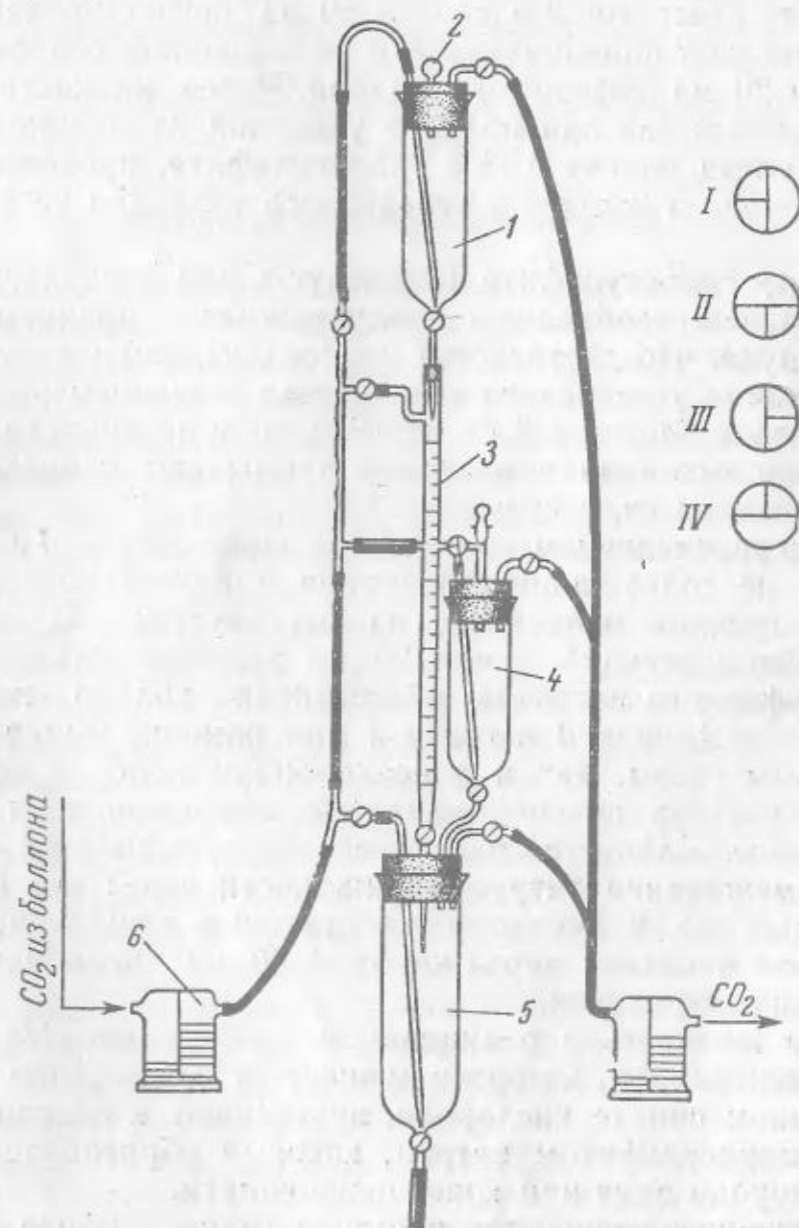


Рис. 21. Аппарат для определения кислорода.

Раствор индигокармина готовят растворяя 0,5 г препарата в 1 л дистиллированной воды. Титр раствора индигокармина устанавливают при помощи 0,1 н. раствора перманганата. Для этого в 50 мл раствора индигокармина приливают 20 мл 10%-ного раствора серной кислоты и титруют до обесцвечивания 0,1 н. раствором перманганата. Титр рабочего раствора индигокармина необходимо периодически проверять.

Раствор гидросульфита ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$) готовят непосредственно в аппарате растворением навески препарата в сосуде 1 из расчета 2,5 г/л.

Раствор (0,1 м) углекислого натрия (буферный раствор) готовят растворяя 28,6 г $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ в 1 л дистиллированной воды.

Определение проводят следующим образом. В сосуд 1 вливают через отверстие 2 в пробке 80 мл дистиллированной воды, предварительно прокипяченной и охлажденной без доступа кислорода, и 20 мл буферного раствора. Через жидкость пропускают углекислый газ для полного удаления из сосуда кислорода. Затем в сосуд вносят 0,25 г гидросульфита, продолжая барботирование через жидкость углекислого газа для ее размешивания.

Раствор гидросульфита используют для нескольких определений, причем необходимо предупреждать проникновение к нему воздуха, что достигается присоединением к сосуду 2 трубки для подачи углекислого газа. Перед внесением раствора гидросульфита в бюретку 3 ее освобождают от воздуха при помощи углекислого газа и повторно промывают небольшими порциями раствора гидросульфита.

Перед определением пропускают через сосуды 4 и 5 углекислый газ, не содержащий кислорода и промытый через склянку 6, до полного вытеснения из них воздуха. После этого в сосуд 5 через сосуд 4 вносят 20 мл раствора индигокармина и 20 мл буферного раствора, обеспечивая полное перемещение жидкости из сосуда 4 в сосуд 5 при помощи выдавливания ее углекислым газом. Затем в реакционную колбу 5 вливают из бюретки раствор гидросульфита до обесцвечивания жидкости. Затраченное количество раствора гидросульфита не фиксируют. Для размешивания титруемой жидкости через нее пропускают углекислый газ. К бесцветной жидкости в реакционную колбу 5 приливают пипеткой через колбу 4 20 мл испытуемого вина или коньячного спирта.

Когда жидкость в реакционной колбе окрасится в синий цвет, интенсивность которого зависит от содержания в вине или в коньячном спирте кислорода, приступают к основному титрованию гидросульфитом натрия, который образовался от действия кислорода вина или коньячного спирта.

Затраченное количество раствора гидросульфита фиксируют. После этого в реакционную колбу 5 вносят также через сосуд 4

еще 20 мл раствора индигокармина и жидкость вновь титруют до обесцвечивания раствором гидросульфита, записывая его израсходованное количество.

Расчет ведут следующим образом: 1 мл 0,1 н. раствора перманганата соответствует 0,1 экв, или 0,8 мг кислорода. На окисление перманганатом одной молекулы индигокармина окрашенной формы до обесцвечивания расходуется один атом кислорода. Таким образом, если на титрование 50 мл индигокармина при установлении его титра было израсходовано a мл 0,1 н. раствора перманганата, на титрование в реакционной колбе окисленного при введении 20 мл вина или коньячного спирта индигокармина пошло 5 мл раствора гидросульфита и на обесцвечивание 20 мл раствора индигокармина потребовалось c мл раствора гидросульфита, то общее количество кислорода исследуемого вина или коньячного спирта будет

$$X = \frac{ab \cdot 1000 \cdot 0,8}{5c} = 16 \frac{ab}{c} \text{ мг/л.}$$

ОРГАНОЛЕПТИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

Химическим анализом определяют содержание в коньячном спирте и коньяке тех или других компонентов (кислоты, сахар, спирт, альдегиды, эфиры и др.), но он не дает представления о вкусовых свойствах продукта. Последние определяют дегустацией с помощью органов чувств — зрения, обоняния и вкуса.

