

## ПРИГОТОВЛЕНИЕ АРОМАТНЫХ СПИРТОВ

Ароматный спирт—продукт отгонки с водно-спиртовыми парами летучих веществ, содержащихся в эфирномасличном и плодово-ягодном сырье, а также в полученных из него полуфабрикатах — настоях, соках и морсах. Ароматные спирты имеют крепость 75—80% об. и обладают тонким ароматом. Качество напитков, выработанных на ароматных спиртах из эфирномасличного сырья, выше, чем на настоях.

### ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ПЕРЕГОНКИ

Известно, что компоненты, образующие растворы, стремятся выделяться из жидкой фазы. Количественной мерой этого стремления при небольших внешних давлениях является парциальное давление компонентов. Для бинарных растворов с неограниченной растворимостью, например этилового спирта и воды, пар, находящийся в равновесии с раствором, всегда содержит в избытке против жидкости тот компонент, прибавление которого при неизменной температуре увеличивает общее давление пара или при постоянном давлении понижает температуру кипения (первый закон Д. П. Коновалова).

Так, при температуре 100° С упругость пара воды равна 760 мм рт. ст., этилового спирта 1692 мм рт. ст. Температура кипения воды 100° С, этилового спирта 78,3° С. Следовательно, пар, выделяющийся из водно-спиртового раствора, будет содержать больше спирта, чем воды.

По закону Раули, парциальное давление компонента в растворе относится к давлению пара чистого компонента, как число молей данного компонента относится к общему числу молей раствора

$$\frac{p_A}{P_A} = \frac{n_A}{n_A + n_B},$$

где  $p_A$  — парциальное давление компонента  $A$  в растворе, мм рт. ст.;  $P_A$  — давление пара чистого компонента  $A$  при той же температуре, мм рт. ст.;  $n_A$ ,  $n_B$  — число молей компонентов  $A$  и  $B$  в растворе.

Для бинарного раствора правая часть этого уравнения представляет мольную долю компонента  $A$  (спирта). Обозначив ее через  $x$ , получим:

$$p_A = P_A x.$$

Мольная доля компонента  $B$  (воды) в растворе равна  $1-x$ , поэтому

$$p_B = P_B (1 - x).$$

Следовательно, парциальное давление компонента в растворе понижается пропорционально уменьшению его мольной доли. Отсюда очевидно, что парциальное давление компонента над раствором всегда будет ниже, чем над чистым веществом.

ТАБЛИЦА 41  
РАСХОД СЫРЬЯ И ВЫХОД ВСПОМОГАТЕЛЬНЫХ НАСТОЕВ НА 1000 л.д. НАПИТКОВ

Первый напиток	Настой первый слив	Второй настой	Настой второй слив		Количество парообразного с пастою и фруктами	2,00
			до %	до %		
Для апельсинового ликера	1,15 0,06	1,15	60	10	1,00	—
Винзак	1,00	—	1,0	10	0,85	0,057
Грейпфрут	1,0 0,100	1,0	60	5	0,80	1,70
Имбиря	1,0 0,010	1,0	70	5	0,85	1,60
Кардамона	1,0 0,015	1,0	70	5	0,83	1,70
Корицы	1,0 0,0075	1,0	70	6	0,80	1,60
Миндаль	1,0 0,0055	1,0	70	6	0,85	1,70
Мускатного ореха	1,0 0,110	0,4	70	6	0,32	0,64
Красного перца	1,0 0,008	1,0	70	10	0,80	—
Фиталконита	1,0 0,0015	1,0	70	6	0,80	—
кориц	1,0 0,015	8,0	50	10	0,40	—
Шилфот	1,0	—	—	—	—	—

Закон Рауля применим лишь к совершенным растворам, для которых паряду с другими признаками характерно отсутствие контракции и теплового эффекта при смешении компонентов. Таким образом, водно-спиртовой раствор, несмотря на неограниченную растворимость его составляющих, не подчиняется этому закону.

Для несовершенных растворов  $p_a$  и  $p_b$  должны быть заменены коэффициентами активности компонентов, которые представляют собой отношение активности к мольной доле

$$\gamma_a = \frac{\alpha_a}{x}; \quad \gamma_b = \frac{\alpha_b}{1-x}.$$

При малых давлениях, когда пары можно считать идеальными газами, если известны парциальные давления, активности могут быть найдены по уравнениям

$$\alpha_a = \frac{p_a}{P_a}; \quad \alpha_b = \frac{p_b}{P_b}.$$

Коэффициент активности характеризует отклонение данного раствора от совершенного раствора.

Согласно Дюгему, изотермы парциальных давлений компонентов в бинарном растворе связаны уравнением

$$\frac{d \ln p_a}{d \ln p_b} = -\frac{1-x}{x}$$

или после подстановки вместо  $p_a$  и  $p_b$  соответствующих коэффициентов активности

$$\frac{d \ln \gamma_a}{d \ln \gamma_b} = -\frac{1-x}{x}.$$

Интегрируя это уравнение с учетом опытных данных для водно-спиртовых растворов, Маргулес получил уравнения для  $p_a$  и  $p_b$ , приведенные на с. 17.

С помощью этих уравнений можно вычислить содержание спирта в парах над водно-спиртовым раствором известной крепости (концентрации). Например, при крепости водно-спиртового раствора 80% об. (61% мол.) под атмосферным давлением он кипит при температуре 79,3° С;  $P_a = 790,4$ ;  $P_b = 345$  мм рт. ст.

$$p_a = 790,4 \cdot 0,61 e^{1,58(1-0,61)^2};$$

$$p_b = 345(1-0,61) e^{0,79(3-2 \cdot 0,61)0,61^2}.$$

Отсюда  $p_a = 532$  мм,  $p_b = 227$  мм,  $P_a = 759 \approx 760$  мм рт. ст.

По закону Клапейрона давление пара компонента пропорционально его мольной концентрации, при этом коэффициент пропорциональности при одинаковой температуре для всех газов одинаков. Следовательно, мольная доля спирта в паровой фазе равна:

$$y = \frac{p_a}{p_a + p_b} = \frac{532}{759} = 0,70 \text{ (или } 70\% \text{ мол.)}$$

Содержание спирта в парах в % масс. равно

$$\frac{256p}{1+1,56p} = \frac{256 \cdot 0,7}{1+1,56 \cdot 0,7} = 85,6.$$

Таким образом, при содержании спирта в жидкости 80% масс. в паре будет содержаться спирта 85,6% масс.

