

ТЕХНОЛОГИЯ КОНЬЯКА

В. М. МАЛТАБАР

Г. И. ФЕРТМАН

ИЗДАНИЕ 2-е, ПЕРЕРАБОТАННОЕ И ДОПОЛНЕННОЕ

Издательство «ПИЩЕВАЯ ПРОМЫШЛЕННОСТЬ»
Москва • 1971

«Технология коньяка», 2-е изд.
В. М. Малтабар и Г. И. Фертман.
1971 г.

В книге описана технология коньяка, начиная от сырья и кончая выдержкой готовой продукции и использованием отходов производства.

Рассмотрены требования, предъявляемые к коньячным виноматериалам, изложены теоретические основы перегонки и практические приемы ее проведения в коньячном производстве, описаны процессы купажирования, обработки и розлива коньяка, его дегустация.

Изложена технология коньячного напитка из коньячных спиртов ускоренной выдержки.

В конце книги приводятся необходимые справочные таблицы.

Книга предназначена для инженерно-технических работников винодельческой промышленности.

Таблиц 55, иллюстраций 75, библиография — 98 названий.

Рецензент д-р техн. наук проф.

Л. М. ДЖАНПОЛАДЯН

ОТ АВТОРОВ

В последние годы коньячное производство стало одной из ведущих отраслей виноделия. Выросли кадры специалистов, включились в активную работу научно-исследовательские институты, на многих технологических участках механизированы процессы труда, созданы новые высококачественные марки коньяков. Особое внимание обращается на улучшение методов производства коньяка и повышение его качества.

В периодической печати, издаваемой в Советском Союзе и за рубежом, за годы, прошедшие после выхода первого издания «Технологии коньяка», опубликовано много ценных материалов в области теории и практики коньячного производства, а на научно-технических конференциях обсуждены и затем утверждены правила и инструкция по производству коньяка.

Назначение подготовленного авторами второго издания книги «Технология коньяка» — оказать посильную помощь специалистам коньячного производства, учащимся вузов и техникумов.

Как известно, приготовление коньяка складывается из ряда технологических операций: получение виноматериалов, их перегонка на коньячный спирт, выдержка коньячных спиртов, купаж и розлив коньяка.

В книге уделено внимание всем разделам технологии, основам теории и практики коньячного производства, а также приведены необходимые справочные материалы.

В этом издании гл. IX переработана и дополнена канд. техн. наук С. С. Азриеловичем, а в гл. X использованы материалы Л. О. Нутова (из 1-го издания), за что авторы приносят им благодарность.

ВВЕДЕНИЕ

Коньяк — это оригинальный спиртной напиток светлo-золотистого цвета, обладающий сложным ароматом с оттенками ванили и мягким гармоничным вкусом.

Для производства коньяка используется коньячный спирт, полученный путем перегонки виноградных вин с последующей выдержкой в дубовых бочках от 3 до 15 лет.

Производство вина из виноградных ягод возникло в глубокой древности, а дистилляция спирта стала известна значительно позже.

Впервые коньяк начали производить во Франции в главном городе департамента Шаранта — Коньяке. Во второй половине XV в. был изготовлен перегонный куб, получивший впоследствии название шарантского. Во время проведения на нем различного вида перегонок выяснилось, что при повторной дистилляции винный спирт укрепляется и качество его повышается. Было замечено также, что спирт, выдержанный в течение некоторого времени в дубовых бочках, приобретает янтарно-золотистую окраску, крепость его снижается и заметно улучшаются аромат и вкус.

Значительная часть вин Шаранты использовалась на перегонку с 1801 г., когда был изобретен более совершенный перегонный аппарат и улучшилась техника дистилляции — применен отбор фракций с получением коньячного спирта стабильной крепости.

В России перегонка вин существует более 200 лет, а коньяки стали выпускать в конце прошлого столетия в районах Закавказья. С этого времени и зародилась эта новая отрасль виноделия. Ее возникновение в отдельных районах России было обусловлено рядом объективных причин. С одной стороны, географическое положение За-

кавказья и других областей, отсутствие развитых путей сообщения и дешевого транспорта, изолированность от центров сбыта, а с другой — низкий уровень погребного хозяйства приводили к тому, что часть вина использовалась для перегонки на спирт.

Коньячное производство в России развивалось очень медленно и неравномерно, что в основном было связано с упадком виноградарства. Царское правительство обкладывало большим налогом крестьянские хозяйства, занимавшиеся виноградарством и виноделием, и тем самым препятствовало свободному росту этой важной отрасли сельского хозяйства на национальных окраинах. Крестьянские хозяйства не в состоянии были выплачивать непосильные налоги. Поэтому культурные сорта винограда, особенно в Молдавии и на Украине, гибли и заменялись малоценными насаждениями гибридов прямых производителей.

Кроме социальных факторов, на развитие виноградарства оказывало влияние появление филлоксеры и болезней: в 1852 г. опидума, в 1881 г. — милдью.

В 1914 г. виноградарство и виноделие вступило в тяжелую полосу застоя и разрухи. Первая мировая война лишила винодельческие районы рабочей силы и создала затруднения с транспортом, тарой и оборудованием. Из года в год уход за виноградниками ухудшался, что явилось причиной гибели их на значительных площадях. В результате этого резко снизилась урожайность, а сырьевая база сократилась почти на одну треть. Причиной упадка коньячного производства явилось также запрещение продажи алкогольных напитков с 1914 г.

Советское государство получило в наследство совершенно разрушенное виноградно-винодельческое и коньячное хозяйство. Но уже с первых лет мирного труда правительство обратило внимание на развитие виноградарства и виноделия. Так, в 1924 г. были рассмотрены вопросы, касающиеся состояния коньячного производства. Особенно большой сдвиг произошел в 1936 г., когда вся винодельческая промышленность была объединена в системе Наркомата пищевой промышленности СССР. В 1932 г. были утверждены единые технологические правила производства коньяков, а в 1940 г. разработана подробная технология.

Вопросам расширения коньячного производства и улучшения качества коньяков уделялось большое внимание и в послевоенные годы. В 1948 г. были намечены мероприятия по дальнейшему развитию производства коньяков и улучшению их качества: были выделены районы и сорта винограда для производства коньячных виноматериалов, разработаны новые правила приготовления ординарных и марочных коньяков, намечено переоборудование заводов и оснащение их новой техникой.

В четвертой и пятой пятилетках вступили в строй мощные коньячные заводы в Ереване, Тбилиси, Одессе, Тирасполе и Бельцах, которые по своему оснащению и архитектурной композиции не знают себе равных в мире.

Создание прочной сырьевой и технической базы и рост винодельческой промышленности в целом позволили резко увеличить производство коньяков, что видно из следующих данных.

Выработка коньяков в СССР (в тыс. дал) по годам

	1940	1945	1950	1960	1965	1968
РСФСР	48	10	62,0	143	519,0	643
Украинская ССР . . .	26	1	32,0	194	413,0	493
Молдавская ССР . . .	2	—	26,0	283	504,0	739
Грузинская ССР . . .	47	28	73,0	298	445,0	471
Армянская ССР	63	35	98,0	311	386,0	396
Азербайджанская ССР	77	27	97,5	248	339,0	380
Узбекская ССР	8	—	6,5	24	52,0	55
Прочие республики . .	—	—	14,0	1	57,0	98

Общая выработка коньяка в 1940 г. составляла 268 тыс. дал, в 1950 г. 409 тыс. дал, в 1960 г. 1502 тыс. дал, в 1965 г. 2715 тыс. дал, в 1966 г. 2932 тыс. дал, в 1968 г. 3275 тыс. дал, а фонды выдержанных спиртов — 8 млн. дал.

В нашей стране установилась своя технология приготовления коньяка. Выпускаемые коньячными заводами ординарные (три, четыре и пять звездочек) и марочные коньяки готовятся исключительно из выдержанных коньячных спиртов.

Несмотря на установление общей технологии для одинаковых марок коньяков, выпускаемых разными заводами, в каждой из этих марок сохраняется различие в аромате и букете, что обусловлено особенностями сортов

винограда, почвенно-климатическими условиями и опытом виноделов.

За последние годы для каждого винодельческого района определены сырьевая зона и перечень сортов винограда для производства коньяков высокого качества.

В Российской Федерации коньячные спирты вырабатываются в Дагестанской АССР, Ставропольском крае из сортов винограда Алыч терский, Нарма, Сильванер, Ркацители и в Краснодарском крае из сорта Плавай.

В Молдавской ССР используются сорта Сильванер, Ркацители, Алиготе, Фетяска, Плавай, Серексия, а для ординарных коньяков 3 звездочки — гибриды прямые производители.

Насаждения указанных сортов винограда культивируются в северной части республики, на левобережье Днестра и в Кодрах.

В Украинской ССР основное коньячное производство сосредоточено в Одесской и Херсонской областях. Используются сорта винограда Плавай, Клерет, Серексия. Перспективными районами производства коньячных виноматериалов являются северостепная часть Крымской области (сорта Тербаш и Шабаш) и районы Закарпатья.

В Армянской ССР коньячные спирты вырабатываются из сортовых виноматериалов: Кахет, Мсхали, Гарандмак, частично — Арени в Арташатском, Веденском, Октемберянском районах.

В Грузинской ССР коньячные виноматериалы готовят из сортов винограда Ркацители, Мцване, Чинури, Цицка, Буера и др. Главными районами производства их являются: Восточная Грузия (Кахети, Верхний Картели) и микрорайоны Западной Грузии (Варциха, Маяковский, Зугдиди, Цхакая).

В Узбекской ССР имеются все условия для развития коньячного производства. Для этой цели выделяются благоприятные районы Ташкентской, Кашка-Дарьинской и Сурхан-Дарьинской областей и рекомендуются сорта винограда Баян-Ширей, Бахтиори, Паркент и др.

Широкие возможности для производства коньяков имеются в Казахской, Киргизской, Туркменской и Таджикской ССР.

За последнее время много внимания уделялось разработке теоретических вопросов — обоснованию подбора

сортов винограда, перегонке виноматериалов на коньячный спирт, выдержке спиртов и производству коньяков.

В области теоретических исследований и практического улучшения технологии производства коньяка советская наука опережает другие страны мира.

Качество коньяков ежегодно улучшается, на международных дегустациях они получают золотые и серебряные медали.

В мае 1965 г. в Москве состоялась научно-техническая конференция, которая выработала основные правила производства коньяков и технологические инструкции по производству и контролю качества коньяка. Эти правила и инструкции утверждены Министерством пищевой промышленности СССР и вошли в силу с 1 января 1966 г.

В ноябре 1968 г. в Ереване была проведена четвертая научно-техническая конференция по коньячному производству. На ней были заслушаны сообщения о состоянии коньячного производства в стране и путях его прогресса. На конференции отмечалось значительное улучшение качества марочных коньяков и ставились вопросы о путях повышения качества ординарной продукции.

Некоторые материалы этих конференций отражены в книге.

ГЛАВА I СОРТА ВИНОГРАДА КОНЬЯЧНОГО НАПРАВЛЕНИЯ

Для производства виноградных вин и других спиртных напитков, получаемых из технических сортов винограда, опытным путем и на основе научных исследований выделены и определены высокоурожайные сорта винограда, наиболее подходящие для каждого винодельческого района по направлениям и типам изготавливаемой продукции.