Помещение, в котором дегустируют коньячные спирты и коньяки, должно быть светлым, с чистым воздухом, без посторонних запахов. Желательно, чтобы температура помещения была 16—17° С.

Коньячные спирты и коньяки необходимо дегустировать в первой половине дня, так как в это время органы чувств дегустатора не утомлены и он может сделать более точные выводы.

Дегустационные бокалы изготавливают из бесцветного стекла с широким дном и узким горлышком.

При опробовании дегустатор берет за ножку бокал, наполненный примерно на одну треть. В первую очередь устанавливают цвет и прозрачность, затем определяют аромат, букет и вкус. Для правильной оценки аромата, букета дегустатор смачивает коньячным спиртом или коньяком стенки бокала, согревает его в руках в течение 2—3 мин и затем пробует. Для определения вкуса дегустатор набирает в переднюю часть полости рта 4—5 мл коньяку. Затем перемещает его в заднюю полость рта и фиксирует вкусовое впечатление.

При опробовании коньячного спирта или коньяка не следует брать более 10 образцов, так как дегустатор утомляется.

Во время дегустации для освежения органов чувств рекомендуется употреблять белый хлеб, голландский сыр и чай.

Как известно, свежееотогнанный и выдержанный коньячный спирт, а также коньяк заметно отличаются друг от друга своими химическими и органолептическими показателями. Поэтому каждый объект требует специфического подхода при дегустации.

В молодых спиртах можно обнаружить такие недостатки, как пониженная кислотность, запах и вкус плесени, запах и вкус уксуса, привкус бочки, привкус гари.

При выдержке коньячных спиртов в дубовых бочках некоторые из перечисленных дефектов исчезают; спирт приобретает чайно-золотистый цвет и мягкий гармоничный вкус.

Сперва опробуют молодые бесцветные коньячные спирты, затем выдержанные и в конце ординарные и марочные коньяки.

Коньячные спирты всех возрастов выдержки и коньяки оценивают по десятибалльной системе.

МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ ВСПОМОГАТЕЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕЙ ЖЕСТКОСТИ ВОДЫ

Пипеткой 50 мл исследуемую воду переносят в коническую колбу емкостью 200 мл и титруют 0,1 н. раствором соляной кислоты с метилоранжем (2—3 капли) до появления слабо-розового окрашивания. Затем добавляют 10 мл смеси равных объемов 0,1 н. раствора NaOH и 0,1 н. раствора Na₂CO₃, кипятят 3 мин и фильтруют через сухой фильтр; отбирают 50 мл фильтрата и титруют 0,1 н. раствором соляной кислоты до слабо-розового окрашивания.

Общую жесткость воды (в° жесткости) определяют по формуле

$$X = (a - b) 2 \times 2,8,$$

где a — количество добавленной щелочной смеси (NaOH и Na₂CO₃), мл;

b — количество 0,1 н. раствора HCl, израсходованной на титрование, мл;

2,8 — количество CaO, соответствующего 1 мл 0,1 н. раствора HCl (1 град жесткости соответствует 10 мг/л CaO), мг.

САХАР

В случае анализа сахара-песка пробы отбирают щупом из каждого десятого мешка в количестве 1,3 кг. Для проверки сахара-рафинада отбирают пробу в количестве 2 кг из пяти мешков.

Органолептическое испытание. Для определения запаха сахаром наполняют на $\frac{3}{4}$ объема чистые стеклянные

банки с притертыми пробками и выдерживают в закрытом виде в течение 1 ч. Определение производится на уровне края горлышка банки тотчас после открывания пробки.

Чистоту сахарного раствора устанавливают двумя способами. В первом случае растворяют 50 г сахара-рафинада в 50 мл дистиллированной воды, нагревают на водяной бане до 80—90°С и охлаждают. Во втором случае 25 г сахара-песка растворяют при перемешивании в 100 мл теплой (дистиллированной) воды в химическом стакане диаметром 60—65 мм, затем раствор охлаждают. В обоих случаях водяной раствор сахара должен быть прозрачным, без постороннего запаха и вкуса.

Определение влажности. 10 г сахара-песка или измельченного сахара-рафинада помещают в предварительно взвешенный бюкс и сушат в сушильном шкафу при температуре 105°С до постоянного веса.

Содержание влаги (%) вычисляют по формуле

$$X = \frac{(b - c) 100}{b - a},$$

где a — масса бюкса, г;

b — масса бюкса с навеской до высушивания, г;

c — масса бюкса с навеской после высушивания, г.

ЖЕЛАТИН

Отбор средней пробы. Из каждой партии желатина пробу отбирают не менее чем из трех мест при наличии в партии до 10 мест и не менее 10% при большем размере ее.

Не менее чем от 10% упакованных мест берут по пачке желатина и из каждой пачки вынимают в стерильных условиях по равному числу листов желатина, чтобы общая масса пробы составила 0,5 кг.

Определение запаха. Запах определяют в 10%-ном водном растворе желатина при температуре 60—65°С. Желатин должен быть без постороннего запаха.

Определение влажности. 2—3 г измельченного желатина просушивают в течение 6 ч при температуре 105—110°С, затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Содержание влаги (%) вычисляют по формуле

$$X = \frac{a - b}{a} 100,$$

где a — масса желатина до высушивания, г;

b — масса желатина после высушивания, г;

100 — число для перевода влажности, %.

Содержание влаги в желатине не должно превышать 16%.

Определение золы. 3 г измельченного желатина сжигают в доведенном до постоянного веса тигле в муфельной печи. Зольность (%) вычисляют по формуле

$$X = \frac{b \cdot 100}{a},$$

где a — навеска желатина, г;
 b — масса золы, г.

РЫБИЙ КЛЕЙ

Используют белужий, осетровый, севрюжий, шиповый и сомовый рыбий клей. У него не должно быть постороннего запаха и вкуса. У клея II сорта допускается слабый запах и привкус рыбьего жира.

УТИЛИЗАЦИЯ ОТХОДОВ КОНЬЯЧНОГО ПРОИЗВОДСТВА

ПОЛУЧЕНИЕ ВИННОКИСЛОЙ ИЗВЕСТИ

После перегонки виноматериалов на коньячный спирт-сырец или коньячный спирт в перегонном кубе остается жидкость, называемая коньячной бардой, или винассом. Количество ее в основном зависит от типа перегонного аппарата. Количество барды, получаемой на аппаратах шарантского типа, составляет $\frac{2}{3}$ от объема перегоняемых виноматериалов.

По химическому составу коньячная барда представляет собой весьма сложную жидкость; в ней содержатся все экстрактивные вещества (минеральные и органические соединения в виде свободных органических кислот и их солей, дубильные, красящие вещества и пр.), входящие в состав вина, среди которых наиболее ценным является винная кислота. Летучих веществ в барде нет, так как они отделяются во время перегонки.