Вычислив содержание спирта в паре  $y$  в зависимости от содержания спирта в жидкости  $x$ , можно построить кривую, называемую кривой равновесия.

Отношение  $\frac{y}{x}$  называется коэффициентом испарения и обозначается буквой  $K$ . Коэффициент испарения зависит от содержания спирта в жидкости: чем меньше спирта в жидкости, тем больше  $K$ .

При крепости водно-спиртового раствора 89,41% мол. (95,57% масс.)  $K = 1$ . Такой раствор, испаряющийся при постоянной температуре без изменения состава, подобно чистому веществу, называется нераздельноокипящим (азеотропным). Для него на кривой равновесия  $y = f(x)$  появляется экстремум (точка максимума). Для других растворов может быть точка минимума. Это напло отражение во втором законе Коповалова, согласно которому в экстремумах давлений пара составы жидкой и паровой фаз совпадают.

В многокомпонентных растворах, содержащих, кроме спирта и воды, смесь различных ароматических веществ, какими являются настои, например из эфиромасличного сырья, при перегонке изменяется концентрация всех компонентов. В простейшем случае при использовании трехкомпонентных растворов, которые состоят из спирта, воды и одной индивидуальной примеси, и последняя неограниченно растворима, для характеристики процесса пользуются коэффициентом ректификации, представляющим отношение коэффициента испарения примеси  $K_p$  к коэффициенту испарения спирта

$$K' = \frac{K_p}{K}.$$

Если  $K' > 1$ , то примесь испаряется интенсивнее спирта и ее можно отгонять раньше, чем спирт. При  $K' < 1$  примесь отгонять из раствора нельзя. Первая примесь называется головной, вторая — концевой. Обычно головные примеси имеют температуру кипения ниже, чем этиловый спирт, концевые — выше. При  $K' = 1$  примесь будет отгоняться одновременно со спиртом.

Компоненты эфирных масел нерастворимы в воде и ограниченно растворимы в водно-спиртовых растворах. Растворимость их зависит от крепости раствора. Например, цитраль и гераниол растворяются при крепости не ниже 50% об., центроцедаль — 60%,  $\alpha$ -пинен и камфор — 80%. Закономерности перегонки смеси нерастворимых или ограниченно растворимых жидкостей будут существенно отличаться от закономерностей для смесей жидкостей с неограниченной растворимостью.

Общее давление пара  $P_o$  над смесью нерастворимых жидкостей будет равно сумме давлений паров каждой из жидкостей. Если для упрощения принять водно-спиртовой раствор за один компонент, то в присутствии одной из составляющих эфирных масел  $P_o = P_c + P_n$ .

где  $P_c$  — давление пара чистого водно-спиртового раствора;

$P_n$  — давление пара чистой примеси.

Таким образом, парциальное давление компонентов в паровой фазе равно давлению пара чистых веществ, т. е.  $p_c = P_c$ ,  $p_n = P_n$ . При невысоких давлениях мольная доля примеси в паре равна отношению его парциального давления к общему давлению, поэтому

$$y_n = \frac{P_n}{P_o} = \frac{P_n}{P_c + P_n} = \frac{P_n}{P_c + P_n}.$$

При неизменной температуре  $P_c$  и  $P_n$  постоянны, и следовательно, состав пара, так же как и общее давление, не будет зависеть от относительных количеств жидкостей. Поскольку общее давление пара складывается из парциальных давлений отдельных компонентов, то давление, соответствующее внешнему, например 760 мм рт. ст., достигается при температуре, которая ниже температуры самого низкокипящего компонента. Поэтому смеси взаимнонерастворяющихся жидкостей перегоняются при низких температурах. При перегонке компонентов эфирных масел с водно-спиртовым раствором температура кипения смеси близка к температуре кипения этого раствора, хотя температура их кипения значительно выше и равна, например, для гераниола 229° С, центронелла 206° С, камфена 159° С и т. д.

В табл. 42 приведены коэффициенты испарения некоторых эфирных масел, а в табл. 43 коэффициенты испарения и ректификации

Таблица 42  
КОЭФФИЦИЕНТЫ ИСПАРЕНИЯ ЭФИРНЫХ МАСЕЛ

Крепость в жидкой фазе, % об.	Эфирные масла			Крепость в жидкой фазе, % об.	Эфирные масла		
	лимонное (0,47 мг/мл)	апельсиновое (4 мг/мл)	тычинковое (2,5 мг/мл)		лимонное (0,47 мг/мл)	апельсиновое (4 мг/мл)	тычинковое (2,5 мг/мл)
10	44,47	—	—	50	18,00	7,03	0,48
20	34,10	13,25	2,98	60	9,54	5,25	0,41
30	27,00	11,25	2,07	70	6,69	3,81	0,36
40	24,68	9,00	0,59	80	2,63	2,54	0,28

отдельных их компонентов, определенные Л. П. Суляевым. Из табл. 42 видно, что коэффициенты испарения лимонного, апельсинового и тминного эфирного масла при одинаковой крепости водно-спиртового раствора существенно различаются. Для первых двух масел  $K > 1$  даже при крепости раствора 80% об., для тминного же масла уже при крепости 40% об.  $K < 1$ . Такая же закономерность наблюдается для коэффициентов испарения отдельных компонентов эфирных масел. Из табл. 43 следует, что коэффициенты ректификации при одной и той же крепости раствора