Для коньячного производства в старых районах исторически сложился сортимент, наиболее отвечающий основным требованиям, необходимым для получения коньяков высокого качества.

ТРЕБОВАНИЯ, ПРЕДЪЯВЛЯЕМЫЕ К СОРТАМ ВИНОГРАДА КОНЬЯЧНОГО НАПРАВЛЕНИЯ

Следует отметить, что в основу подбора сортов винограда и их районирования ранее был положен один основной принцип — получение виноматериалов высокой кислотности. Высокое содержание титруемых кислот связывалось с образованием во время перегонки вина ряда веществ, необходимых для создания букета коньяка. Присутствию других компонентов в ягоде не уделялось должного внимания, поэтому для перегонки часто использовали, а иногда и сейчас используют виноматериалы из сортов винограда, не отвечающих требованиям коньячного производства.

Как показали исследования В. И. Нилова и В. М. Малтабара, для сложения букета и вкуса коньяка особое значение имеют ароматические вещества винограда. Из всех веществ, входящих в состав ягод винограда, только небольшая группа переходит в вино и коньячный спирт,

это — ароматические вещества, обуславливающие неповторимую специфику аромата ягод. Они входят в сложную композицию букета виноградного виноматериала, которую до сих пор не удалось имитировать искусственно или воспроизвести при использовании какого-либо другого сырья.

Эти ароматические вещества ягоды играют в сложении букета и вкуса коньяка важную роль.

Ароматические вещества в ягодах винограда содержатся в очень малых количествах, тем не менее значение их велико: они характерны для отдельных сортов винограда и придают им специфические качества, оттеняя при этом их высокие вкусовые достоинства.

Ароматические вещества представляют собой одну из тех специфических групп веществ, которые отличают виноград от других плодов, а виноградное вино — от других спиртных напитков. Происхождение и состав ароматических веществ еще мало изучены. За последнее время Е. Н. Датунашвили (1952—1955 гг.) выделила и идентифицировала ароматические вещества группы шампанских сортов. Полученные ею данные показывают, что эти сорта винограда содержат спирты жирного ряда, такие, как гексилловый, гептиловый, и их эфиры. Как показали Сале и Вильсон, в винограде сортов *Vitis labrusca* имеется метилантранилат в количестве до 3,8 мг/л.

Качественная характеристика спиртов, полученных из различных сортов винограда, показала, что первичные ароматические вещества, перешедшие во время перегонки в дистиллят, оказывают различное влияние на его вкусовые достоинства. Так, например, коньячные спирты из сорта Сильванер и Ркацителли обладают тонким плодово-цветочным ароматом, гармонирующим с букетом коньяка.

В. П. Краснокутским была дана высокая оценка сорту Ркацителли. Полученные из этого сорта спирты он рекомендовал использовать в шампанском производстве. В Грузии готовят высококачественные марочные коньяки (Енисели, ОС и др.) из виноматериалов сорта Ркацителли.

Спирты из сортов Фоль-бланш, Кахет, Плавай, Алый терский имеют плодовой аромат и развитый вкус, свойственный качественному коньяку. Спирты из гибридов прямых производителей — Зейбеля-1 и Золотого луча —

имеют слабовыраженные табачные тона, которые не свойственны коньякам высокого качества. Спирты из мускатных сортов имеют легкие мускатные тона, также не типичные для коньяков.

При нагревании вина до температуры выше 80°C А. Д. Лашихи наблюдал разрушение ароматических веществ, в результате чего вино приобретало нейтральные тона.

Исследования показывают, что в период дистилляции виноматериала, полученного из сорта Мускат белый, большое значение имеет продолжительность кипячения. Неполная потеря аромата происходит при кипячении виноматериала более 3 ч. Но в связи с тем, что ароматические вещества имеют явно выраженный головной характер, т. е. наибольшая концентрация их наблюдается в головной и частично в первых порциях средней (коньячной) фракции, а в хвостовой их почти нет, они успевают перейти в дистиллят. При перегонке виноматериала по шарантской схеме и на колонных аппаратах в коньячном спирте был ясно выражен мускатный аромат.

Многие сорта винограда (Фоль-бланш, Мсхали, Плавай и др.) обладают слабым ароматом, в то время как ягоды их иногда содержат больше ароматических веществ, чем сорта с ясно выраженным ароматом.

Следовательно, лучшие сорта винограда для производства коньяков высокого качества должны обладать цветочным ароматом типа Сильванер, Ркацителли или нейтральными тонами, близкими к аромату сортов Фоль-бланш, Плавай, Алый терский, Кахет и др.

Опыт французского коньячного производства и отдельных исследователей показал, что наиболее тонкие коньяки получают из белых или розовых сортов винограда. В спиртах из густоокрашенных сортов, таких, как Кудерк 4401 и другие, при приготовлении виноматериалов по белому способу всегда обнаруживаются уваренные тона.

Н. М. Сисакином и И. А. Егоровым было показано наличие связи между качеством коньяка и показателем экстинкции: чем выше коэффициент экстинкции при длине волны 275—280 нм, тем лучше качество коньяка.

Помимо ароматических веществ, как указывают Е. Л. Минджоян и Г. И. Фертман, большое значение в

сортовых особенностях винограда имеют экстрактивные вещества (дубильные, азотистые соединения, углеводы и др.). При исследованиях, выполненных на сортах Кахет, Воскеат, Баян-Ширей, Ркацители с применением спектрофотометрического метода анализа, были получены кривые поглощения света в ультрафиолетовой области спектра молодым коньячным спиртом, приготовленным по одной и той же технологии. Во всех четырех образцах виноматериалы были близкие по кислотности и спиртуозности, однако показатели экстинкции были различны.

Коньячный спирт сортов Воскеат и Кахет дает максимум поглощения в ультрафиолетовой области спектра при длине волны 270 — 275 нм, а сорт Баян-Ширей — при длине волны 265 — 270 нм. Следовательно, сорта Кахет и Воскеат должны были дать коньячные спирты лучшего качества, что и было подтверждено дегустацией. Следует отметить, что в этих образцах содержалось больше свободных аминокислот — 101,4 и 94 мг/л, чем в Ркацители и Баян-Ширей, — 72 и 66 мг/л.

Г. И. Фертман и Е. Л. Мнджоян установили с помощью спектрофотометрических исследований, что при выдержке виноматериала на дрожжах в коньячном спирте наблюдается максимум поглощения при длине волны, свойственной высококачественным коньякам (около 275 нм).

Таким образом, сорта винограда коньячного направления должны быть высокоурожайными, иметь цветочный или нейтральный аромат и белую или розовую окраску ягод, достаточное содержание свободных аминокислот.

РАЙОНИРОВАНИЕ И ПОДБОР СОРТОВ

Районирование коньячного производства в России складывалось стихийно, без каких-либо научных обоснований. Не уделялось также внимания подбору сортов винограда для производства коньяков и методам их культивирования. Только в годы Советской власти районирование было поставлено на научную основу.

Качество коньяка находится в прямой зависимости от состава и качества виноматериала, взятого для перегонки, а сложение виноматериала в свою очередь определяется сортовыми признаками винограда. Сортоспецифичности лучше всего проявляются в тех случаях, когда сор-

ту соответствуют условия его развития, особенно при благоприятном климате и почве.

По данным Раваза, Бодуэна и Делемана, в районах коньячного производства Франции настолько большое значение придают почве, что цены на виноматериалы, предназначенные для производства коньяка, определяют-ся в зависимости от характера почвы, на которой выращивается виноград.

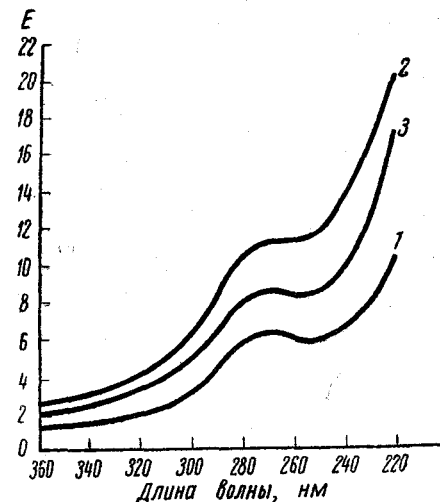


Рис. 1. Спектрофотометрическая характеристика коньячного спирта, полученного из винограда сорта Ркацители, выращенного в разных районах:

1 — Кварельском, 2 — Гурджаанском, 3 — Больниси.

Наилучшие коньяки получаются в районе Большой Шампани, южнее города Коньяк, возле реки Не. Почвы этого района содержат до 35% известняка, а подпочва меловая. Малая Шампань расположена южнее, почвы более богатые, содержание извести в них меньше (20—30%). Район Бордери севернее г. Коньяк, почвы здесь чисто глинистые, много солей железа, содержание извести колеблется от 0 до 15%. Из указанных трех районов, в которых культивируется в основном сорт Фоль-бланш, наиболее высокого качества коньяки получают в Большой Шампани; уступающие им в аромате и вкусе коньяки производятся в районе Бордери.

Изложенное не дает поэтому оснований утверждать, что повышенная кислотность виноматериалов может существенно повлиять на качество коньячного спирта вследствие увеличения содержания эфиров.

Характеризуя качество вина, Риборо-Гайон отмечает, что прежде склонны были относить сложные эфиры к соединениям, наделенным ярко выраженным запахом, и приписывать им значительную роль в образовании букета вина. Однако эта точка зрения должна быть целиком пересмотрена.

Такого же мнения придерживается и Геймон. Специальными опытами он показал, что средние или кислые эфиры этилового спирта, исключая образованные только из одноосновных кислот, не обладают ни особым запахом, ни специфическим вкусом.

Отмеченные особенности эфиров могут быть в известной степени отнесены к оценке их с точки зрения участия в сложении качества коньяка. Поэтому считать высокую кислотность основным показателем состава ягоды, определяющим сорт и район его культуры, было бы неправильно. Тем более нецелесообразно для сохранения высокой кислотности практиковать ранние сборы винограда. Исследования Кишиневского филиала института «Магарач» показали, что собирать виноград следует при полной (или физиологической) зрелости ягод, когда они содержат значительное количество сахара и обладают оптимальной кислотностью, а для многих сортов — максимальным содержанием ароматических веществ.

Так, например, полная зрелость в средней зоне Молдавии наступает для местных сортов винограда Плавай, Гальбина при сахаристости 16—18% и кислотности 7—8 г/л, для сортов Сильванер, Ркацители и Алиготе — при сахаристости 17—20% и кислотности 7—10 г/л.

Кондиционные показатели для сбора установлены практикой для многих районов коньячного производства. Сорт Ркацители в Кварельском районе Грузинской ССР собирают при сахаристости 17—19% и кислотности 7—10 г/л. В более южных районах нашей страны, например в Арташатском районе Армении, сбор сортов Мсхали и Кахет проводится при сахаристости 16—20% и кислотности 5—6 г/л.

Несмотря на низкую кислотность виноматериалов, в Армении готовят оригинальные и высококачествен-

ные коньяки, конкурирующие с образцами северных районов.