Винная кислота широко используется в народном хозяйстве: в текстильной, химической, радиотехнической, фармацевтической, пищевой, полиграфической и других отраслях промышленности. В технологии вина ее применяют для обработки железобетонных резервуаров и для повышения кислотности некоторых малоокислотных вин.

Винная кислота — это прозрачные кристаллы без цвета и запаха, кислого вкуса, хорошо растворимые в спирте и воде. В большом количестве винная кислота содержится в соке ягод и гребнях винограда, откуда переходит в вино.

Содержание винной кислоты в молодых винах зависит от сортовых особенностей винограда, от исходного содержания ее в сусле, условий брожения виноградного сока, от типа вина и условий его хранения. По данным некоторых авторов, содержа-

ние ее в вине колеблется от 2 до 4 г/л (40—70% от количества кислот, определяющих титруемую кислотность).

Винная кислота вступает в реакцию с металлами, образуя кислые, нейтральные и двойные соли, из которых важно отметить следующие.

Винный камень — кислый виннокислый калий, или битартрат, хорошо растворяется в горячей воде и плохо в холодной, в спирте не растворяется. С увеличением содержания спирта в водно-спиртовых растворах его растворимость снижается.

Виннокислая известь, или виннокислый кальций, — кристаллическое вещество, плохо растворимое в воде и хорошо растворимое в минеральных кислотах.

Виннокислый калий — натрий (сегнетова соль) хорошо кристаллизуется в виде бесцветных кристаллов; хорошо растворяется в воде.

Перечисленные соли являются сырьем для производства винной кислоты.

В винассе винная кислота находится главным образом в виде винного камня. Однако благодаря тому что виннокислая известь нерастворима в холодной и очень малорастворима в горячей воде, в промышленности виннокислотное сырье извлекают из коньячной барды в виде виннокислого кальция (ВКИ) известковым, содовым и кислотным способами.

Известковый способ считается классическим способом получения ВКИ из винассы. Он заключается в обработке барды известковым молоком и хлористым кальцием. Образующаяся виннокислая известь выпадает в осадок, после обработки которого получают товарную виннокислую известь.

Коньячную барду из перегонных аппаратов загружают в отстойники (чаны, снабженные крышками, механическими мешалками и спускными кранами) для отстаивания в течение 8 ч.

В этот период барда осветляется и освобождается от взвешенных механических частиц (белковые и красящие вещества, дрожжи и пр.), загрязняющих виннокислую известь и снижающих ее качество.

Осветленную барду самотеком осторожно, чтобы не взмутить осадок, переводят в нейтрализатор, установленный ниже отстойника.

В нейтрализаторе в барду при включенной мешалке тонкой струей приливают 8%-ное известковое молоко, которое готовят из свежегашеной извести высшего качества (с содержанием СаО не ниже 95%). Известковое молоко не должно быть загрязненным.

Во время нейтрализации периодически измеряют кислотность барды. Когда остаточная кислотность достигнет 0,1% (1 г/л в пересчете на винную кислоту), нейтрализацию прекращают, так как при полной нейтрализации барды ВКИ загрязняется солями железа и алюминия, что значительно снижает ее качество.

Для полного осаждения виннокислотного сырья в барду добавляют хлористый кальций из расчета 0,4 кг на каждый килограмм израсходованной негашеной извести. Содержимое нейтрализатора тщательно перемешивают в течение 30 мин, затем проверяют степень нейтрализации. Если кислотность барды повышенная, то снова добавляют известковое молоко до необходимой степени нейтрализации.

Температура барды перед нейтрализацией должна быть не ниже 45°С, в противном случае образуется аморфная виннокислая известь в виде тонкодисперсной суспензии, что затрудняет ее выделение. Если температура барды ниже 45°С, ее нужно подогреть острым паром.

Для осаждения ВКИ содержимое резервуара отстаивают в течение 5—6 ч.

После отстаивания барду самотеком сливают в канализацию, а осадок промывают холодной водой (10—15°С) по следующему способу. Из нейтрализатора осадок загружают в перерез-промыватель, куда добавляют холодную воду в количестве, втрое большем осадка. Затем содержимое перемешивают и отстаивают в течение 40—60 мин и осторожно сливают воду. Операцию повторяют 3 раза.

Для удаления избытка воды промытую ВКИ загружают в мешочки размером 70×40 см, укладывают в корзиночный пресс и отпрессовывают. Для полного удаления воды ВКИ сушат на солнце или в специальных сушилках при температуре не выше 90°С.

Высушивание ВКИ нужно начинать не позже чем через 24 ч после ее получения, так как влажная известь подвергается порче под действием различных плесеней и бактерий. Высушивание продолжают до тех пор, пока содержание влаги в ВКИ не снизится до 3%, после чего виннокислую известь упаковывают в бумажные мешки или деревянные бочки, ставят на них штамп с указанием завода-изготовителя, наименования и сорта сырья, даты выработки, номера партии и весов нетто и брутто.

ВКИ транспортируют в крытых вагонах; если пользуются автомашинами, то мешки или бочки укрывают брезентом.

Указанный метод имеет ряд недостатков: при отстаивании барды из нее удаляются только механические примеси, а все соединения железа и алюминия остаются (они осаждаются при нейтрализации), что снижает качество ВКИ; выход ВКИ из ви-насы составляет только 0,1% в переводе на винную кислоту (1 кг из 100 дал барды).

Кислотный способ получения ВКИ из коньячной барды основан на свойстве серной или соляной кислоты давать с винным камнем свободную винную кислоту, которая осаждается известковым молоком в виде ВКИ.

Коньячную барду помещают в отстойный резервуар на $\frac{1}{3}$ его емкости и сразу же добавляют при включенной мешалке

концентрированную серную или соляную кислоту до тех пор, пока не начнет синеть метилфиолетовая бумажка.

После обработки кислотой содержимое отстаивают в течение 6—8 ч. За это время осаждаются дрожжевые клетки, белковые вещества и механические частицы. Осветленную жидкость спускают самотеком из отстойника в нейтрализатор, куда добавляют 10%-ный раствор известкового молока до слабокислой реакции. Остальные операции проводят так же, как описано выше.

Содовый способ основан на свойстве соды образовывать с винным камнем сегнетову соль, которая под действием хлористого кальция переходит в ВКИ.

Коньячная барда самотеком загружается в отстойники, куда при включенной мешалке добавляют горячий концентрированный раствор кальцинированной соды до нейтральной реакции. После этого содержимое оставляют для отстаивания на 8—10 ч.

Осветлившуюся жидкость перекачивают в нейтрализатор, куда добавляют хлористый кальций в кусках — в 2,2 раза больше, чем израсходовано соды. Конец реакции определяют при помощи индикатора (5%-ного раствора щавелевокислого аммония). В случае избытка хлористого кальция при добавлении 1—2 капель раствора индикатора появляется интенсивное молочно-белое окрашивание жидкости.