Таблица 43  
КОЭФФИЦИЕНТЫ ИСПАРЕНИЯ И РЕКТИФИКАЦИИ НЕКОТОРЫХ КОМПОНЕНТОВ ЭФИРНЫХ МАСЕЛ\*

Крепость спирта в жидкой фазе, % об.	Цитраты	Гераниол	Цитронелла	$\alpha$ -Пинен	Камфен
Коэффициенты испарения					
5	24,87	37,0	84,0	92,0	—
10	7,10	28,0	50,0	61,0	—
20	3,0	6,35	14,3	52,0	—
30	1,51	3,83	10,0	48,0	39,60
40	0,91	4,70	7,20	23,0	20,6
50	0,69	0,96	3,25	14,0	12,8
60	0,55	0,62	1,50	8,50	8,40
70	0,42	0,40	0,75	4,80	4,50
80	0,31	0,20	0,51	2,60	2,80
90	0,22	0,10	0,32	1,40	1,20
96	0,10	0,03	0,24	1,00	0,90
Коэффициенты ректификации					
5	3,27	3,70	7,80	8,34	—
10	1,20	5,18	9,24	10,30	—
20	0,80	1,74	4,12	16,40	—
30	0,52	4,49	3,91	12,70	14,40
40	0,46	0,86	3,61	11,50	10,97
50	0,42	0,59	1,99	8,51	7,81
60	0,40	0,44	1,08	5,89	5,80
70	0,35	0,33	0,61	3,90	3,74
80	0,30	0,21	0,47	2,30	2,11
90	0,21	0,10	0,32	1,32	1,09
96	0,15	0,03	0,24	1,00	0,90

\* При концентрации 0,1—0,5 мг/мл, для цитратов при концентрации 1,0 мг/мл.

меньше, чем коэффициенты испарения. Основные компоненты эфирных масел при высоких крепостях жидкой фазы ведут себя как концевой продукт; при меньших крепостях становятся головным продуктом.

### ПОЛУЧЕНИЕ АРОМАТНОГО СПИРТА И ОБЩИЙ ПОРЯДОК СГОНКИ

На ликерно-водочных заводах для получения ароматного спирта применяют перегонные аппараты (аламбики) различных конструкций, одна из которых показана на рис. 42. Аппарат состоит из куба 1, ректификационной колонки 2, дефлегматора 3, холодильника 4, контрольного фонаря 5 и двух сборников отгона дистиллята 6.

Куб — медный, внутри луженый цилиндрический сосуд с вогнутым дном и сферической крышкой. На некотором расстоянии от дна установлена проволочная корзина, предохраняющая дно куба от попадания на него твердых частиц сырья. Нижняя часть куба имеет рубашку 7, в которую подается пар, и трубку 8 для отвода конденсата. Куб установлен на двух полых цапфах, опирающихся на подшипники и стойки, и маховиком 9 может быть повернут на угол  $90^\circ$ . При этом соединительные муфты 10, 11 и 12 на трубопроводах отвинчиваются.

Крышка крепится к корпусу откидными баращками и снабжена цилиндрическим клапаном для отделения капель жидкости от па-

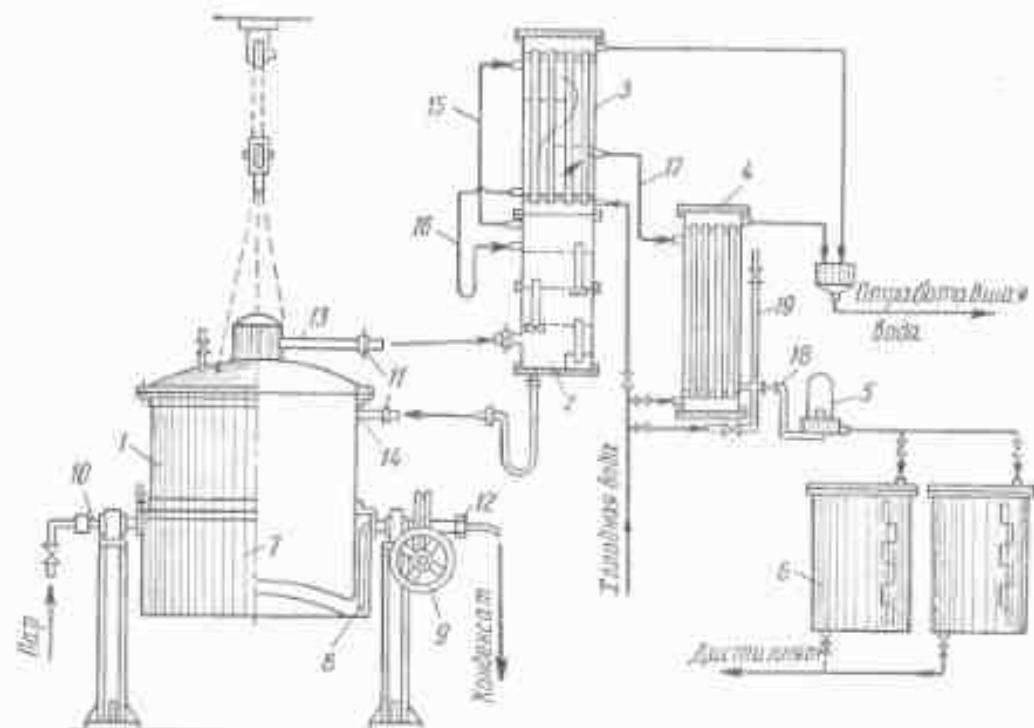


Рис. 42. Аппарат для получения ароматного спирта с поворачивающимся кубом и вертикальным дефлегматором.

ров, поднимающихся в ректификационную колонку. На крышке расположены металлическая гильза со вставленным в нее термометром, манометр и предохранительный клапан. При загрузке и разгрузке куба крышка поднимается с помощью лебедки и блока.

Ректификационная колонка предназначена для концентрирования (укрепления) паров спирта и эфирных масел; она имеет форму цилиндрического сосуда с тремя сетчатыми тарелками и сливными стаканами (отрезками трубы). Дефлегматор служит для конденсации части поступающих в него паров и возвращения их в виде флегмы в ректификационную колонку, а из нее — в куб. В холодильнике конденсируются пары, прошедшие дефлегматор, и охлаждается конденсат. Дефлегматор и холодильник выполнены в виде вертикальной трубчатки, по межтрубному пространству которой движутся пары, по трубному — охлаждающая вода.