Опытные данные показывают, что период полной зрелости винограда длится 5—7 суток, после чего ягода начинает перезревать и в результате интрамолекулярного дыхания абсолютное количество сахара в ней снижается. Установлено также, что при перегонке виноматериалов, приготовленных из перезревшего винограда, коньячные спирты получаются низкого качества, без достаточного аромата и не гармоничные во вкусе.

Чтобы повысить выход и качество коньячных спиртов в тех случаях, когда данным сортом заняты небольшие площади, сбор должен проводиться при наступлении полной зрелости ягод. Когда же одним сортом засажены большие массивы, целесообразно начинать сбор за 2—3 суток до наступления полной зрелости, не допуская перезревания ягод.

Виноград гибридов прямых производителей, используемых в коньячном производстве Молдавии и Украины для выработки виноматериалов, следует собирать при содержании сахара 16% и более. В этот период зрелости ягоды содержат меньше неприятных «лисых» тонов, наличие которых ухудшает качество коньяка.

Ниже (табл. 1) приводятся данные о влиянии сроков сбора винограда на выход коньячного спирта.

Для установления сроков сбора необходимо следить за ходом созревания винограда, которое сопровождается внешними и внутренними изменениями.

Внешние изменения состоят в том, что в начале созревания ягоды размягчаются и окраска их изменяется.

Определение зрелости винограда по одним внешним признакам недостаточно. В этот период необходимо организовать наблюдение за динамикой накопления сахара и снижения кислотности. Однако виноделов должно интересовать не только количественное изменение сахара и кислотности, но также накопление красящих и ароматических веществ. Определение сахаристости и кислотности проводится систематически в средних пробах, отбираемых через каждые 2—3 дня с определенного участка и сорта. Динамика созревания винограда характеризуется постепенным увеличением сахаристости и понижением кислотности. После накопления известного количества сахара, что зависит от сорта и погодных усло-

Таблица 1

**Выход коньячного спирта из 1 т винограда
в зависимости от сроков сбора**

Сорт винограда и срок сбора	Крепость вина, % об.	Выход коньячного спирта	
		дал безводного спирта	%
<i>Плавай</i>			
Первый	8,4	48,38	100
Второй	9,84	56,67	117,1
<i>Серексия</i>			
Первый	9,58	55,17	100
Второй	10,84	62,43	113
<i>Зейбель № 1</i>			
Первый	9,55	55,0	100
Второй	10,75	61,85	112,4
Третий	11,82	68,08	123,6

Примечание. Второй срок сбора — при физиологической зрелости. Выход сусла принят в 72 дал/т, выход коньячного спирта I сорта — 80%.

вий в период созревания, сахаристость на некоторое время перестает повышаться или увеличивается мало, а кислотность начинает понижаться медленнее.

Графически (рис. 2) это можно изобразить двумя линиями: восходящей (сахаристость) и нисходящей (кислотность). На графике также приводится кривая, характеризующая степень зрелости ягоды, которую можно назвать «показателем зрелости». Этот показатель может быть определен по методу А. В. Короткевича. Для этого каждый раз из отобранной пробы винограда отсчитывают 100 ягод и определяют их средний вес (*B*), который умножается на сахаристость (*C*). Полученная величина (*K*) в ходе созревания изменяется. У сорта Алиготе эта величина достигает максимума при сахаристости 18% и кислотности 8,5 г/л, т. е. при наступлении полной зрелости. В дальнейшем содержание сахара в ягоде винограда увеличивается не за счет жизнедеятельности куста, а за счет испарения влаги и частичного заизюмливания ягоды.

Ягоды многих сортов, таких, как Фетяска, Плавай, Серексия, Сильванер, бывают подвержены загниванию, что связано с климатическими условиями.

Отбор проб винограда. Для наблюдения за ходом созревания винограда отбирают пробы (через 2—4 суток).

Для получения средней пробы виноградник разбивают на участки, однородные по насаждениям и экспозициям. Участки проходят по диагонали и срезают грозди с каждого четвертого — шестого куста и режут (в зависимости от величины участка) на различной высоте и с раз-

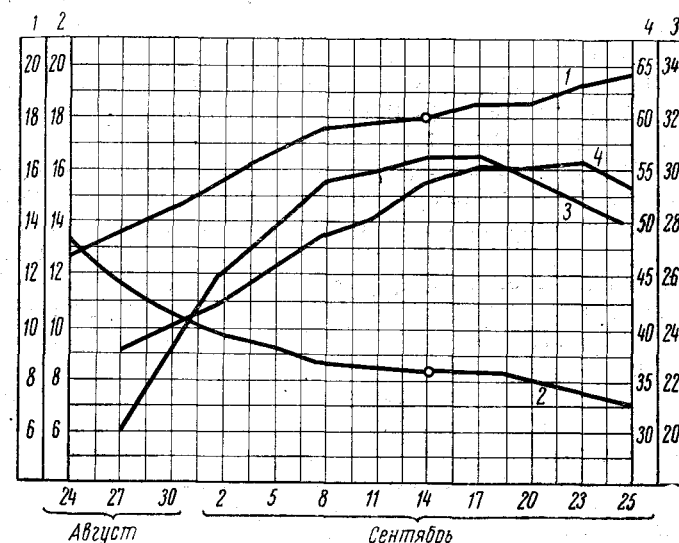


Рис. 2. Изменение состава ягод сорта Алиготе при созревании (по данным Кишиневского филиала института «Магарач», 1954 г.):

1 — сахаристость, %, 2 — титруемая кислотность, г/л, 3 — ароматические вещества, усл. ед., 4 — показатель зрелости ягод *K*.

ных сторон куста по освещенности. С участка отбирают по 2—3 кг винограда и помещают его в отдельные пакеты, отмечая на них сорт и место отбора пробы.

В лаборатории ягоды отрывают от гребней, переносят в эмалированную или стеклянную посуду и разминают. Мезгу помещают в лабораторный пресс и отжимают. Сусло собирают в цилиндр, дают ему отстояться в течение 1—2 ч, затем сливают с гущи в другой цилиндр и проводят определение содержания сахара и кислотности.

По мере накопления сахара в ягоде и приближения сахаристости и кислотности к кондициям, установленным для данного сорта винограда, лаборатория предупреждает хозяйство о дне сбора урожая.

СБОР И ТРАНСПОРТИРОВКА ВИНОГРАДА

Сбор винограда для производства коньячных виноматериалов надо проводить с учетом мощности винодельни, чтобы виноград не залеживался до следующего дня.

Виноград следует собирать по сортам. Различают сбор сплошной и выборочный. Первый применяется чаще в тех случаях, когда виноград на массиве однородный, а созревание протекает равномерно. Выборочным сбором пользуются при наличии на участке различных, неодновременно созревающих сортов. На разных участках созревание наступает неравномерно. Сбор начинают на том участке, где виноград созревает раньше.

Собранный виноград складывают в корзины или ящики вместимостью 10—15 кг. Весь инвентарь, употребляемый для сбора, ежедневно в конце рабочего дня промывают 1—2%-ным раствором соды, ополаскивают чистой водой и в течение ночи просушивают.

Во время сбора проводят тщательную сортировку, так как наличие больных гроздей отрицательно сказывается на качестве получаемого виноматериала. Почти все болезни винограда вызывают заражение виноматериала и образование в нем неблагоприятных летучих примесей, которые при перегонке переходят в дистиллят и придают ему неприятные тона в аромате и вкусе.

Перевозят виноград на автомашинах-самосвалах, автомашинах с установленными «лодками», на платформах, в ящиках и корзинах.

Самосвалы с металлическими кузовами и «лодки» внутри покрываются кислотоупорным лаком. В течение сезона проводят проверку целостности покрытия и в случае необходимости подновляют его.

При перевозке виноград накрывают брезентом. Доставленный на заводы виноград сразу же перерабатывают. Интервал между сбором винограда и началом его переработки должен быть не более 2 ч.

ГЛАВА II

КОНЬЯЧНЫЕ ВИНОМАТЕРИАЛЫ

Приготовление коньячных виноматериалов в общих чертах имеет много сходного с приготовлением виноматериалов для виноградных столовых вин, однако технология их производства имеет свою специфику, и поэтому к ним предъявляются требования, от соблюдения которых зависит качество будущих коньяков.

ТРЕБОВАНИЯ, ПРЕДЪЯВЛЯЕМЫЕ К КОНЬЯЧНЫМ ВИНОМАТЕРИАЛАМ

К коньячным виноматериалам предъявляются следующие основные требования.

Цвет — для виноматериалов из белых сортов винограда светло- или золотисто-соломенный с зеленоватым оттенком, для виноматериалов из красных сортов — светло-розовый или телесный.

Аромат — чистый, соответствующий сорту или группе сортов, без посторонних тонов.

Вкус — чистый. Виноматериал должен быть легкий, малоэкстрактивный освежающий. В аромате и вкусе не допускаются гребневые, плесневые, уксусные или другие порочные тона, а также тона изабелльные, мускатные и привкусы, не свойственные сортам винограда коньячного направления.

Прозрачность — виноматериал может быть мутноватым от примесей дрожжей.

Кондиции — по крепости — не менее 8% об., по содержанию сахара не более 0,1%, общая кислотность не менее 4,5 г/л, количество летучих кислот — не более 1,5 г/л. Содержание дрожжей должно быть в пределах 1—3%, а сернистого ангидрида (общее количество) не более 10 мг/л.

Эти требования вызываются следующими причинами.

Большинство веществ, обуславливающих порочные тона во вкусе и аромате виноматериалов, отгоняется вместе с этиловым спиртом, т. е. при перегонке не удаляются и переходят в погон — коньячный спирт, делая его непригодным к выдержке и изготовлению коньяков. Перегонка концентрирует компоненты исходных виноматериалов, поэтому для получения коньячного спирта нельзя использовать больные и порочные виноматериалы.

Присутствие несброженного сахара снижает выход коньячного спирта и, кроме того, при кипячении виноматериала придает ему посторонние тона, напоминающие колер, что отражается на вкусе спирта. Следует учитывать, что сахар очень затрудняет утилизацию коньячной барды при извлечении из нее виннокислотных соединений. Помимо этого несброженный сахар делает виноматериалы нестойкими к различным заболеваниям, так как является питательной средой для многих болезнетворных микроорганизмов, особенно тогда, когда в этой среде отсутствует антисептик — сернистая кислота.

Применение сернистой кислоты, обязательное на всех этапах общего виноделия, в производстве коньячных виноматериалов не допускается. При наличии сернистой кислоты в виноматериале, подвергаемом перегонке, происходит образование тиозфиров (например, сернистого этила), обладающих резким, неприятным и неустраняемым запахом. Кроме того образуется сернистая медь, которая также переходит в коньячный спирт.

Избавиться от сернистого ангидрида при перегонке не удается. При первой перегонке на шарантском аппарате в погон переходит 40—50% SO₂. При повторной перегонке это количество распределяется следующим образом: в головную фракцию переходит 3—5%, в коньячный спирт 20—25%, в хвостовую фракцию 4—5%; в барде остается до 8% и из воздушника улетучивается до 10—15% SO₂.