После обработки хлористым кальцием содержимое отстаивают 4—5 ч. Следующие операции выполняют обычным путем.

Температура барды во время нейтрализации должна быть не ниже 50°С.

Описанный способ имеет большие преимущества по сравнению с предыдущим: ВКИ получается более высокого качества и заметно увеличивается ее выход (2,5—3 кг из 100 дал барды).

Согласно техническим требованиям в виннокислой извести I сорта должно содержаться не менее 48% винной кислоты и не более 12% общих примесей; в извести II сорта — соответственно 42 и 22%. В обоих случаях коэффициент загрязнения должен быть не более 3%.

УСТРОЙСТВО УТИЛИЗАЦИОННОГО ЦЕХА

Утилизационный цех должен быть расположен в сухом помещении. Допустима постройка его в одном блоке с цехом перегонки или вблизи от него.

Основные установки утилизационного цеха следующие: отстойные резервуары, нейтрализаторы, бак для приготовления известкового молока, сушильная печь и пр.

Отстойные и нейтрализационные резервуары изготавливают из древесины дуба или хвойных деревьев в виде чанов. Они снабжены крышками с люком, мешалками, спускными кранами для слива барды и кранами для удаления осадка со дна.

Емкость отстойников должна быть в 2 раза больше емкости нейтрализаторов ввиду того, что продолжительность отстаивания барды в 2 раза больше продолжительности отстаивания осадка ВКИ.

Над нейтрализаторами устанавливают бак для известкового молока. В баке предусмотрены спускной кран с отводящим штуцером и переносные сита.

Для промывки, отжима и искусственной сушки ВКИ в утилизационном цехе устанавливают также чан емкостью 5—10 дал, корзиночный виноградный пресс или центрифугу и сушильную печь.

Для искусственной сушки хороший результат дает печь-лежанка, в которой ВКИ выдерживают при температуре 140—150° С.

При утилизационном цехе устраивают склад готовой продукции, оборудованный стеллажами.

САНИТАРИЯ И ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ УТИЛИЗАЦИОННОГО ЦЕХА

Для получения ВКИ высшего качества большое значение имеют санитарно-гигиенические условия утилизационного цеха.

При несоблюдении санитарных требований могут развиваться плесени и кислотопонижающие бактерии, которые снижают выход ВКИ.

По окончании работы пол цеха, шланги и мелкий инвентарь промывают холодной водой. Один раз в сутки очень тщательно горячей водой промывают все резервуары для удаления остатков коньячной барды.

Так же строго, как санитарно-гигиенические правила, необходимо соблюдать и правила техники безопасности в утилизационном цехе.

При использовании известкового молока и минеральных кислот (соляной, серной) рабочие должны быть обеспечены фартуками и защитными очками.

Во время сушки ВКИ большое внимание следует уделять температуре, так как при чрезмерном повышении ее могут произойти несчастные случаи, а также может возникнуть пожар.

При утилизации коньячной барды серьезным является вопрос о спуске отработанных вод. Их следует удалять в места, расположенные вдали от водоемов и источников водоснабжения, так как продукты распада барды (белковые вещества) загрязняют воду, делая ее вредной для рыбы и птицы.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ГОЛОВНОГО И ХВОСТОВОГО ПОГОНА

Как было отмечено выше, при фракционной перегонке спирта-сырца (двукратная перегонка) и виноматериалов (однократная перегонка), кроме основного среднего погона (коньяч-

ного спирта I сорта), получают головные и хвостовые погоны; смесь указанных погонов в большинстве случаев подвергается фракционной перегонке, причем получаемый коньячный спирт идет на выдержку, а головные и хвостовые фракции ректифицируют.

Спирт-ректификат, полученный из этих погонов, можно использовать в производстве крепленых вин и для приготовления водки.

На коньячных заводах для получения спирта-ректификата в основном применяют ректификационные аппараты периодического действия.

Аппарат (рис. 22) состоит из куба 1, который снабжен паровым змеевиком и паровым барботером, ректификационной колонны 2 с колпачковыми или сетчатыми тарелками, дефлегматора 3, холодильника 4, спиртового фонаря 5 и парового регулятора 6. Существует также аппарат периодического действия, снабженный маслоотделителем и контрольно-измерительными приборами.

С помощью ректификационного аппарата получают эфиральдегидную фракцию, III начальный сорт, II начальный сорт, спирт-ректификат, последний сорт и сивушное масло.

Технология спирта-ректификата предусматривает химическую обработку ректифицируемого спирта (щелочью и марганцовокислым калием). Это облегчает процесс ректификации и улучшает химико-органолептические свойства получаемой продукции.

По способу А. Л. Покровского и Г. И. Фертмана химическая обработка производится не предварительно, а в процессе ректификации — после отбора из фонаря эфиральдегидной фракции и III начального сорта.

В этот момент в куб вносят в зависимости от качества ректифицируемого спирта 0,5—1,5 г марганцовокислого калия и 1,5—3 г каустической соды на каждый декалитр жидкости.

Для химической обработки в процессе ректификации необходимо иметь бачок 1 (рис. 23) для приготовления прозрачного водно-спиртового раствора каустической соды, мерный бачок 2 емкостью 5 дал, из которого через водомерное стекло раствор каустической соды спускают на верхнюю тарелку колонны 3. Мерный бачок стоит ниже дефлегматора 4.

Концентрацию раствора каустической соды определяют по качеству ректифицируемого спирта: если по лабораторным данным спирт среднего качества, то на 1 дал сырого спирта надо брать 1,75—2,0 г каустической соды. Соду растворяют в воде из расчета 2 л воды на 1 кг соды. Затем на 1 л водного раствора соды добавляют 3 л крепкого спирта-ректификата.

Приготовленный таким образом раствор соды вводят в ректификационную колонну в количестве 120—80 капель в минуту с тем, чтобы в течение часа при производительности аппарата

75 дал спирта-ректификата было израсходовано не более 1,5 л раствора, при производительности 100 дал — не более 2,25 л,