Аппарат работает следующим образом. Куб на 75% емкости загружают сырьем (растительный материал и водно-спиртовой раствор, настой, морс или сок), плотно закрывают крышкой и с помощью муфт соединяют трубы 13 и 14 с ректификационной колонкой. Затем в рубашку куба подают пар и медленно нагревают его содержимое. При температуре в кубе  $75^\circ$  С пускают воду в дефлегматор, а при появлении первых капель отгона в фонарепускают воду и в холодильник, продолжая нагревание содержимого куба до кипения.

Выделяющиеся пары по трубе 13 поступают в нижнюю часть ректификационной колонки, проходят через отверстия сетчатых тарелок в верхнюю часть и по трубе 15 попадают в дефлегматор. В дефлегматоре пары преимущественно воды и других высококипящих продуктов конденсируются и по трубе 16 возвращаются в виде флегмы на верхнюю тарелку ректификационной колонки. Так как стаканы несколько выступают над поверхностью тарелок, то на них создается слой флегмы, удерживаемый давлением паров снизу. Избыток флегмы с верхней тарелки по стакану перетекает на среднюю тарелку, а с нее аналогичным путем на нижнюю.

В результате трехкратного контактирования паров с флегмой они обогащаются низкокипящими продуктами, а флегма соответственно истощается и по трубе 14 возвращается в куб. В дефлегматоре завершается укрепление паров, откуда они по трубе 17 поступают в холодильник для конденсации и охлаждения до температуры  $10-15^\circ$  С. Полученный дистиллят по трубе 18 через контрольный фонарь 5 стекает в сборники 6. В фонаре установлены спиртометр и термометр. Кроме измерения крепости отгона и температуры, фонарь служит для контроля скорости сгонки (по величине выпекающей струи).

Воздушник 19 служит для удаления в атмосферу неконденсирующихся газов и воздуха. Если их не отводить, то они постепенно накапливаются в холодильнике и нарушают нормальную его работу.

Сгонку ведут с определенной скоростью, регулируя ее подачей пара в куб и воды в дефлегматор. Обычно она не превышает 6—7 дес/ч. Ароматный спирт сгоняют при температуре 80—90° С (давление пара в рубашке куба не больше 0,025 МПа), в конце сгонки температуру поднимают до 100° С (давление в рубашке не выше 0,05 МПа).

При увеличении количества воды, подаваемой в дефлегматор, увеличивается флегмовое число и соответственно уменьшается количество отбираемого дистиллята (уменьшается скорость сгонки). Одновременно повышается крепость дистиллята, так как в дефлегматоре конденсируются большие высококипящих продуктов. Температуру отходящей из дефлегматора воды поддерживают при отборе головных фракций ароматного спирта 50—70° С, концевых 70—80° С. Средняя крепость большинства ароматных спиртов 75—80% об.

В зависимости от вида ароматного спирта головных фракций отбирают от 0,1 до 2%, концевых 30—50%, средних 50—70% от содержащейся в кубе водно-спиртовой жидкости.

Как указывалось, сборников дистиллята два. В один из них отбирают ароматный спирт, в другой — остальные погони, используемые для денатурирования спирта. Сборники снабжены смотровыми стеклами, на фасках которых нанесены деления, показывающие объем жидкости.

После отбора ароматного спирта перегонку продолжают до полного извлечения спирта из куба и прекращают, когда крепость потока в фонаре будет равна нулю. По окончании перегонки закрывают паровой вентиль, при понижении температуры воды, выходящей из дефлегматора, до 20—25° С перекрывают ее поступление в аппарат. Открывают воздушные краны на крышке и на паровой рубашке. Куб охлаждают до 50—60° С подачей холодной воды через погонную трубу холодильника и далее через дефлегматор в куб. Затем отсоединяют куб от связывающих его коммуникаций, снимают крышку, выгружают остаток переворачиванием куба.

При переработке идентичного по составу сырья куб, вставленный в него корзину, дефлегматор и холодильник тщательно промывают водой. При переработке сырья, резко отличающегося по аромату от предыдущего, куб, дефлегматор и холодильник пропаривают. Для этого в куб на  $\frac{1}{4}$  его полезной емкости набирают воду, доводят ее до кипения, пропускают водяные пары через ректификационную колонку, дефлегматор и холодильник и сбрасывают дистиллят в канализацию, минуя контрольный фонарь. Воду подают только на холодильник, поддерживая температуру отходящей воды не ниже 50° С. Пропарку заканчивают по исчезновению запаха в дистилляте. Одновременно с пропаркой конденсатора промывают и сборники-мерники.

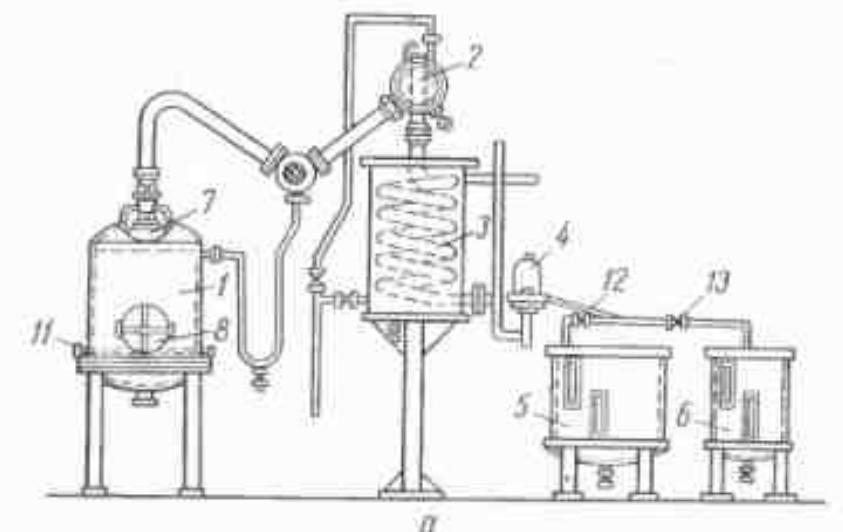
Рассмотренный аппарат имеет геометрическую емкость куба 450 л, полезную — 350 л. Поверхность охлаждения дефлегматора 0,45 м<sup>2</sup>, холодильника — 2,0 м<sup>2</sup>. Емкость каждого сборника

(мерника) 250 л. Производительность аппарата 125 л/сут. Расход пара на одну сгонку около 320 кг.