Исследования показывают, что 75—80% сернистого ангидрида в коньячном спирте находится в связанном состоянии (очевидно, в основном с альдегидами).

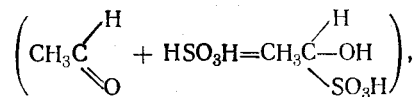
В процессе старения коньячного спирта общее количество сернистой кислоты постоянно уменьшается: в первый год на 6—7%, во второй — на 3—5%, причем это

уменьшение происходит только за счет свободного SO₂.

Особую опасность представляет попадание в сусло серы (при окуливании бочек), которая во время брожения образует сероводород. Сероводород при перегонке переходит в пары и, соединяясь с этиловым спиртом, дает этилмеркаптан (C₂H₅OH + H₂S = C₂H₅SH + H₂O) — вещество с крайне неприятным запахом, который ощущается даже при концентрации 1 : 450 000.

Поэтому опыливание виноградников серой против иодума прекращают за 2 недели до сбора урожая. Если же на гроздьях остается сера, то их целесообразно до переработки подвергнуть промывке.

Как указывает Прокопью, при выдержке коньячных спиртов в дубовой таре сернистая кислота оказывает отрицательное действие на их созревание и развитие букета. Она входит в различные соединения, которые имеют кислотный характер. Соединяясь с ацетальдегидом и образуя альдегидсернистые соединения



она задерживает окислительные процессы. Окисляясь, свободная сернистая кислота переходит в серную — очень сильную кислоту. Само присутствие серной кислоты придает спиртам жестковатость, которая ощущается во вкусе.

Во Франции сернистый ангидрид в производстве коньячных виноматериалов не применяется. В Америке (Калифорния) он применяется в широких масштабах, но до перегонки виноматериалы десульфитируют. Как показали многие зарубежные опыты, удаление сернистой кислоты из виноматериалов оказывается довольно сложным делом. Кроме того, используемые для десульфитации материалы отрицательно влияют на ароматические органические вещества и образуют в спирте нежелательные продукты.

Сернистая кислота корродирует металлические части дистилляционной аппаратуры и быстро выводит ее из строя, а также увеличивает содержание металлов в спирте.

Действующая инструкция Главвино от 1954 г. по изготовлению коньячных виноматериалов допускает при-

менение сернистого ангидрида только при отстаивании сусла. При этом предполагается, что в дальнейшем, при брожении, переливках и хранении виноматериалов, сернистый ангидрид почти полностью улетучивается и в коньячный спирт переходит самое незначительное его количество.

Проведенные В. М. Малтабаром исследования показали, что в случае применения сернистого ангидрида в количестве 70—120 мг/л, т. е. в дозах, дающих антисептический эффект при отстаивании и хранении виноматериалов, 20—25% от исходного количества его переходит в коньячный спирт, вызывая все отмеченные выше нежелательные явления.

При дозах SO_2 менее 70 мг/л применение его бесполезно, так как не обеспечивает достаточного антисептического действия при отстаивании сусла.

Отстаивание сусла, или, вернее, его осветление, предусматривается с целью снизить в нем содержание частиц кожицы и мякоти, обогащающих сусло пектиновыми веществами (пектином) — очень сложными по составу и строению полисахаридами. Они содержат метакислые группы и при гидролизе в процессе брожения сусла образуют метиловый спирт, что крайне нежелательно.

Вместо сульфитации сусла целесообразно практиковать отстаивание его на холоду и осветлять центрифугированием или фильтрацией.

Осветление сусла целесообразно еще и потому, что процесс брожения развивается в нем медленнее, а это очень важно для получения здоровых и высококачественных виноматериалов с развитым естественным ароматом.

Кроме того при сбраживании осветленного сусла образующиеся в виноматериале осадки состоят в основном из дрожжей, которые могут быть частично использованы при перегонке. В случае сбраживания неосветленного сусла, содержащего 8—10% мякоти ягоды, кожицы и других ее частей, дрожжи не используются.

Во время переработки винограда следует обращать внимание на снижение содержания в сусле красящих и дубильных веществ, так как присутствие их в больших количествах отрицательно сказывается на качестве спиртов. В них появляются неприятные тона уваренности, что наблюдается наиболее часто при перегонке густоокрашенных виноматериалов на аппаратах с двумя

дефлегмационными тарелками. Причины этого, как указывают Джослин и Америкин, не вполне ясны. Можно предположить, что длительное настаивание в процессе переработки и брожения на мезге приводит к извлечению нежелательных веществ, таких, как пальмитиновая, стеариновая, олеиновая, линолевая и другие жирные кислоты и углеводы, источником которых является воскоподобный налет на ягодах — прюин. Эти вещества могут переходить при перегонке в дистиллят, сообщая ему неприятные тона и опалесценцию (частично разлагаясь, жирные кислоты образуют акролеин с очень неприятным запахом).

Коньячные виноматериалы готовят по белому способу, с быстрым отделением сусла от мезги. Этим методом достигаются слабая окраска и малая экстрактивность получаемых виноматериалов.

Наличие дрожжей в коньячных виноматериалах способствует увеличению содержания в них высококипящих компонентов, таких, как энантовый эфир. Установленная норма содержания дрожжей в размере 1,0%, очевидно, взята эмпирически, из опыта перегонки виноматериалов в Шаранте на аппаратах с огневом обогревом. Действительно, при большем содержании и перегонке на аппаратах с огневом обогревом дрожжи пригорают.

Как показали опыты Л. О. Нутова, при перегонке виноматериалов на аппаратах с паровым обогревом содержание дрожжей может быть увеличено. При этом коньячный спирт получается лучшего качества и с большим содержанием эфиров (энантового), придающих дистилляту мыльные тона. Эти тона, по мнению В. П. Краснокутского, при выдержке спиртов способствуют развитию тонкого аромата и мягкого вкуса.

Работы Е. Л. Мнджояна по исследованию влияния дрожжей на состав и качество коньячных спиртов показали (табл. 2), что при содержании дрожжей до 1% химический состав спиртов мало изменяется, а при 2% и более значительно возрастает содержание альдегидов, ацеталей, общих эфиров, высших спиртов и фурфурола. В спиртах явно выделяется сложный аромат, а во вкусе ощущаются мыльные тона.

Работы Молдавского НИИПП (Б. В. Липис, В. М. Малтабар, З. А. Мамакова, Ж. М. Фролова и др.) по исследованию коньячных спиртов методом газо-жид-

Таблица 2

Влияние дрожжей на химический состав коньячного спирта

Вариант опыта	Крепость, % об.	Титруемая кислот- ность, г/л	Альдегиды	Ацетали	Фурфурол	Общие эфиры, мг-экв, л	Высшие спирты	Метиловый спирт
			мг/л				г/л	
Исходное вино	9,5	4,5	52	8,2	0,0	2,0	0,7	0,05
Погон из вина без дрожжей	31,0	0,29	116,6	23,6	2,0	5,2	0,7	0,09
Погон из вина с дрожжами								
0,7%	30,2	0,58	121,0	23,6	4,0	5,5	1,29	0,12
0,8%	30,4	0,73	114,4	38,3	5,0	6,7	1,29	0,15
1,2%	30,8	0,78	114,4	28,6	5,0	7,0	1,6	0,15
Коньячный спирт без дрожжей	66,9	0,18	371,8	129,8	8,0	4,5	1,3	0,12
Коньячный спирт с дрожжами	67,7	0,15	244,2	76,7	10,0	5,0	4,2	0,09

костной хроматографии показали, что основными компонентами энантового эфира являются: этилкаприлат, этилкапринат, этиллаурат, этилмеристат и др. Установлено, что с повышением количества дрожжей их содержание возрастает.

ПРОИЗВОДСТВО КОНЬЯЧНЫХ ВИНМАТЕРИАЛОВ И ИХ ХРАНЕНИЕ

Коньячные виноматериалы готовятся на пунктах первичного виноделия по различным технологическим схемам. Наиболее распространенная схема расстановки технологического оборудования включает: эграпомпу или дробилку ЦДГ-20, стекатель, пресс непрерывного действия. По этой схеме полностью механизирован процесс переработки винограда, однако в сусле остается до 15—20% осадка.

Применяется также более простая схема, в которой используется эгутфор и пресс ПНД-5. В данном случае гребни не отделяются и создают хороший дренажный

слой. Производительность пресса при этом снижается на 10%, а количество осадка — до 8—9%. Очень хорошие результаты дает линия ВССШ-20.

В Алжире пользуются схемой, проверенной в Молдавии Л. О. Нутовым. Она состоит из пресса непрерывного действия, который работает как эгутфор (с малым давлением на выходе выжимки), и дожимного гидравлического пресса.

При такой компоновке оборудования в сусле остается до 7% осадка, но использование гидравлического пресса не позволяет полностью механизировать переработки винограда.

Во Франции в зоне коньячного производства при изготовлении виноматериалов запрещено применение шнековых прессов непрерывного действия. Не применяются также дрожжи чистой культуры. На перегонку направляют мутный, неосветлившийся виноматериал.

В принятых правилах производства коньяков рекомендуется на прессах непрерывного действия отбирать сусло из первого и второго рожка на коньячные виноматериалы, а из третьего и четвертого рожков использовать для крепления.

В дальнейшем сусло осветляется центрифугированием или отстаиванием, но без применения сернистого ангидрида. Для предупреждения забраживания сусло отстаивают при температуре 8—10°С в течении 12—15 ч. При отсутствии центрифуг применяют кратковременное 6—8-часовое отстаивание.

Чем полнее проведено отстаивание сусла, тем менее активно происходит брожение, а следовательно, в большей степени сохраняется в виноматериале сортовой аромат, что очень важно для получения высококачественных виноматериалов.

При непрерывном брожении целесообразно применять спиртоловушку конструкции Г. А. Павлова, которая позволяет улавливать не только спирт, но и ароматические вещества, возвращаемые впоследствии в виноматериал.

Во время брожения очень важно следить за температурным режимом, особенно при использовании крупных емкостей, в которых температура сусла достигает 32°С и выше. Это приводит к значительным потерям сортового аромата и неполному сбраживанию сахара.

Работы Молдавского НИИП по сбраживанию сусле при различных температурах показали, что состав получаемых виноматериалов неодинаков (табл. 3). Это особенно заметно при повышении температуры до 30°С и выше, когда получают недоброды и возрастает содержание летучих кислот.

Таблица 3

Состав виноматериалов, сброженных при разных температурах

Температура брожения, °С	Крепость, % об.	Титруемая кислотность	Летучие кислоты	Альдегиды	Общие эфиры	Высшие спирты
		г/л		мг/л		
15	13,8	6,5	0,25	14,0	529	522
25	13,9	6,5	0,68	28,9	509	535
30	13,9	6,5	0,74	30,2	489	492
35	13,2	6,7	1,02	30,9	460	457

Для снижения температуры бродящей массы применяются выносные теплообменники, а также обычные приемы, известные в столовом виноделии.

Дрожжи очень чувствительны к понижению температуры в конце брожения, когда в сусле остается 1,5—2% сахара. Чтобы избежать недобродов, принимают меры для повышения температуры до 18—20°С путем использования тех же теплообменников.

Особый интерес представляет механизированная линия В-КС-100 для переработки винограда на коньячный спирт, которая внедряется на предприятиях Молдавии (рис. 3).