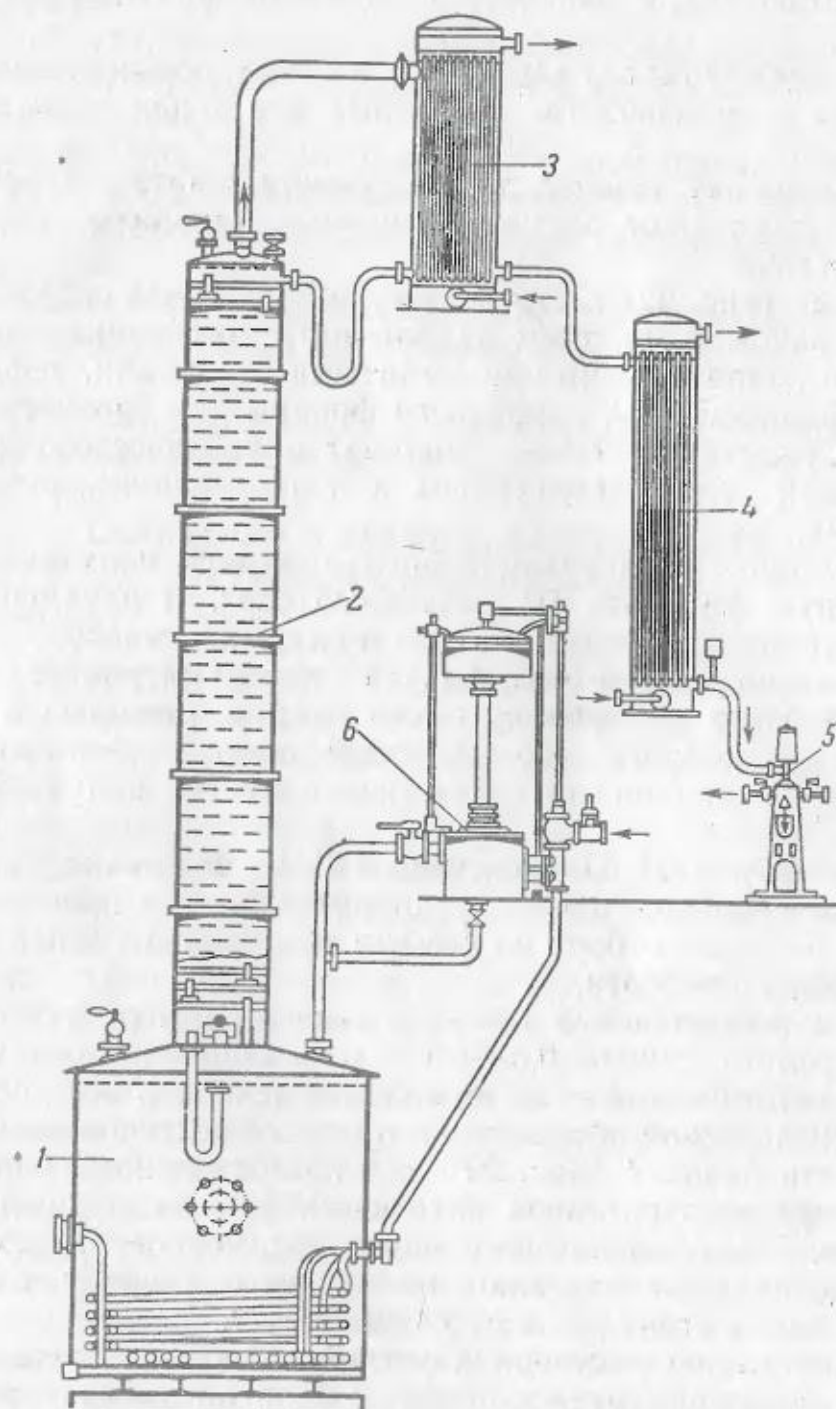


Рис. 22. Периодически действующий ректификационный аппарат.

при производительности до 150 дал — не больше 3 л, а свыше 150 дал — не больше 4,5 л.

До начала эксплуатации проверяют техническое состояние куба и закрывают спускной кран. Затем куб заполняют спиртом из навалочного чана, находящегося на верхнем этаже.

Процесс наполнения считается законченным, когда уровень жидкости в кубе будет на 10 см ниже верхнего края куба. Вытесненный спиртом воздух выходит через воздуходушный клапан куба.

С началом пуска спирта прогревают жидкость в кубе. Как только змеевик покроется спиртом, его включают, а барботер выключают. После прогрева колонны на $\frac{3}{4}$ высоты в дефлегматор и холодильник пускают воду; через некоторое время из воздушника спиртового фонаря начинает выделяться едкий запах уксусного альдегида и в фонаре появляется спирт. С появлением первой его порции усиливают приток воды в дефлегматор. Это вызывает задержку выпуска спиртовых паров из колонны и способствует концентрации на верхних тарелках колонны эфиров, альдегидов и метанола, которые потом переходят в эфиральдегидную фракцию. Через 60—90 мин уменьшают подачу холодной воды в дефлегматор и начинают перегонку спирта.

Скорость перегонки регулируют подачей воды в дефлегматор и холодильник при помощи регуляторов, установленных на водяных трубах.

Каждую фракцию отбирают в отдельный сборник (мерный резервуар).

В начале перегонки из аппарата отделяется жидкость зеленоватого цвета. Это так называемая эфиральдегидная фракция, в которой в значительном количестве содержатся эфиры и альдегиды. Фракцию отбирают в количестве 3—4%. Эфиральдегидная фракция является отходом ректификации. Ее используют для денатурации спирта.

После эфиральдегидной фракции спирт в фонаре становится бесцветным, тогда задерживают работу аппарата на 1 ч и производят отбор спирта III начального сорта в количестве 3—4%.

После отбора указанной фракции опять работу аппарата за-

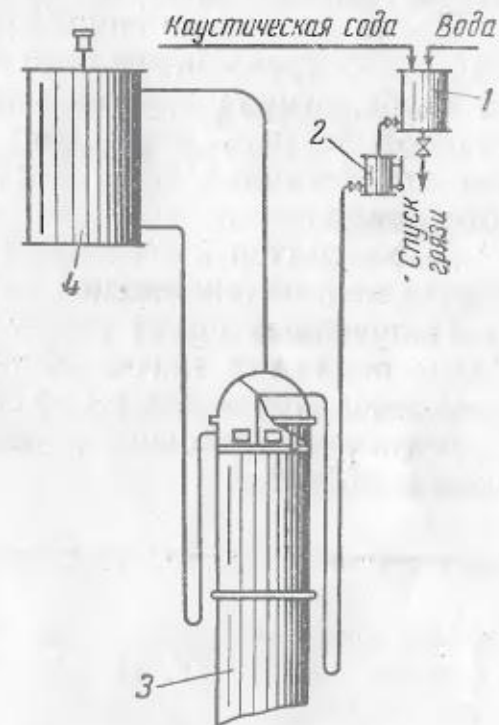


Рис. 23. Схема оборудования для химической обработки спирта в процессе ректификации.

держивают на 1 ч; в случае необходимости проводят химическую обработку жидкости. Затем отбирают спирт II начального сорта — 10—12% от количества спирта в кубе.

Спирт I сорта составляет не менее 75% от исходного; крепость его достигает 96,2%.

Перегонку последнего сорта производят с большой скоростью; когда крепость спирта в фонаре достигнет 90%, в кубе включают барботер.

При появлении в фонаре мути начинают отбор сивушного масла (количество от 0,5 до 10%).

После получения спирта-ректификата куб опорожняют. Прежде всего прекращают перегонку, для чего закрывают вентиль на трубе, откуда пар поступает на барботер, затем закрывают паровой вентиль, открывают спускной кран у куба. После спуска отработанной воды в канализацию аппарат готов для нового цикла.

Дефлегматор и холодильник периодически очищают от осадков и солей охлаждающей воды.