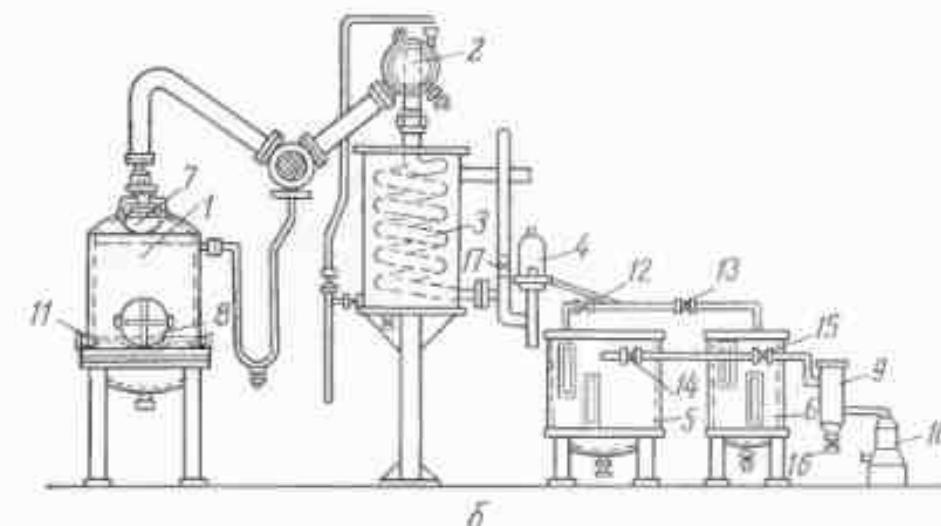
Полный оборот аппарата составляет 420 мин при следующей продолжительности отдельных операций (в мин):

Загрузка куба аппарата . . . . .	30	Разгрузка и промывка . . . . .	30
Протирка аппарата . . . . .	40	Учет и слия ароматного спирта	
Перегонка . . . . .	300	и отходов . . . . .	20

Орловский завод «Продмаш» выпускал перегонные аппараты с полезной емкостью куба 50, 100 и 200 л, в настоящее время он выпускает только аппарат с полезной емкостью 100 л (рис. 43, а). В отличие от рассмотренного выше аппарата куб его выполнен с выпуклым днищем и установлен стационарно. В нижней



а



б

Рис. 43. Перегонный аппарат для получения ароматных спиртов (а — при атмосферном давлении; б — под вакуумом):

1 — куб; 2 — дефлегматор; 3 — холодильник; 4 — контрольный фонарь; 5, 6 — сборники ароматного спирта; 7 — загрузочный люк; 8 — разгрузочный люк; 9 — лючок; 10 — выпускное устройство; 11 — эмульсия; 12—16 — трёхходовые краны; 17 — вентиль.

части находится паровой змеевик, выше которого расположено сетчатое днище. Для загрузки сырья и разгрузки куб снабжен люками. В нижней части куба установлен патрубок для спуска жидкости по окончании сгонки. Дефлектиор имеет особую шарообразную конструкцию. Аппарат марки АЛ-100 М развивает производительность 75 л за одну сгонку продолжительностью 8 ч. Давление пара (избыточное) 0,1 МПа. Расход пара 10 кг/ч; расход охлаждающей воды 50 л/ч.

Для перегонки под вакуумом применяют специальные аппараты. По опыту Пятигорского ликерно-водочного завода для этой цели могут быть приспособлены и аппараты АЛ-100М с дооборудованием их вакуум-насосом, ловушкой для улавливания паров ароматного спирта перед вакуум-насосом и герметизацией аппарата, фонаря и сборников ароматного спирта (рис. 43, б).

#### ОСОБЕННОСТИ ПОЛУЧЕНИЯ АРОМАТНОГО СПИРТА ИЗ РАЗЛИЧНЫХ ВИДОВ СЫРЬЯ

В настоящее время для большинства напитков ароматный спирт приготовляют из сушеного эфирномасличного сырья или из свежих корок цитрусовых плодов без предварительного настаивания на них водно-спиртового раствора. Сырье измельчают, загружают в куб, заливают водно-спиртовым раствором крепостью 60% об. (свежее) и 50% об. (сухое) и перегоняют. При получении ароматного спирта из свежих корок цитрусовых плодов, законсервированных крепким раствором поваренной соли, его перед измельчением корок сливают.

Измельчение всех видов сырья способствует более полному извлечению эфирных масел, а для некоторых видов сырья, например померанцевой корки, по данным П. Н. Леснова, способствует отделению в головной погон терпеповой фракции, ухудшающей качество ароматного спирта. Во избежание потерь эфирного масла от испарения сырье измельчают непосредственно перед загрузкой его в куб перегонного аппарата. Измельчение особенно необходимо для тех видов сырья, у которых эфирное масло находится во внутренней клеточной ткани (семена апина, тмина, кориандра), а не в поверхностном слое.

С целью повышения выхода ароматного спирта к сгонке приступают не сразу, а через 12—15 ч после загрузки куба сырьем и водно-спиртовым раствором.

Для некоторых напитков ароматные спирты приготовляют другими способами. Например, ароматный спирт для ликеров «Бенедиктин», «Кофейный», «Пряный», «Шоколадный», «Шоколадный крем» — из остатка сырья после отделения настоя первого сока. Его загружают в куб аппарата, заливают водно-спиртовым раствором крепостью 45% об. и отгоняют ароматный спирт.

Ароматный спирт для горькой настойки «Курская белая» приготавливают перегонкой настоев первого и второго сока.

Ароматные спирты из плодово-ягодного сырья получают перегонкой спиртованных соков или морсов первого сока. При этом крепость спиртованного сока или морса в кубе аппарата перед перегонкой доводят до 45% об. добавлением спирта или воды.

Ароматный спирт для апельсинового или лимонного ликеров на эфирном масле получают перегонкой с водно-спиртовым раствором соответственно апельсинового и лимонного эфирных масел, но в этом случае качество ароматного спирта хуже, чем из свежих корок.