Линия производительностью по переработке винограда 100 т/сутки предназначена для винпунктов средней мощности. Ее производительность может быть значительно выше. Линия состоит из трех участков: дробильно-прессового, бродильного и дистилляционной установки. На первом участке виноград дробится и отделяется от гребней на дробилке ЦДГ-20; мезга поступает в стекатели системы Водянского и в пресс ПНД-5. Самотек, I и II фракции подаются насосом на кратковременное отстаивание, после чего поступают на фильтр-пресс. После фильтр-пресса в сусле остается до 6% осадка вместо 20—22.

На втором участке сусло подается в напорный резервуар, из него самотеком попадает в бродильную батарею, состоящую из 8 резервуаров. Когда наполнится первый резервуар, в сусло задают 2—3% (по объему) дрожжей чистой культуры и после сбраживания, которое наступает через 20—24 ч, пускают батарею в ход.

Расход сусле регулируется ротаметром, а температура — теплообменниками, установленными в начале батареи и в четвертом резервуаре.

Перегонка виноматериалов проводится на непрерывно действующей дистилляционной установке.

Практика показала, что при использовании данной линии снижаются потери сырья и улучшается качество спирта.

Обычно перегонка виноматериалов завершается к 1 мая следующего за урожаем года, однако опыт передовых предприятий Союза и зарубежные данные показывают, что более качественные спирты можно получать из молодых малоосветленных виноматериалов.

При отсутствии сернистого ангидрида в вино-

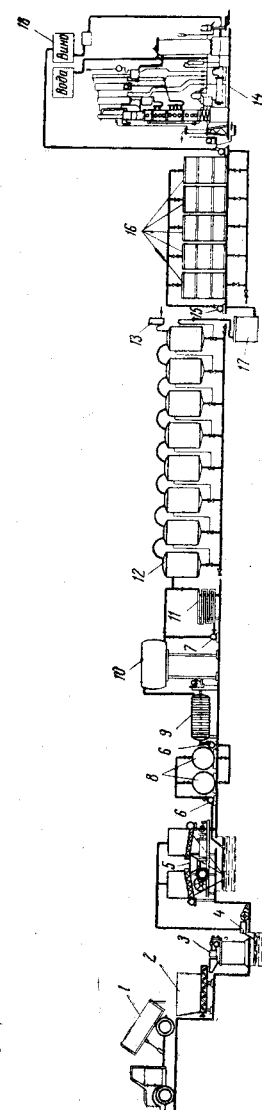


Рис. 3. Схема поточно-механизированной линии В-КС-100 переработки винограда на коньячный спирт.

1 — автосамосвал, 2 — приемный бункер, 3 — дробилка-гребнеотделитель, 4 — мезговой насос, 5 — пресс ПНД-5, 6 — насос для сусле, 7 — цистерны, 8 — фильтр-пресс, 9 — напорная цистерна, 10 — теплообменник, 11 — теплообменник, 12 — бродильные резервуары, 13 — спиртоловушка, 14 — спиртоловушка, 15 — насос для виноматериала, 16 — амфоры для виноматериала, 17 — сборник виноматериала, 18 — напорный бак.

материалах и длительной их выдержке значительно увеличивается количество альдегидов и эфиров, что отрицательно сказывается на качестве спиртов.

Коньячные виноматериалы нужно хранить в крупной таре: металлических цистернах, железобетонных амфорах. Крупные емкости имеют преимущество не только в смысле сокращения потерь, но виноматериал в них в меньшей степени обогащается кислородом и менее под-

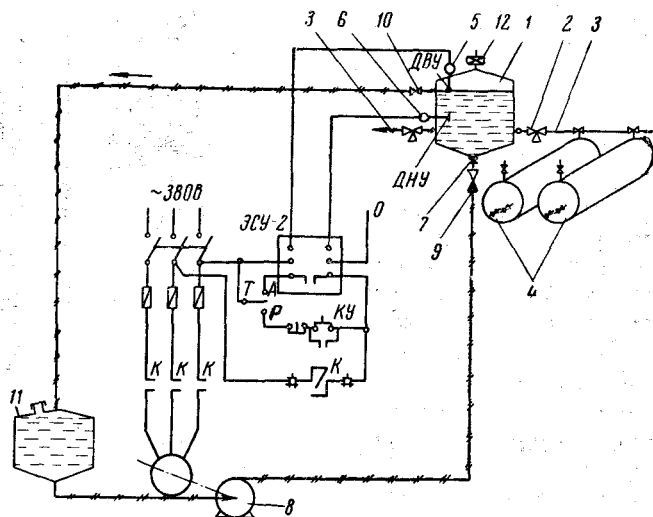


Рис. 4. Схема автоматического способа доливки виноматериалов (МНИИПП).

вержен заболеваниям, а также физико-химическим изменениям.

Уход за коньячными виноматериалами такой же, как и за столовыми виноматериалами. Особенно тщательно и вовремя нужно проводить доливку виноматериалов.

В настоящее время при хранении виноматериалов применяют автоматический способ доливки, разработанный В. А. Шмелевой и Т. И. Кудрицкой (рис. 4). Этот метод испытан в производственных условиях и дал положительные результаты. Он может быть использован и при уходе за коньячными виноматериалами.

Автоматическая доливка применяется для группы герметических резервуаров, снабжения компенсатором

1 с биодиффузором 12 и электронным управлением насосом.

Компенсатор оборудуется фланцевыми штуцерами, в которые монтируется два трехходовых крана 2 (к кранам присоединяется винопровод 3, соединенный с цистернами 4); двумя штуцерами для установки емкостных датчиков 5, 6; электронным сигнализатором уровня; штуцером с краном 7 в дне компенсатора для соединения последнего с насосом 8; между компенсатором и насосом установлен обратный клапан 9, препятствующий поступлению виноматериала в насос при выключении его. В верхней части компенсатора устанавливается штуцер с краном 10, через который виноматериал при расширении сливается в емкость 11 с виноматериалом, предназначенный для доливки. На крышке компенсатора монтируется биодиффузор СП-6/15 с краном для очистки воздуха от микробиологических загрязнений. Компенсатор снабжен люком для мойки и смотровым стеклом.

При хранении виноматериалов нельзя допускать их замерзания или нагревания до температуры 25—30°С, так как в том и в другом случае качество их ухудшается.

Под качеством виноматериалов следует понимать не только вкусовые особенности, но и наличие посторонних тонов: «мышинного», плесневого, лакового, керосинового, повышенное содержание сернистого ангидрида. В сильно осветленные виноматериалы рекомендуется перед перегонкой вносить свежие дрожжи (полученные после сбраживания осветленного сусла) в объеме 1—2% и перемешивать их.

Отдельные, наиболее ценные компоненты виноматериалов, накопленные в них при производстве и хранении, должны быть полностью переведены в коньячный спирт при перегонке.

Л. Раваз приводит следующие данные о составе шарантского виноматериала, предназначенного для перегонки (в г/100 л).

Спирты			
этиловый	10 000	акриловый и	
пропиловый . . .	10	другие	0,199
бутиловый	55	глицерин	60
амиловый	27	изобутиленгли-	
гексилловый . . .	0,109	коль	50
гептиловый . . .	0,081		

Кислоты

уксусная . . .	1,009
пропионовая и масляная . .	0,909
другие высшие	0,999
винная	177—143
минеральные	100—380

лоты	0,154
пеларгоновой кис- лоты	0,809
каприновой кис- лоты	0,636
лауриновой кис- лоты	0,472
других кислот . .	0,180

Эфиры

уксусной кислоты	0,836
пропионовой, мас- ляной, каприно- вой и энантовой кислот	0,545
каприловой кис-	

Сахар и пекти- новые веще- ства	1000
Фурфурол . . .	Следы
Уксусный аль- дегид	1,33
Зольные эле- менты	240

За последнее время в виноматериалах обнаружены и другие вещества, переходящие в дистиллят во время перегонки и участвующие в сложении качеств коньячного спирта.

ГЛАВА III

ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ПЕРЕГОНКИ

Виноматериал по химическому составу представляет собой продукт, в состав которого входят вода (около 89%), этиловый спирт (около 10,5%) и другие вещества (примеси этилового спирта около 0,5%). Путем перегонки из виноматериала получается или коньячный спирт-сырец, или непосредственно коньячный спирт.

Перегонка представляет собой процесс, при котором разделяемая жидкая смесь нагревается до кипения и образующийся пар отбирается и конденсируется. В результате получают жидкость, состав которой отличается от состава первоначальной смеси.

Процесс разделения жидких смесей перегонкой основан на том, что жидкости, составляющие смесь, обладают различной летучестью, т. е. при одной и той же температуре обладают различной упругостью паров.

Состав пара, а следовательно и состав жидкости, получающейся при конденсации пара, будет несколько отличаться от состава начальной смеси. При наличии двух компонентов легколетучего компонента в паре будет содержаться больше, чем в перегоняемой жидкости. При перегонке происходит полное или частичное разделение смеси на составляющие ее компоненты.

Известны простая перегонка и ректификация. Простая перегонка (дистилляция) — это разделение смеси легколетучих веществ, содержащей примеси нелетучих или труднолетучих веществ. Простая перегонка проводится путем постепенного испарения жидкости, кипящей в перегонном кубе, с непрерывным удалением образующихся паров из системы. При этом может происходить частичное разделение компонентов.

В процесс простой перегонки при постепенном испарении жидкости как в дистилляте, получающемся при

конденсации пара, так и в остатке смеси, находящемся в кубе, по мере протекания процесса относительное содержание легколетучего компонента постепенно уменьшается.

Простую перегонку чаще всего проводят с дополнительным обогащением дистиллята легколетучим компонентом при помощи дефлегмации — за счет некоторого охлаждения паров воздухом или водой. При этом происходит частичная конденсация паров и некоторое обогащение их более летучим компонентом. Получаемый конденсат (флегма) стекает обратно в куб.

В большинстве случаев при помощи простой перегонки не удается достичь необходимой полноты разделения перегоняемой смеси и приходится прибегать к процессу ректификации.

Ректификация — широко распространенный способ наиболее полного разделения смесей летучих жидкостей, частично или полностью растворимых одна в другой. Ректификация представляет собой перегонку, которая сопровождается взаимодействием поднимающихся паров со стекающей навстречу им флегмой.

Ректификация проводится на колонных аппаратах, служащих для укрепления дистиллята. В этих аппаратах осуществляется как бы многократно повторяемая простая перегонка.

В колонных перегонных аппаратах непрерывного действия, предназначенных для выработки коньячных спиртов, частично протекает процесс ректификации, позволяющий непосредственно получать из раствора слабой концентрации (виноматериал) укрепленный дистиллят (коньячный спирт) в достаточно чистом виде.

ОСНОВЫ ФАЗОВОГО РАВНОВЕСИЯ ЖИДКИХ СМЕСЕЙ

Веществами, преобладающими в составе виноматериала и сырого коньячного спирта, являются вода и этиловый спирт. Остальные вещества (альдегиды, кислоты, эфиры, высшие спирты, ацетали и др.) содержатся в ничтожно малых количествах. Поэтому при рассмотрении процессов, протекающих в перегонных аппаратах, смеси, подвергаемые перегонке, можно условно рассматривать как двухкомпонентные системы.