Полученный спирт сдают в спиртохранилище через мерник. Сдаче подлежит также эфирно-альдегидная фракция; она вновь ректифицируется для выделения этилового спирта.

Физико-химические показатели спирта-ректификата приведены в табл. 9.

Таблица 9

Показатели	Нормы для спирта		
	ректификованного „Экстра“	ректификованного высшей очистки	ректификованного I сорта
Содержание этилового спирта (крепость), % об., не менее	96,5	96,2	96,0
Проба на чистоту с серной кислотой	Выдерживает		
Проба на окисляемость, мин, при 20°C не менее	20	15	10
Содержание альдегидов в пересчете на уксусный, 1 л безводного спирта (мг), не более	2	4	10
Содержание сивушного масла в пересчете на смесь изоамилового и изобутилового спиртов (3:1), 1 л безводного спирта (мг), не более	3	4	15
Содержание эфиров в пересчете на уксусноэтиловый, 1 л безводного спирта (мг), не более	25	30	50
Проба на метиловый спирт с фуксисернистой кислотой	Выдерживает		
Содержание свободных кислот (без CO ₂), 1 л безводного спирта (мг), не более	12	15	20
Содержание фурфуrolа	Не допускается		

Спирт должен быть бесцветным, без постороннего запаха и вкуса. Чистоту спирта проверяют при помощи серной кислоты. Если в спирте нет загрязняющих примесей, то при нагревании смеси спирта и химически чистой серной кислоты в отношении 1:1 и последующем охлаждении жидкость остается бесцветной. В противном случае смесь окрашивается в желтоватый цвет.

Окисляемость спирта проверяют прибавляя к нему раствор марганцовокислого калия. Если спирт удовлетворяет требованиям стандарта, то он не должен терять красной окраски от указанного раствора в течение 20 мин, а спирт высшей очистки — в течение 30 мин.

ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ И ПРОТИВОПОЖАРНЫЕ МЕРОПРИЯТИЯ В ЦЕХЕ РЕКТИФИКАЦИИ

Здание ректификационного цеха строят из негорючих материалов (кирпича, бетона, железа и пр.).

Ректификационные и перегонные аппараты, а также паропровод должны иметь тепловую изоляцию. Воспрещается чистка ректификационных аппаратов во время работы.

При зажигании свечей или запасных керосиновых ламп всю спиртовую аппаратуру следует освободить от паров спирта.

В ректификационном отделении не должно быть воспламеняющихся материалов.

Ректификационное отделение обеспечивают огнетушителями и ящиками с песком.

Специалист ректификационного цеха обязан объяснить рабочим физико-химические свойства химикатов (щелочей, кислот, марганцовокислого калия и пр.), используемых в процессе ректификации.

ПРИЛОЖЕНИЯ

Крепость, % об.	Плотность водно-спиртовых				
	1	2	3	4	5
62,0	0,91980	0,91903	0,91826	0,91748	0,91673
62,1	0,91957	0,91880	0,91803	0,91725	0,91650
62,2	0,91935	0,91858	0,91781	0,91703	0,91627
62,3	0,91912	0,91835	0,91758	0,91680	0,91604
62,4	0,91890	0,91812	0,91735	0,91657	0,91581
62,5	0,91867	0,91790	0,91713	0,91635	0,91558
62,6	0,91844	0,91767	0,91690	0,91612	0,91535
62,7	0,91822	0,91744	0,91667	0,91589	0,91512
62,8	0,91799	0,91721	0,91644	0,91566	0,91489
62,9	0,91777	0,91699	0,91622	0,91544	0,91466
63,0	0,91754	0,91676	0,91599	0,91521	0,91443
63,1	0,91731	0,91653	0,91576	0,91498	0,91420
63,2	0,91709	0,91631	0,91554	0,91476	0,91397
63,3	0,91686	0,91608	0,91531	0,91453	0,91375
63,4	0,91664	0,91586	0,91508	0,91430	0,91352
63,5	0,91641	0,91563	0,91486	0,91408	0,91329
63,6	0,91618	0,91540	0,91463	0,91385	0,91306
63,7	0,91596	0,91518	0,91440	0,91362	0,91283
63,8	0,91573	0,91495	0,91417	0,91339	0,91261
63,9	0,91551	0,91473	0,91395	0,91317	0,91238
64,0	0,91528	0,91450	0,91372	0,91294	0,91215
64,1	0,91505	0,91427	0,91349	0,91271	0,91192
64,2	0,91482	0,91404	0,91326	0,91248	0,91168
64,3	0,91459	0,91381	0,91302	0,91224	0,91145
64,4	0,91436	0,91358	0,91279	0,91201	0,91122
64,5	0,91413	0,91335	0,91256	0,91178	0,91099
64,6	0,91389	0,91311	0,91233	0,91155	0,91075
64,7	0,91366	0,91288	0,91210	0,91132	0,91052
64,8	0,91343	0,91265	0,91186	0,91108	0,91029
64,9	0,91320	0,91242	0,91163	0,91085	0,91005
65,0	0,91297	0,91219	0,91140	0,91062	0,90982

Крепость, % об.	Плотность водно-спиртовых				
	13	14	15	16	17
62,0	0,91032	0,90951	0,90868	0,90788	0,90707
62,1	0,91009	0,90928	0,90845	0,90765	0,90684
62,2	0,90986	0,90905	0,90822	0,90742	0,90661
62,3	0,90963	0,90882	0,90800	0,90719	0,90638
62,4	0,90940	0,90859	0,90777	0,90696	0,90615
62,5	0,90917	0,90836	0,90754	0,90673	0,90592
62,6	0,90894	0,90813	0,90731	0,90650	0,90569
62,7	0,90871	0,90790	0,90708	0,90627	0,90546
62,8	0,90848	0,90767	0,90686	0,90604	0,90523
62,9	0,90825	0,90744	0,90663	0,90581	0,90500
63,0	0,90802	0,90721	0,90640	0,90558	0,90477
63,1	0,90779	0,90698	0,90617	0,90535	0,90454
63,2	0,90756	0,90675	0,90594	0,90512	0,90430
63,3	0,90733	0,90652	0,90571	0,90489	0,90407