Эфирные масла из разных видов сырья имеют различающиеся коэффициенты испарения и ректификации, отдельные их компоненты ухудшают качество ароматных спиртов, поэтому эти спирты отбирают из фракций, отгоняемых в начале, в середине или в конце сгонки. Так, по данным Е. Т. Подлубной, при получении ароматного спирта из корок цитрусовых плодов основная часть эфирного масла переходит в дистиллят в начале сгонки. Известно также, что при получении ароматного спирта какао вещества с ярко выраженным тонким ароматом отгоняются в конце, ароматного спирта кофе и можжевеловой ягоды — в середине. Ароматические вещества для приготовления настоек «Охотничьей», «Кориандровой» и «Тминной» отгоняются на всем протяжении, переходя постепенно и не выделяясь в отдельных фракциях. Однако наиболее ценные компоненты отгоняются в начале и в середине сгонки.

Как отмечалось, при получении ароматных спиртов из корок цитрусовых плодов фракции, отгоняющиеся в самом начале, обладают неприятным резким запахом, обусловленным терпенами. Концентрированные фракции, содержащие сесквитерпены, также имеют неприятный запах. Основной компонент этих эфирных масел — кислородные производные терпенов — отгоняются после терпенов. В других ароматных спиртах отрицательное влияние оказывают иные компоненты, поэтому очень важно в каждом случае в процессе перегонки правильно устанавливать начало и конец отбора ароматного спирта. При этом необходимо учитывать свойства ароматических веществ сырья. Например, при получении ароматного спирта из корок цитрусовых плодов основная фракция является головной и быстро отгоняется, что создает дополнительные трудности при отборе. В большинстве случаев приходится тщательно контролировать конец отгонки, так как даже незначительное попадание концентрированных фракций сильно ухудшает качество ароматного спирта.

Перевод отбора с одной фракции на другую осуществляется на основании органолептической оценки пробы, взятой из контрольного фонаря, с учетом крепости погона и объема фракции (по замеру в сборнике).

Некоторые ароматные спирты, например из корок цитрусовых плодов, какао, семян тмина, апина и кориандра, имеют лучшее качество, если перегонку ведут под вакуумом. При этом температура кипения растворов понижается и отдельные очень ценные,

по термостабильные ароматические вещества не разлагаются. Перегонку под вакуумом ведут при 48—55° С и скорости отгонки 2,5—3 дал/ч. Температуру воды, отходящей из дефлегматора, поддерживают в пределах 40—45° С, из холодильника — 32—37° С.

Как показал Л. П. Суляев, качество ароматного спирта, получаемого перегонкой лимонного, тминного и апельсинового эфирных масел с водно-спиртовым раствором, можно значительно улучшить применением полуценерывного способа. Согласно последнему в течение 6—8 ч в куб аппарата непрерывно подают эфирное масло в крепком растворе спирта, поддерживая концентрацию водно-спиртового раствора для первых двух эфирных масел 30—40% об., для третьего — 20—30 % об. Одновременно непрерывно же отбирают ароматный спирт. Указанные концентрации водно-спиртового раствора в кубе являются оптимальными, обеспечивающими в течение длительного времени отбор ароматного спирта постоянного состава и высокого качества. Кроме того, ароматный спирт имеет высокое содержание эфирного масла (1,8 г/100 мл), повышается его выход и в 6—10 раз возрастает производительность аппарата.

В настоящее время в СССР и за рубежом пряно-ароматическое сырье начинают заменять экстрактами из него, в частности экстрактами, получаемыми с помощью жидкой углекислоты. Экстракты растворяют в водно-спиртовой смеси и отгоняют ароматный спирт на периодически действующем перегонном аппарате обычным способом.

Концентрация экстракта в водно-спиртовой смеси должна быть не выше 0,2%, иначе на поверхности куба отлагаются трудно удаляемые жирные масла. Как показали исследования УкрНИИСПа, концентрацию экстракта можно повысить до 2—2,5%, если вводить в перегоняемую жидкость эмульгатор — дистеарат сахарозы — от 0,07 до 0,25% по массе (в зависимости от наименования и концентрации экстракта).

При этом ароматные спирты содержат в 10—15 раз больше эфирного масла, чем полученные существующим способом; качество их высокое.

Ароматные спирты хранят в стальных эмалированных емкостях или дубовых бочках вместимостью 10, 25, 30 дал; небольшие их количества — в 20- и 30-литровых стеклянных бутылях. По исследованиям ВНИИПрБа, при хранении ароматных спиртов в дубовых бочках потери эфирных масел составляют 0,035%, в эмалированных закрытых емкостях — 0,0026%. В последних емкостях меньше изменяется состав эфирных масел и органолептическая оценка ароматного спирта.

#### РАСХОД СЫРЬЯ И ВЫХОД АРОМАТНОГО СПИРТА

Как показывают табл. 44—46, расход сырья в расчете на 1000 дал напитка колеблется в широких пределах и зависит в основном от содержания в нем эфирных масел. Выход ароматного спирта

Таблица 44  
РАСХОД СЫРЬЯ И ВЫХОД АРОМАТНЫХ СПИРТОВ НА 1000 дал НАПИТКА

Напиток	Ароматный спирт	Загружено в куб	Выход ароматного спирта	расход сырья в расчете на 1000 дал напитка	
				к кипяченому водопроводному воду, %	к кипяченому водопроводному воду, %
Ликоры крепкие «Анисовый» «Апельсиновый»	Анисового ликера Апельсиновой корки (спе- ций)	25,5 432,0	51,0 216,0	50 50	25,5 108,0
«Апельсиновый» в бензиновом масле	Апельсинового масла	8,64	210,0	8,04	108,0
Ликера «Кристалл» «Кристалл» «Прозрачный»	Ликера «Кристалл» Ликера «Кристалл» Ликера «Прозрачный»	420,0 20,0 26,0	429,0 40,0 13,0	50 50 50	210,0 24,0 0,260
«Южный» «Шартрез»	Лимонного масла Борки ягоды (сушены) Ликера «Шартрез»	0,25 100,0 67,0	6,0 50 50	0,280 2,850 0,778	3,6 55,0 55
Ликоры десертные	Лимонного масла «Лимонный» (из эфир- ного масла)	4,00	90,0	4,0	56,0
«Мандариновый»	Лимонной корки (спе- ций)	180,0	90,0	4,05	54,0
«Мандариновый» «Апельсиновый» «Миндальный»	Мандариновой корки (спе- ций)	350,0	175,0	7,00	87,5
	Апельсиновой корки (спе- ций)	40,0	20,0	0,80	10,0
	Ликера «Миндальный»	21,5	30,0	0,412	48,0