Если вследствие теплового движения молекул из жидкости в паровое пространство в единицу времени переходит столько же молекул, сколько их перемещается обратно из пара в жидкость, то между жидкой смесью, заключенной в замкнутом сосуде, и находящимся над ней паром устанавливается подвижное фазовое равновесие.

Если жидкая смесь состоит из двух компонентов, полностью растворимых один в другом, то в процессе перегонки упругость паров жидкого компонента понижается и общее давление паров смеси, температура кипения и концентрация пара не являются постоянными; они изменяются в зависимости от изменения состава жидкой смеси.

Водно-спиртовая смесь состоит из жидкостей, взаиморастворимых в любых отношениях, обладающих при некотором определенном составе постоянной температурой кипения, меньшей, чем температура кипения чистых компонентов, составляющих смесь, т. е. принадлежит к смесям, обладающим минимальной температурой кипения.

Упругость паров спирта и воды. Для разделения смеси нескольких веществ путем перегонки необходимо, чтобы состав пара отличался от состава жидкости, из которой он образовался. Если отдельные вещества обладают летучестью, то все они присутствуют в выделяющихся парах. При этом соотношение их в парах отличается от соотношения в жидкости. Согласно первому закону Д. П. Коновалова, пар, находящийся в равновесии с раствором, всегда содержит в избытке по сравнению с жидкостью тот компонент, добавление которого при неизменной температуре увеличивает общее давление пара. Если при одной и той же температуре две жидкости имеют различную упругость пара, то это позволяет достичь их разделения путем перегонки, при которой отдельные продукты получают в результате конденсации паров, выделяющихся из перегоняемой жидкости.

Упругость паров спирта при любой температуре значительно превышает упругость паров воды (табл. 4).

Вследствие значительно большей упругости паров спирта при испарении его водных растворов содержание спирта в парах больше, чем в испаряемой жидкости. Так,

Таблица 4

Упругость паров спирта и воды (в мм рт. ст.)

Температура, °C	Упругость паров		Температура, °C	Упругость паров	
	спирта	воды		спирта	воды
0	12,24	4,57	110	2359,8	1075,37
10	23,77	9,14	120	3223	1491,28
20	44,0	17,36	130	4320	2030,28
30	78,06	31,51	140	5666	2717,63
40	133,42	54,87	150	7326	3581,23
50	219,82	91,98	160	9366	4651,62
60	350,2	148,89	170	11856	5961,66
70	540,9	233,31	180	14763	7546,92
80	811,8	354,87	190	18178	9442,70
90	1186,5	525,47	200	22164	11688,96
100	1692,3	760,00			

при температуре 100°C упругость паров этилового спирта 1692,3 мм рт. ст., а паров воды 760 мм рт. ст.

Температура кипения смесей спирта и воды зависит от их количественного соотношения в смеси. Так как температура кипения воды при нормальном давлении равна 100°C, а чистого этилового спирта 78,3°C, то с возрастанием содержания спирта в жидкости, подвергаемой перегонке, температура кипения приближается к точке кипения чистого спирта. С понижением содержания спирта температура кипения смеси повышается, доходя до 100°C при полном освобождении перегоняемой смеси от спирта.

Равновесие между составом жидкой и паровой фаз.

Для характеристики процесса перегонки особое значение имеют данные о равновесии между жидкой и паровой фазами системы, которую подвергают перегонке. Знание состава паров, которые получают при определенном давлении из перегоняемой жидкости известного состава, также необходимо для расчета перегонных аппаратов. Соотношение между содержанием спирта в водно-спиртовых смесях, точкой кипения этих смесей и содержанием спирта в парах, выделяющихся из них при кипении, были предметом многочисленных исследований и хорошо изучены.

Если в прямоугольной системе координат по оси абсцисс отложить содержание спирта в жидкости, а по оси ординат — содержание его в парах, то можно построить кривую, показывающую соотношение между содержанием спирта в жидкости и парах, называемую кривой равновесия для смеси этиловый спирт — вода (рис. 5).

По мере увеличения содержания спирта в жидкости возрастает и содержание его в парах, но это возрастание не пропорционально. Кроме того, примерно на среднем участке кривой появляется характерный прогиб.

Из данных табл. 5 видно, что при повышении содержания спирта и перегоняемой жидкости возрастание содержания спирта в выделяющихся парах по сравнению с жидкостью уменьшается и соответственно уменьшается степень достигаемого укрепления — величина коэффициента укрепления.

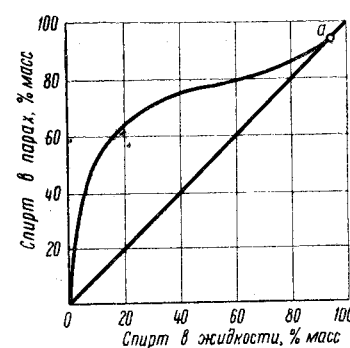


Рис. 5. Кривая равновесия для смеси этиловый спирт — вода.

Таблица 5

Содержание безводного спирта в жидкости и парах (в % масс.)

Спирт в жидкости	Спирт в парах	Коэффициент укрепления	Спирт в жидкости	Спирт в парах	Коэффициент укрепления
1,0	10,5	10,50	20	65,5	3,27
2,0	18,5	9,25	30	71,2	2,37
3,0	26,3	8,76	40	74,0	1,85
4,0	31,2	7,80	50	76,7	1,53
5,0	36,0	7,20	60	78,9	1,37
6,0	39,8	6,63	70	81,7	1,16
7,0	43,3	6,18	80	85,5	1,03
8,0	46,3	5,78	90	91,2	1,01
9,0	49,2	5,46	95,57	95,57	1,0
10,0	51,6	5,16			

Из рассмотрения изменения количественных соотношений составных частей в процессе перегонки можно заключить, что спирт испаряется легче, чем вода, вследствие чего спиртовые пары и, следовательно, получаемый отгон — дистиллят — содержит больше спирта, чем пере-

гоняемая жидкость. На этом основано выделение спирта из водно-спиртового раствора путем перегонки, так как спирт выделится раньше, чем испарится содержащаяся в растворе вода. Путем повторной перегонки можно укреплять полученный погон, однако по достижении (при нормальном давлении) крепости 97,2% об., или 95,5% масс., повторная перегонка уже не даст дальнейшего укрепления дистиллята. Выделяющиеся пары имеют такой же состав, как и жидкость, из которой они образовались. В данном случае получилась нераздельно кипящая (азеотропная) смесь этилового спирта и воды (температура кипения ее при нормальном давлении 78,15°С), которая ведет себя как однородное вещество — состав паров одинаков с составом жидкости.

До тех пор пока состав пара водно-спиртового раствора не достиг максимума, перегонка протекает согласно первому закону Д. П. Коновалова. В точке же максимума вступает в действие второй закон Д. П. Коновалова, согласно которому в точках максимума и минимума на кривых давления пара составы жидкой и паровой фаз совпадают (азеотропная точка).

Азеотропная точка не остается постоянной при любом внешнем давлении и в соответствии с правилом М. С. Вревского понижается с понижением давления (температуры) в сторону более высоких крепостей спирта. Поэтому при температуре кипения ниже 33°С можно перегонкой водно-спиртовых смесей получить безводный спирт.

Сложная перегонка. Если подвергнуть простой (однократной) перегонке водно-спиртовой раствор и конденсировать выделяющиеся пары, то можно легко установить, что крепость конденсата будет вначале высокой, а затем вследствие уменьшения крепости перегоняемой жидкости будет постепенно снижаться. Средняя крепость погона всегда выше исходной крепости подвергнутого перегонке раствора. Из данных табл. 5 можно видеть, что однократной перегонкой смеси, содержащей 8% масс. (соответствующих 10% об.) спирта, может быть получен погон крепостью 46,3% масс. (соответствующих 54,1% об.) и потребуются провести более пяти повторных перегонок, чтобы получить погон крепостью 95,5% об.

В начале развития техники перегонки с целью укрепления спиртовых погонов прибегали к повторной пере-

гонке их в том же кубе. В дальнейшем стали применять несколько кубов, устанавливаемых один над другим и соединяемых между собой. Перегоняемая жидкость загружалась в верхний куб, а из нижнего отводилась освобожденная от спирта отработавшая жидкость.

Достижение на практике необходимой крепости путем одной только повторной перегонки нецелесообразно вследствие длительности такого процесса и значительной затраты тепла. Поэтому для большего укрепления спирта стали устанавливать над кубом дефлегматор.

Для перегонки в условиях коньячного производства наиболее часто применяется одна из разновидностей сложной перегонки — простая перегонка с дополнительным обогащением дистиллята при помощи дефлегмации. Спиртовые пары поступают в дефлегматор, где они частично конденсируются в виде жидкости, называемой флегмой, и стекают в куб. Затем жидкость, подвергнутая укреплению, вновь испаряется. Спиртовая смесь низкой концентрации, находящаяся в кубе, имеет более высокую температуру кипения, чем стекающая в нее флегма, содержащая большее количество спирта.

Дальнейшим шагом вперед в области перегонки было появление в 1801 г. перегонного аппарата с паровым обогревом, выполненного в виде колонны, разделенной по высоте тарелками на несколько отделений.

Перегонный аппарат, в котором имеются тарелки, представляет собой по существу соединение нескольких отдельных простых перегонных аппаратов. В колонных перегонных аппаратах укрепление спиртовых паров достигается при помощи процессов ректификации и дефлегмации. В колонном перегонном аппарате происходит многократная повторная перегонка, сопровождающаяся частичным превращением паров в жидкость — конденсацией паров, т. е. ректификация. Спиртовые пары направляются в дефлегматор. Затем жидкость снова испаряется за счет тепла спиртовых паров.

Таким образом, внутри перегонного аппарата образуются два потока, движущихся навстречу: спиртовые пары, направляющиеся вверх, и водно-спиртовая смесь, стекающая вниз. Спиртовые пары низкой концентрации имеют более высокую температуру кипения, чем стекающая флегма, содержащая значительное количество спирта. Поэтому спиртовые пары охлаждаются флегмой и

частично превращаются в жидкость, но флегма нагревается до кипения, выделяя пары, содержащие больше спирта, чем флегма. Спиртовые пары, проходя снизу вверх через тарелки аппарата, на каждой из них постепенно обогащаются спиртом и все более укрепляются, а водно-спиртовая смесь по мере движения вниз становится более бедной спиртом, отдавая постепенно часть его поднимающимся навстречу парам.

Испарение спирта из погона спиртовой жидкости, стекающей по тарелкам колонны, может происходить лишь тогда, когда спиртовая жидкость приходит в соприкосновение с парами, имеющими более высокую температуру кипения и, следовательно, более бедными спиртом. Полное же истощение спиртовой жидкости может быть достигнуто только с помощью водяных паров, не содержащих спирта.

Дефлегмация. При частичной дефлегмации паров охлаждением происходит разделение на жидкую часть более низкой крепости (флегма) и парообразную часть более высокой крепости, направляемую в холодильник.