растворов при температуре, °C						
6	7	8	9	10	11	12
0,91592	0,91512	0,91433	0,91353	0,91273	0,91193	0,91113
0,91569	0,91489	0,91410	0,91330	0,91250	0,91170	0,91090
0,91547	0,91466	0,91387	0,91307	0,91227	0,91147	0,91067
0,91524	0,91444	0,91364	0,91284	0,91204	0,91124	0,91044
0,91501	0,91421	0,91341	0,91261	0,91181	0,91101	0,91021
0,91479	0,91398	0,91319	0,91239	0,91159	0,91079	0,90998
0,91456	0,91375	0,91296	0,91216	0,91136	0,91056	0,90975
0,91433	0,91352	0,91273	0,91193	0,91113	0,91033	0,90952
0,91410	0,91330	0,91250	0,91170	0,91090	0,91010	0,90920
0,91388	0,91307	0,91227	0,91147	0,91067	0,90987	0,90906
0,91365	0,91284	0,91204	0,91124	0,91044	0,90964	0,90883
0,91342	0,91261	0,91181	0,91101	0,91021	0,90941	0,90860
0,91319	0,91238	0,91158	0,91076	0,90998	0,90918	0,90837
0,91296	0,91216	0,91136	0,91055	0,90975	0,90895	0,90814
0,91273	0,91193	0,91113	0,91032	0,90952	0,90872	0,90791
0,91251	0,91170	0,91090	0,91010	0,90930	0,90849	0,90769
0,91228	0,91147	0,91067	0,90987	0,90907	0,90827	0,90746
0,91205	0,91124	0,91044	0,90964	0,90884	0,90804	0,90723
0,91182	0,91102	0,91022	0,90941	0,90861	0,90781	0,90700
0,91159	0,91079	0,90999	0,90918	0,90838	0,90758	0,90677
0,91136	0,91056	0,90976	0,90895	0,90815	0,90735	0,90654
0,91113	0,91033	0,90953	0,90872	0,90792	0,90712	0,90631
0,91089	0,91009	0,90929	0,90848	0,90769	0,90688	0,90607
0,91066	0,90986	0,90906	0,90825	0,90745	0,90665	0,90584
0,91043	0,90963	0,90883	0,90802	0,90722	0,90641	0,90560
0,91020	0,90940	0,90860	0,90779	0,90699	0,90618	0,90537
0,90996	0,90916	0,90836	0,90755	0,90676	0,90595	0,90514
0,90973	0,90893	0,90813	0,90732	0,90653	0,90571	0,90490
0,90950	0,90870	0,90790	0,90709	0,90629	0,90548	0,90467
0,90926	0,90846	0,90766	0,90685	0,90606	0,90524	0,90443
0,90903	0,90823	0,90743	0,90662	0,90583	0,90501	0,90420

растворов при температуре, °C						
18	19	20	21	22	23	24
0,90626	0,90545	0,90462	0,90382	0,90301	0,90220	0,90138
0,90603	0,90522	0,90439	0,90359	0,90278	0,90197	0,90115
0,90580	0,90499	0,90416	0,90336	0,90254	0,90173	0,90091
0,90557	0,90475	0,90393	0,90312	0,90231	0,90150	0,90068
0,90533	0,90452	0,90370	0,90289	0,90208	0,90127	0,90044
0,90510	0,90429	0,90347	0,90266	0,90185	0,90103	0,90021
0,90487	0,90406	0,90323	0,90243	0,90161	0,90080	0,89997
0,90464	0,90382	0,90300	0,90220	0,90138	0,90057	0,89974
0,90441	0,90359	0,90277	0,90196	0,90115	0,90033	0,89950
0,90418	0,90336	0,90254	0,90173	0,90091	0,90010	0,89927
0,90395	0,90313	0,90231	0,90150	0,90068	0,89987	0,89904
0,90372	0,90290	0,90208	0,90127	0,90045	0,89963	0,89880
0,90348	0,90266	0,90185	0,90104	0,90022	0,89940	0,89857
0,90325	0,90243	0,90161	0,90080	0,89998	0,89917	0,89834

Крепость, % об.	Плотность водно-спиртовых			
	-6	-7	-8	-9
62,0	0,92507	0,92590	0,92660	0,92731
62,1	0,92485	0,92568	0,92638	0,92710
62,2	0,92463	0,92545	0,92615	0,92688
62,3	0,92441	0,92523	0,92593	0,92667
62,4	0,92419	0,92500	0,92571	0,92645
62,5	0,92397	0,92478	0,92549	0,92624
62,6	0,92375	0,92456	0,92526	0,92602
62,7	0,92353	0,92433	0,92504	0,92581
62,8	0,92331	0,92411	0,92482	0,92559
62,9	0,92309	0,92388	0,92459	0,92538
63,0	0,92287	0,92366	0,92437	0,92516
63,1	0,92266	0,92344	0,92416	0,92494
63,2	0,92244	0,92321	0,92394	0,92471
63,3	0,92223	0,92299	0,92373	0,92449
63,4	0,92201	0,92277	0,92351	0,92427
63,5	0,92180	0,92255	0,92330	0,92405
63,6	0,92159	0,92232	0,92309	0,92382
63,7	0,92137	0,92210	0,92287	0,92360
63,8	0,92116	0,92188	0,92266	0,92338
63,9	0,92094	0,92165	0,92244	0,92315
64,0	0,92073	0,92143	0,92223	0,92293
64,1	0,92050	0,92120	0,92200	0,92270
64,2	0,92028	0,92098	0,92178	0,92248
64,3	0,92005	0,92075	0,92155	0,92225
64,4	0,91981	0,92052	0,92132	0,92202
64,5	0,91960	0,92030	0,92110	0,92180
64,6	0,91937	0,92007	0,92087	0,92157
64,7	0,91914	0,91984	0,92064	0,92134
64,8	0,91891	0,91961	0,92041	0,92111
64,9	0,91869	0,91939	0,92019	0,92089
65,0	0,91846	0,91916	0,91996	0,92066

растворов при температуре, °C					
-10	-11	-12	-13	-14	-15
0,92801	0,92880	0,92951	0,93030*	0,93101	0,93171
0,92780	0,92858	0,92930	0,93008	0,93080	0,93150
0,92758	0,92835	0,92908	0,92985	0,93058	0,93128
0,92737	0,92813	0,92887	0,92963	0,93037	0,93107
0,92715	0,92791	0,92865	0,92963	0,93015	0,93085
0,92694	0,92769	0,92844	0,92919	0,92994	0,93064
0,92673	0,92746	0,92822	0,92896	0,92972	0,93042
0,92651	0,92724	0,92801	0,91874	0,92951	0,93021
0,92630	0,92702	0,92779	0,92852	0,92929	0,92999
0,92608	0,92679	0,92758	0,92829	0,92908	0,92978
0,92587	0,92657	0,92736	0,92807	0,92886	0,92956
0,92566	0,92636	0,92714	0,92786	0,92864	0,92934
0,92544	0,92614	0,92692	0,92764	0,92842	0,92912
0,92523	0,92593	0,92669	0,92743	0,92819	0,92889
0,92501	0,92571	0,92647	0,92721	0,92797	0,92867
0,92480	0,92550	0,92625	0,92700	0,92775	0,92845
0,92459	0,92529	0,92603	0,92679	0,92753	0,92823
0,92437	0,92507	0,92581	0,92657	0,92731	0,92801
0,92416	0,92486	0,92558	0,92636	0,92708	0,92778
0,92394	0,92464	0,92536	0,92614	0,92686	0,92756
0,92373	0,92443	0,92514	0,92593	0,92664	0,92734
0,92350	0,92420	0,92492	0,92570	0,92642	0,92712
0,92328	0,92398	0,92470	0,92548	0,92620	0,92690
0,92305	0,92375	0,92449	0,92525	0,92599	0,92669
0,92282	0,92352	0,92427	0,92502	0,92577	0,92647
0,92260	0,92330	0,92405	0,92480	0,92555	0,92625
0,92237	0,92307	0,92383	0,92457	0,92533	0,92603
0,92214	0,92284	0,92361	0,92434	0,92511	0,92581
0,92191	0,92261	0,92340	0,92411	0,92490	0,92560
0,92169	0,92239	0,92318	0,92389	0,92468	0,92538
0,92146	0,92216	0,92296	0,92366	0,92446	0,92516

ЛИТЕРАТУРА

Агабальянц Г. Г. Выдержка коньячных спиртов в эмалированных резервуарах с дубовой клепкой. Материалы Всесоюзной научно-технической конференции по коньячному производству. Ереван, 1961.