Напитки	Ароматный спирт	загружено в куб				Выход ароматного спирта			Использование спирта в кубе, % от общего количества спирта	Общее количество спирта, л
		в/п, л	в/п, л	в/п, л	в/п, л	в/п, л	в/п, л	в/п, л		
«Кофейный»	Кофе	8,0	8,0	50	—	4,0	50	80	—	—
«Шоколадный»	Ликера «Шоколадный»	4,2	4,2	50	0,439	0,6	50	80	70	1,60
«Юбилейный»	Лимонной корки (сушеной)	40,0	40,0	50	0,800	20,0	50	80	70	0,28
	Апельсиновой корки (сушеной)	145,0	145,0	50	2,900	72,0	50	80	70	0,28
	Плодов кориандра	20,0	10,0	50	0,200	6,0	60	75	70	0,23
	Плодов айвы	20,0	10,0	50	0,600	6,0	60	75	70	0,70
Кремы	Малины свежей	820,0	90,0	45	—	45,0	50	80	—	—
«Черносмородиновый»	«Анисовой горькой»	20,4	20,0	50	0,650	12,0	60	75	70	0,375
Настойки горькие	Вишни (сушеной)	400,0	56,0	25	—	33,0	60	75	—	—
	Малины (сушеной)	220,0	38,5	25	—	21,0	55	80	—	—
«Горькая бесцветная»	Настойки	5,8	4,0	50	0,250	2,8	70	70	70	0,62
	«Горькой бесцветной»	16,0	8,0	60	0,320	4,0	50	80	75	0,60
«Кориандровая»	Мандариновой корки (свежей)	40,0	40,0	50	0,560	24,0	60	75	75	0,475
	Настойки «Кориандровой горькой»	40,0	40,0	50	0,560	24,0	60	75	75	0,420

«Кубанская любительская»	Лимонной корки (сушеной)	10,0	10,0	50	0,200	5,0	50	80	70	0,28	0,140
«Лимонная»	Помелоцветной корки (сушеной)	5,5	5,5	50	0,410	2,7	50	80	70	0,285	0,078
«Мятная»	Лимонной корки (свежей)	150,0	75,0	60	3,375	45,0	60	75	75	0,56	2,500
«Можжевеловая любительская»	Настойки «Мятной»	35,0	35,0	50	0,700	17,5	50	80	70	0,20	0,500
«Охотничья»	Можжевеловой ягоды	82,0	82,0	50	0,820	45,0	55	80	70	0,127	0,570
«Померанцевая бесцветная»	Настойки «Охотничьей»	151,0	200,0	50	3,910	120,0	60	75	75	0,254	2,930
«Тминная» горькая	Померанцевой корки	24,0	24,0	50	0,480	12,0	50	80	70	0,285	0,340
Настойки горькие 30%-ные	Настойки «Тминной горькой»	40,0	80,0	50	2,00	48,0	60	75	75	0,312	1,500
«Апельсиновая»	Апельсиновой корки (сушеной)	60,0	60,0	50	1,320	33,0	50	80	70	0,28	0,924
«Можжевеловая»	Можжевеловой ягоды	82,0	82,0	50	0,820	45,0	55	80	70	0,127	0,570
«Осенняя»	Ликера «Шартрез»	14,75	14,75	50	0,171	8,2	55	80	75	0,158	0,130
«Тминная»	Плодов тмина	32,0	64,0	50	1,60	38,5	60	75	75	0,312	1,200
Наливки и настойки сладкие	Можжевеловой ягоды	7,5	7,5	50	0,075	4,2	55	80	70	0,127	0,054
«Апельсиновая»	Апельсиновой корки (свежей)	180,0	180,0	60	3,00	45,0	50	80	70	0,55	2,500
«Тминная сладкая»	Апельсиновой корки (сушеной)	180,0	180,0	50	3,60	90,0	50	80	70	0,28	2,500
«Отличная»	Плодов тмина	20,0	40,0	50	1,00	24,0	60	75	75	0,312	0,750
	Плодов тмина	27,0	54,0	50	1,34	32,5	60	75	75	0,312	1,00

Таблица 45  
РАСХОД СЫРЬЯ И ВЫХОД НАСТОЯ ПЕРВОГО СЛИВА НА 1000 ДЕЛ НАПИТКА

Напиток	Ароматный спирт	Расход спирта, кг	Первый залив			Настой первого слив			Количество извлеченного эфирного масла, % от содержания в сырье
			количество воды-спирто-водяной смеси, л	пропорция воды-спирто-водяной смеси, %	количество сахара в спирте, г	количество сахара в спирте, г	выход спирта, %	выход спирта, %	
Ликеры крепкие «Бенедиктин»	Ликера «Бенедиктин»	37,5	22,0	50	0,895	5	15,5	65	—
«Пряный»	Ликера «Пряный»	51,0	100,0	50	0,291	3	10,0	40	25
Ликеры десертные «Кофейный»	Кофе	74,0	270,0	40	2,955	—	—	—	—
«Шоколадный»	Какао	300,0	300,0	50	—	10	225,0	75	59,0
Крем «Шоколадный»	Какао	120,0	80,0	60	—	5	48,0	60	59,0
Настойка горькая «Курская»	Настойки «Курской белой» Цветов розы	340,0	225,0	60	—	5	135,0	60	59,0
	белой акации	1,0	0,8	50	—	5	0,72	90	44,4
	черемухи	0,5	0,4	50	—	5	0,36	90	44,4
	лины	0,5	0,4	50	—	5	0,36	90	44,4
	Фиалкового корня	0,4	0,32	50	—	5	0,29	90	44,3
		0,06	0,048	50	—	5	0,04	90	48,0