В то время как холодильник конденсирует все поступающие в него пары, дефлегматор конденсирует лишь часть поступающих в него паров, которые в виде флегмы питают колонну. Остальное количество паров поступает в холодильник в виде спиртовой жидкости из аппарата. Процесс дефлегмации сопровождается некоторым повышением крепости спиртовых паров, отходящих из дефлегматора, однако укрепляющее действие дефлегматоров, применяемых при перегонке коньячных спиртов, очень мало.

Зависимость между содержанием спирта в жидкости и в парах может быть выражена, как показала Ю. Е. Фалькович, в виде следующей формулы:

$$y = \frac{x}{a + bx},$$

где x — содержание этилового спирта в жидкости, % об.;

y — содержание этилового спирта в парах, % об.;

a и b — постоянные коэффициенты.

По данным Ю. Е. Фалькович, коэффициент b для всех случаев перегонки равен 0,0104, а коэффициент a изменя-

40

Таблица 6

Величины коэффициентов укрепления при различных коэффициентах дефлегмации (а)

Содержание спирта в жидкости, % об.	Содержание этилового спирта (а % об.) в дистилляте, полученном на аппаратах				Коэффициенты укрепления на аппаратах			
	двукратной перегонки (шарантского типа) $a = 0,067$	двукратной перегонки (система Петрова) $a = 0,057$	однократной перегонки с двумя тарелками $a = 0,035$	ПУ-500 $a = 0,025$	двукратной перегонки (шарантского типа)	двукратной перегонки (система Петрова)	однократной перегонки с двумя тарелками	ПУ-500
40	83,0	84,6	—	—	2,07	2,11	—	—
35	81,2	83,1	—	—	2,32	2,37	—	—
30	79,1	81,3	—	—	2,64	2,71	—	—
25	76,4	78,9	—	—	3,06	3,16	—	—
20	73,0	75,0	—	—	3,65	3,75	—	—
15	67,5	69,7	—	—	4,50	4,67	—	—
10	58,5	62,0	72,0	73,14	5,85	6,20	7,20	7,34
8	53,0	57,5	68,0	70,8	6,63	7,20	8,50	8,85
6	46,0	50,8	—	67,2	7,67	8,43	—	11,2
4	37,0	43,0	—	58,7	9,25	10,70	—	14,67
2	23,0	25,7	35,2	41,4	11,50	12,85	17,60	20,7
1	12,9	12,9	—	21,7	12,90	14,90	—	21,7

ется в зависимости от дефлегмационного устройства перегонного аппарата.

Коэффициент a , или коэффициент дефлегмации, различен для аппаратов однократной и двукратной перегонки. Для аппарата двукратной перегонки (шарантского типа) $a=0,067$, для аппарата двукратной перегонки системы Петрова $a=0,057$, а для аппарата С. И. Зорабяна (ПУ=500) $a=0,025$, для аппарата однократной перегонки с двумя тарелками $a=0,035$.

Чем меньше значение коэффициента дефлегмации, тем больше коэффициент укрепления при любом содержании спирта в исходной жидкости. При меньшей величине коэффициента дефлегмации происходит большее укрепление спиртовых паров (табл. 6).

Таким образом, коэффициент дефлегмации до известной степени характеризует количественную сторону процесса.

Если в приведенной выше формуле величину a приравнять нулю (предельная дефлегмация), то формула приобретет вид:

$$y = \frac{1}{0,0104} = 96,15\% \text{ об.}$$

В этом случае при любом содержании спирта в кипящей жидкости содержание спирта в дистиллате будет составлять 96,15% об., что примерно соответствует крепости азеотропной смеси (нераздельнокипящая смесь системы этиловый спирт — вода содержит спирта 97,2% об., или 95,57% масс.), когда выделяющиеся пары имеют такой же состав, как и жидкость, из которой они образовались.

ПОВЕДЕНИЕ ДРУГИХ ЛЕТУЧИХ ВЕЩЕСТВ ПРИ ПЕРЕГОНКЕ

В состав виноматериалов и сырого коньячного спирта входят некоторые летучие вещества, которые при перегонке переходят в дистиллят.

Летучие компоненты вина (альдегиды, ацетали, высшие спирты, эфиры, фурфурол, метиловый спирт и др.) имеют различную температуру кипения и обладают различной растворимостью в водно-спиртовых растворах. Все эти вещества хорошо растворимы в чистом этиловом спирте, но не все хорошо растворимы в воде.

Порядок перехода отдельных летучих компонентов виноматериала в отгон из водно-спиртового раствора зависит не только от температуры кипения их, но и от растворимости в водно-спиртовых растворах.

Температура кипения. Если расположить основные летучие вещества, содержащиеся в виноматериалах и сыром спирте, в порядке возрастания температур кипения, то получим следующую картину (табл. 7).

В зависимости от температуры кипения все летучие примеси можно разделить на две группы: низкокипящие и высококипящие.

К низкокипящим примесям относятся первые семь веществ, из перечисленных в табл. 7, характеризующиеся более низкой температурой кипения, чем этиловый спирт. Главные легкокипящие примеси: уксусный альдегид, муравьиноэтиловый, уксуснометиловый и уксусноэтиловый эфиры.

К высококипящим примесям относятся вещества, имеющие более высокую температуру кипения, чем этиловый спирт (78,3° С).

К числу основных высококипящих примесей относятся: высшие спирты (пропиловый, изобутиловый, изоамиловый), фурфурол, эфиры (изомасляноэтиловый, изовалериановоэтиловый, уксусноизоамиловый) и кислоты (уксусная, пропионовая, масляная, изовалериановая).

Коэффициент испарения. В основе очистки спирта от сопутствующих ему летучих веществ — примесей — при помощи перегонки лежит различие коэффициентов испарения.

Коэффициентом испарения K называют отношение содержания спирта y_a или примеси y_n в паре к содержанию спирта x_a или примеси x_n в жидкости в момент установления равновесия.

Для спирта $K_a = y_a : x_a$; для примеси $K_n = y_n : x_n$.

Коэффициент испарения показывает степень укрепления спирта или примеси при простой однократной перегонке. Поэтому для спирта он также носит название коэффициента укрепления. В табл. 8 приведены величины коэффициентов укрепления спирта, которые с повышением содержания спирта в кипящей жидкости непрерывно понижаются, оставаясь все же величиной, большей единицы (до образования нераздельнокипящей смеси при 97,2% об.).

Таблица 7

Характеристика примесей

Вещество	Температура кипения, °С	Химическая формула	Краткая характеристика летучих веществ (жидкостей)
Уксусный альдегид . .	20,8	C_2H_4O	Бесцветный с резким неприятным запахом
Пропиловый альдегид	50,0	C_3H_6O	
Акролеин	55,6	C_3H_4O	Резкий запах
Муравьиноэтиловый эфир	54,1	$C_3H_6O_2$	Приятный запах
Уксуснометиловый эфир	56,6	$C_3H_8O_2$	То же
Метиловый спирт . . .	65,0	CH_4O	»
Масляный альдегид . .	75,0	C_4H_8O	Резкий неприятный запах
Уксусноэтиловый эфир	77,0	$C_4H_8O_2$	Приятный запах
Этиловый спирт . . .	78,3	C_2H_6O	Слабый запах и жгучий вкус
Пропиловый спирт . .	97,4	C_3H_8O	Приятный острый запах
Вода	100,0	H_2O	—
Ацеталь	102,9	$C_6H_{14}O$	Острый запах
Изобутиловый спирт	108,4	$C_4H_{10}O$	Сильный запах, жгучий вкус
Изомасляноэтиловый эфир	101,1	$C_{10}H_{12}O_2$	Приятный запах
Бутиловый спирт . .	117,5	$C_4H_{10}O$	То же
Уксусная кислота . .	118,1	$C_2H_4O_2$	Резкий запах
Масляноэтиловый эфир	121,0	$C_{10}H_{12}O_2$	Приятный запах
Амиловый спирт оптически деятельный	128,0	$C_5H_{12}O$	Неприятный удушливый запах
Изоамиловый спирт	132,0	$C_5H_{12}O$	
Изовалериановоэтиловый эфир . . .	134,3	$C_7H_{14}O_2$	Приятный запах
Уксусноизоамиловый эфир	137,6	$C_7H_{14}O_2$	Приятный запах
Пропионовая кислота	140,9	$C_3H_6O_2$	То же
Гексиловый спирт . .	157,2	$C_6H_{14}O$	»
Фурфурол	162,0	$C_5H_4O_2$	Запах горького миндаля
Масляная кислота . .	162,8	$C_4H_8O_2$	Неприятный запах прогорклого масла

Продолжение табл. 7

Вещество	Температура кипения, °С	Химическая формула	Краткая характеристика летучих веществ (жидкостей)
Изовалериановая кислота	177,0	$C_5H_{10}O_2$	Неприятный запах
Изовалерианово-изоамиловый эфир	190,0	$C_{10}H_{20}O_2$	Приятный запах
Капроновая кислота	205,0	$C_6H_{12}O_2$	То же
Энантовая кислота . .	223,5	$C_7H_{14}O_2$	»
Каприловая кислота .	237,5	$C_8H_{16}O_2$	»

В табл. 8 приведены коэффициенты испарения этилового спирта и некоторых его примесей.

Коэффициенты испарения отдельных примесей весьма различны и изменяются с изменением содержания спирта в кипящей жидкости.

Если содержание спирта в жидкости менее 55% об., то коэффициенты испарения для всех приведенных в табл. 8 веществ больше единицы. При содержании же этилового спирта в кипящей жидкости более 55% об. коэффициент испарения для изоамилового спирта становится меньше единицы. Таким образом, в этом случае изоамилового спирта будет содержаться в парах меньше, чем в подвергаемой перегонке смеси. При содержании этилового спирта в кипящей жидкости более 65% об. коэффициент испарения изовалериановоизоамилового эфира будет меньше единицы. То же имеет место для уксусноизоамилового эфира при содержании этилового спирта более 72% об., для изовалериановоэтилового эфира при содержании спирта более 87% об. и для изомасляноэтилового эфира более 92% об. Для остальных, приведенных в табл. 8 веществ коэффициент испарения больше единицы независимо от содержания этилового спирта в перегоняемой жидкости. Следовательно, содержание этих веществ в парах всегда больше, чем в кипящей жидкости.

Величины коэффициентов испарения некоторых летучих веществ установили Ю. Е. Фалькович и Е. Л. Миджоян при перегонке спирта-сырца на различных аппаратах, применяемых в коньячном производстве.