Азарашвили П. Б. Виноградные вина и коньяки Грузии. М., Пищепромиздат, 1960.

Багатуров С. А. Курс теории перегонки и ректификации. М., Пищепромиздат, 1954.

Бартенев Е. Н., Смирнов В. А. Технология ликеро-водочного производства. М., Пищепромиздат, 1955.

Бегунова Р. Д., Захарьина О. С. Технохимический контроль плодово-ягодного виноделия. М., Пищепромиздат, 1958.

Беридзе Г. И. Технология и энохимическая характеристика вин Грузии. Тбилиси, 1958.

Вулихман Ф. А., Миркин А. Л. Получение виннокислых соединений из отходов виноделия. М., Пищепромиздат, 1956.

Вюстенфельд Г., Гезелер Г. Производство наливок, настоек, ликеров. М., Пищепромиздат, 1959.

Гаврилов Н. В., Скурихин И. М. Коньячное производство. М., Пищепромиздат, 1959.

Герасимов М. А. Технология вина. М., изд-во «Пищевая промышленность», 1964.

Гивалов И. В. Контрольный снаряд для учета спирта. М., Пищепромиздат, 1952.

Гладилин Н. И. Руководство по ректификации спирта. М., Пищепромиздат, 1952.

Грязнов В. П., Зеликман Г. Ф. Учет, хранение и транспортировка спирта. М., Пищепромиздат, 1958.

Денщиков М. Т. Отходы пищевой промышленности и их использование. М., Пищепромиздат, 1963.

Джанполадян Л. М. Очерки развития отечественного коньячного производства. Ереван, 1966.

Кастальский А. А., Минц Д. М. Подготовка воды для питьевого и промышленного водоснабжения. М., Пищепромиздат, 1962.

Кислицина Л. Н. Влияние емкости куба перегонного аппарата на состав и качество коньячного спирта. ЦИНТИпищепром, 1961.

Климовский Д. Н., Стабников В. Н. Технология спирта. М., Пищепромиздат, 1960.

Климовский Д. Н., Смирнов В. А., Стабников В. Н. Технология спирта. М., изд-во «Пищевая промышленность», 1967.

Лашхи А. Д. Химия и технология грузинского коньяка. Тбилиси, 1962.

Малтабар В. М., Нутов Л. О., Фертман Г. И. Технология коньяка. М., Пищепромиздат, 1959.

Нилов В. И., Скурихин И. М. Химия виноделия и коньячного производства. М., Пищепромиздат, 1960.

Руднев Н. М., Нутов Л. О. Переработка вторичного сырья винодельческой промышленности. М., Пищепромиздат, 1962.

Скурихин И. М. Химические процессы при выдержке коньячных спиртов в дубовых бочках. Труды ВНИИВиВ «Магарач». Т. V. Пищепромиздат, 1957.

Скурихин И. М. Химия коньячного производства. М., изд-во «Пищевая промышленность», 1968.

Фертман Г. И., Шойхет М. И. Технологический контроль бродительных производств. М., «Пищевая промышленность», 1969.

СОДЕРЖАНИЕ

Введение	3
Сорта винограда для коньячного производства	4
Приготовление коньячных виноматериалов	5
Подготовка к сбору винограда	6
Определение сроков сбора винограда	7
Сбор, перевозка и приемка винограда	8
Переработка винограда	10
Тип вина и качество коньячного спирта	11
Обработка виноматериалов	11
Эгализация виноматериалов	11
Тепловая обработка виноматериалов	12
Хранение виноматериалов и уход за ними	12
Доливка виноматериалов	12
Техника безопасности при выделке и обработке коньячных виноматериалов	13
Перегонка в коньячном производстве	14
Перегонные аппараты	16
Аппараты периодического действия	16
Аппараты с дефлегмационными тарелками	21
Двухжубовые аппараты	22
Аппараты непрерывного действия	25
Перегонка виноматериалов	27
Двукратная перегонка	30
Однократная перегонка	32
Методы использования головных и хвостовых погонов	33
Влияние конструкции перегонного аппарата на качество коньячного спирта	34
Потери спирта при перегонке и пути их сокращения	35
Кондиции свежестоганных коньячных спиртов	35
Что должен знать аппаратчик о работе перегонного аппарата	36
Основные правила санитарии, гигиены и техники безопасности в цехе перегонки	36
Выдержка коньячных спиртов	37
Помещения и емкости для выдержки коньячных спиртов	38
Уход за коньячными спиртами на выдержке	40

Физико-химические процессы при выдержке коньячных спиртов в дубовых бочках	41
Потери при выдержке коньячных спиртов в дубовых бочках и методы их снижения	44
Выдержка коньячных спиртов в эмалированных резервуарах	46
Методы ускоренного созревания — старения коньячных спиртов	49
Учет коньячных спиртов при выдержке	50
Приготовление коньяка	50
Технология вспомогательных материалов	51
Купаж коньяка	57
Обработка коньяка	59
Розлив коньяка в бутылки	61
Контроль и учет при приготовлении коньяка	62
Потери при приготовлении, обработке и розливе коньяка и методы их снижения	63
Марки советских коньяков	65
Методы химико-органолептического анализа коньячного спирта и коньяка	65
Химический анализ	66
Определение плотности пикнометром	66
Определение летучих кислот	67
Определение этилового спирта	68
Определение титруемой кислотности	69
Определение общих эфиров	70
Определение общего количества сернистой кислоты	70
Определение общего экстракта	71
Определение дубильных веществ	71
Определение сахара	72
Определение альдегидов йодометрическим методом	72
Определение ацетала	74
Определение содержания метилового спирта в коньячных спиртах и коньяках с фуксинсернистой кислотой	74
Определение высших спиртов	76
Определение фурфурола	78
Определение цвета коньяка	79
Определение содержания железа с сульфосалициловой кислотой	80
Определение меди в винах и коньяках путем осаждения тиокарбаминатом аммония	82
Определение общего количества кислорода	83
Органолептический анализ	85
Методы контроля вспомогательных материалов	86
Определение общей жесткости воды	86
Сахар	86
Желатин	87
Рыбий клей	88
Утилизация отходов коньячного производства	88
Получение виннокислой извести	88

Цена 16 коп.