Таблица 46  
ВЫХОД АРОМАТИЧНЫХ СПИРТОВ НА 1000 ДЕЛ НАПИТКА

Напиток	Ароматный спирт	Загружено в куб			Настой второго слив			Выход ароматического спирта			Количество извлеченного эфирного масла, % от содержания в сырье от фильтрации, %	Начальное содержание фильтруемого масла, % от загружаемого спирта	Весло фильтрованного масла, кг
		количество воды-спирто-водяной смеси, л	пропорция воды-спирто-водяной смеси, %	количество сахара в спирте, г	количество сахара в спирте, г	выход спирта, %	выход спирта, %	выход спирта, %	выход спирта, %	выход спирта, %			
Ликеры крепкие «Бенедиктин»	Ликера «Бенедиктин»	22,0	45	0,672	—	—	—	10,0	45—50	80	70	0,47	0,47
«Пряный»	Ликера «Пряный»	360,0	40	3,2	—	—	—	162,0	45	80	70	0,14	2,25
Ликеры десертные «Кофейный»	Кофе	300,0	45	—	—	—	—	150,0	50	80	—	—	—
«Шоколадный»	Какао	80,0	45	—	—	—	—	40,0	50	80	—	—	—
Крем «Шоколадный»	Какао	225,0	45	—	—	—	—	112,5	50	80	—	—	—
Настойка горькая «Курская белая»	Настойки «Курской белой» Цветов розы	0,72	45	0,72	100	43,4	—	—	—	—	—	—	—
	белой акации	0,36	45	0,36	100	43,7	3,0	80	50	—	—	—	—
	черемухи	0,36	45	0,36	100	43,7	—	—	—	—	—	—	—
	лины	0,29	45	0,29	100	43,7	—	—	—	—	—	—	—
	Фиалкового корня	0,04	45	0,04	100	43,7	—	—	—	—	—	—	—

при отгонке непосредственно из сырья, залитого водно-спиртовым раствором, составляет 50—70% от загруженного в куб раствора. Извлекается эфирного масла 70—75% от его содержания в сырье.

Выход ароматного спирта из остатка сырья после отделения настоя первого слина равен 45—50% от залитой в куб водно-спиртовой жидкости; извлекается около 70% эфирного масла. При перегонке настоя первого и второго слина выход ароматного спирта примерно 80%.

Содержание эфирного масла в ароматном спирте обычно составляет от 0,13 до 0,7 мл/100 мл; в ароматном спирте ликера «Шоколадного» 1,60 мл/100 мл.

Состав смеси сырья (в кг) для получения ароматного спирта, требующегося на 1000 дат некоторых напитков, приведен ниже.

#### Ликер «Анисовый»

Анис звездчатый — бадьян (плоды)	23
Анис обыкновенный (плоды)	2,5

#### Ликер «Кристалл»

Тмин обыкновенный (плоды)	300
Кориандр посевной (плоды)	60
Апельсиновая корка	60

#### Ликер «Шартрез»

Дягиль антенный (корневище, корни)	12,0
Мята перечная (листья)	2,0
Полынь горькая (листы и верхушки стеблей)	10,0
Мелисса лекарственная (листья и верхушки стеблей)	12,0
Иссоп обыкновенный (ладьевидная часть)	10,0
Гвоздика (бутоньи)	1,3
Арника горная (цветочные корзинки)	2,0
Кардамон (плоды)	1,2
Кориандр посевной (плоды)	12,0
Корица (кора)	2,6
Мускат (высушенная мякоть плодов)	2,0

#### Настойка «Анисовая»

Анис обыкновенный (плоды)	16,0
Анис звездчатый (плоды)	0,7
Тмин обыкновенный (плоды)	1,5
Кориандр посевной (плоды)	0,7
Укроп пахучий (плоды)	4,5

#### Настойка «Охотничья»

Имбирь (корневище)	20
Бальзам	10
Дягиль антенный (корневище)	10
Гвоздика (бутоньи)	10
Перец черный (плоды)	3
Перец стручковый красный	2
Монокеевская ягода	2
Кофе (плоды)	20

Анис звездчатый (плоды)	40
Лимон (корка сушеная)	30
Апельсин (корка сушеная)	34

#### Ликер «Бенедиктин»

Дягиль антенный (корневище, корни)	6,2
Мелисса лекарственная (листья и верхушки стеблей)	7,5
Мята перечная (листья)	6,2
Мускат (высушенная мякоть плодов)	6,4
Гвоздика (бутоньи)	0,2
Кардамон (плоды)	2,8
Корица (кора)	8,2

#### Ликер «Миндальный»

Гвоздика (бутоньи)	0,6
Мускат (высушенная мякоть плодов)	1,6
Миндаль обыкновенный, горький (ядро плода)	13,0
Лимон (корка сушеная)	5,0
Корица (кора)	4,2

#### Настойка «Мятная»

Мята перечная (листья)	30,0
Тмин (плоды)	5,0

### Глава VII

#### ОСНОВНЫЕ МАТЕРИАЛЫ ЛИКЕРНО-НАЛИВОЧНОГО ПРОИЗВОДСТВА И ИХ ПОДГОТОВКА

Для приготовления ликеров, наливок и настоек кроме спирта умягченной воды и полуфабрикатов (спиртованные соки, морсы настоя, ароматные спирты) используют сахар, мед, органические кислоты, эфирные масла, эссенции и другие ароматизаторы, портвейн, коньяк и красители. Раньше из сахаристых веществ использовалась крахмальная патока, но в связи с содержанием декстринов, выпадающих в осадок в присутствии спирта, она из рецептур исключена.

#### САХАР

Сахар (сахароза) входит в состав всех ликеров, кремов, наливок и сладких настоек, сообщая сладость и смягчая остроту кислого вкуса. Добавление сахара способствует ассимиляции вводимых в напитки ароматических веществ, а следовательно, окружлению их букета. Некоторым напиткам (кремы, ликеры) сахар придает свойственную им густоту (вязкость).

Для приготовления кремов, ликеров и бесцветных сладких напитков применяется рафинированный сахар-песок или сахар-рафинад, для остальных напитков — сахар-песок.