В табл. 9 приведены данные, полученные ими для уксусного альдегида, высших спиртов, ацетала и фурфуро-

Коэффициенты испарения этилового спирта и его примесей

Содержание этилового спирта, % об.	Коэффи- циент испарения этилового спирта, K_a	Коэффициенты испарения примесей, $K_{пр}$									
		изопропиловый спирт	изопропиловый спирт	уксусно- этиловый спирт	дифе- нитовый спирт	изопропиловый спирт	дифе- нитовый спирт	уксусно- этиловый спирт	уксусно- этиловый спирт	уксусно- этиловый спирт	уксусно- этиловый спирт
10	5,10	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
15	4,10	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
20	3,31	5,63	—	—	—	—	—	—	—	—	—
25	2,68	5,55	—	—	—	—	—	—	—	—	—
30	2,31	3,00	—	—	—	—	—	—	—	—	—
35	2,02	2,45	—	—	—	—	—	—	—	—	—
40	1,80	1,92	—	—	—	—	—	—	—	—	—
45	1,63	1,50	—	—	—	—	—	—	—	—	—
50	1,50	1,20	—	—	—	—	—	—	—	—	—
55	1,39	0,98	—	—	—	—	—	—	—	—	—
60	1,30	0,80	1,30	—	—	—	—	—	—	—	—
65	1,23	0,65	1,05	—	—	—	—	—	—	—	—
70	1,17	0,54	0,82	—	—	—	—	—	—	—	—
75	1,12	0,44	0,65	—	—	—	—	—	—	—	—
80	1,08	0,34	0,50	—	—	—	—	—	—	—	—
85	1,05	0,32	0,40	—	—	—	—	—	—	—	—
90	1,02	0,30	0,35	—	—	—	—	—	—	—	—
95	1,004	0,23	0,30	—	—	—	—	—	—	—	—

По данным И. П. Венскевича и Б. В. Бернагониса.

Коэффициенты испарения некоторых примесей коньячного спирта

Содержание этилового спирта в жидкости, % об.	Коэффициенты испарения			
	уксусного альдегида	высших спиртов	ацетона	фурфурола
40	10,20	2,00	11,90	0,65
35	11,50	2,42	12,30	0,68
30	12,70	3,10	13,00	1,02
25	11,40	3,90	14,00	1,61
20	16,30	5,59	15,00	2,57
15	18,40	8,22	16,20	4,16
10	20,70	12,50	18,00	6,80
8	21,60	14,60	19,40	8,28
6	22,60	18,00	20,40	10,10
4	23,70	22,40	21,60	12,20
2	24,90	26,00	23,00	15,00
1	25,50	29,00	23,80	16,60

ла. Из данных таблицы видно, что коэффициенты всех четырех летучих веществ изменяются в зависимости от содержания этилового спирта в исходной жидкости, причем почти во всех случаях они больше единицы.

Представляет интерес поведение метилового спирта в процессе перегонки. Имеющиеся данные показывают, что метиловый спирт в зоне малых концентраций этилового спирта является хвостовым продуктом. Это положение подтверждается числовыми значениями приводимых ниже (см. рис. 7) коэффициентов ректификации метилового спирта.

Из летучих кислот наиболее изучено поведение уксусной кислоты при перегонке. Коэффициент испарения уксусной кислоты не зависит от концентрации ее в исходной бинарной смеси вода — уксусная кислота (во всяком случае в пределах до содержания кислоты 1,5%) и является постоянным. Не оказывает влияния на коэффициент испарения и различная концентрация (2,5—13,5 г/л) уксусной кислоты в тройных смесях вода — спирт — уксусная кислота.

Коэффициент испарения уксусной кислоты, по данным Ю. Е. Фалькович (табл. 10), зависит от содержания этилового спирта в исходной смеси, а также от режима перегонки (значения коэффициента a).

Таблица 10

Коэффициент испарения уксусной кислоты

Содержание спирта в исходной смеси, % об.	Коэффициент испарения при режиме перегонки		
	$\alpha = 0,025$	$\alpha = 0,050$	$\alpha = 0,0546$
32	0,020	0,081	—
23	0,024	0,100	—
20	0,030	0,114	0,130
15	0,042	0,150	0,162
10	0,065	0,192	0,213
6	0,110	0,266	0,297
3	0,261	0,352	—

Чем сильнее укрепление паров, т. е. чем ниже значение коэффициента α , тем ниже коэффициенты испарения уксусной кислоты при прочих равных условиях.

Коэффициенты испарения летучих кислот, содержащихся в виноматериалах (в пересчете на уксусную кислоту), при перегонке виноматериалов отличаются от коэффициентов испарения, определенных на чистых смесях. Это, по-видимому, обусловлено наличием в виноматериалах, кроме угольной кислоты, основная масса которой при перегонке теряется, сернистой кислоты, которая переходит в первые порции дистиллята.

Сернистая кислота имеет высокий коэффициент испарения даже при больших концентрациях спирта, поэтому при получении коньячных спиртов она должна в значительном количестве переходить в головную фракцию и в первые погony средней фракции.

Кроме свободной сернистой кислоты виноматериалы содержат также связанную в виде альдегидсульфитных соединений. Обычно первые фракции дистиллята богаты сернистой кислотой, что заставляет вносить поправку в значения коэффициентов испарения уксусной кислоты, полученные на аппаратах различных систем (табл. 11).

Из данных табл. 11 следует, что чем больше спирта в исходной смеси и чем выше укрепляющее действие аппарата, тем меньше коэффициент испарения уксусной кислоты, однако во всех случаях величина его меньше единицы.

При перегонке виноматериала в производственных условиях нарушается равновесие системы жидкость — пар,

Таблица 11

Коэффициенты испарения уксусной кислоты с учетом поправки на SO_2

Крепость жидкости в кубе, % об.	Содержание спирта в отгонах, % об.	Коэффициент испарения уксусной кислоты
Перегонка виноматериала на аппарате с огневом подогревом (первая перегонка, $\alpha=0,067$)		
10,1	58,3	0,280
7,8	52,8	0,400
6,1	46,9	0,480
4,4	39,2	0,802
3,5	34,0	0,940

Перегонка спирта-сырца на аппарате с огневом подогревом (вторая перегонка, $\alpha=0,067$)

27,5	77,8	0,132
24,7	76,3	0,155
21,4	74,2	0,184
19,0	72,6	0,215

Перегонка дистиллята на аппарате с паровым подогревом (вторая перегонка, $\alpha=0,057$)

19,5	75,3	0,160
17,9	74,0	0,172
16,2	71,8	0,188
13,6	69,2	0,215
11,6	65,5	0,240

происходят процессы новообразования компонентов. Это, безусловно, влияет на изменение величин коэффициентов испарения по сравнению с величинами, полученными при перегонке трехкомпонентных систем с сохранением равновесного состояния. Кроме того, в процессе перегонки виноматериала возможно образование двойных или даже тройных азеотропов, которые также влияют на изменение этих коэффициентов.

В табл. 12 приведены данные В. С. Литвака и В. А. Маслова о практических коэффициентах испарения, полученных на аппаратах различных систем. Из данных

Таблица 12

Практические коэффициенты испарения, полученные на аппаратах различных конструкций

Содержание этилового спирта в жидкостях, % об.	Коэффициенты испарения				
	летучих кислот	уксусного альдегида	ацетала	высших спиртов	фурфурола

Шарантский аппарат (перегонка виноматериала)

10,2	0,25	15,9	2,76	6,3	—
8,2	0,32	3,6	2,76	10,2	—
5,3	0,38	2,1	1,95	11,1	—
3,7	0,43	1,5	0,84	15,5	—
1,4	0,50	1,1	0,86	—	—

Шарантский аппарат (перегонка спирта-сырца)

27,7	0,20	14,0	8,9	3,8	—
24,7	0,21	9,3	5,9	4,2	1,2
20,5	0,28	4,2	2,8	5,1	2,3
17,7	0,34	1,8	2,3	6,1	2,9
15,0	0,40	1,7	1,9	9,5	4,4
8,6	0,49	1,4	1,85	10,3	6,6
2,4	0,51	1,4	1,50	15,5	—

Аппарат с двумя дефлегмационными тарелками

10,0	0,21	23,8	3,1	—	—
9,2	0,21	11,2	2,0	—	—
6,0	0,22	5,7	2,0	—	—
3,0	0,26	4,8	2,3	—	—
1,6	0,28	4,4	2,7	—	—

Аппарат ПУ-500

9,2	0,31	29,3	2,5	12,8	—
7,2	0,35	16,7	2,4	18,0	—
5,5	0,34	11,7	—	28,3	—
3,5	0,36	7,2	2,0	32,0	3,6
2,3	0,38	3,9	1,0	—	6,0
1,3	0,47	3,6	0,9	—	10,6

Аппарат непрерывного действия

11,20	0,51	1,69	—	6,04	1,46
3,70	0,61	2,20	—	6,65	1,84
0,58	0,68	1,52	—	4,91	2,35
0,062	0,73	1,26	—	3,13	2,05
0,012	0,79	1,17	—	2,16	1,98
0,003	0,81	1,31	—	1,68	1,69

таблицы следует, что практические коэффициенты испарения летучих кислот, высших спиртов и фурфурола меньше значений, приведенных в табл. 9, для альдегидов и ацеталей коэффициенты уменьшаются в процессе перегонки. Такая закономерность изменения, по-видимому, связана с многокомпонентностью виноматериала, а также с процессами взаимодействия примесей между собой и с этиловым спиртом.

Коэффициенты ректификации. Значение величин коэффициентов испарения не может дать ясного представления об отделении примеси от спирта и возможном ее содержании в дистилляте.

Для того чтобы судить, насколько возможно очистить этиловый спирт от его примесей путем перегонки, необходимо сравнить коэффициент испарения примеси K_n с коэффициентом испарения этилового спирта K_a . Отношение коэффициента испарения какой-нибудь примеси, содержащейся в сыром спирте, к коэффициенту испарения этилового спирта называется коэффициентом ректификации (K_n'):

$$K_n' = K_n : K_a.$$

Коэффициент ректификации показывает, как изменяется при перегонке содержание примеси по отношению к этиловому спирту. Числовые значения коэффициентов ректификации приведены в табл. 13 и большинство из них графически изображены на рис. 6.

Если коэффициент ректификации равен единице, это означает, что перегонка не сопровождается очисткой — содержание примеси в дистилляте остается без изменения.

Если коэффициент ректификации больше единицы, то дистиллят содержит больше примеси, чем подвергнутая перегонке смесь, так как примеси испаряются более быстро, чем этиловый спирт. Примеси, для которых коэффициент ректификации больше единицы, называются головными.

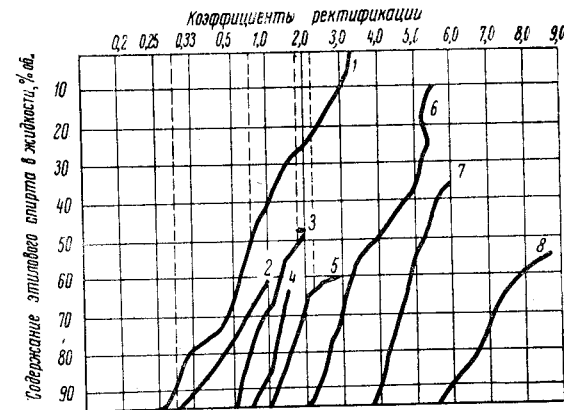
Если коэффициент ректификации примеси меньше единицы, то дистиллят содержит меньше примеси, чем подвергнутая перегонке смесь, так как примесь испаряется менее быстро, чем этиловый спирт. Примеси, для которых коэффициент ректификации меньше единицы, являются хвостовыми.

Значение коэффициентов ректификации

Содержание этилового спирта, % об.	Изоамиловый спирт	Изовалериано- этиловый эфир	Уксусноизо- амиловый эфир	Изовалериано- этиловый эфир	Изомасляно- этиловый эфир	Уксусноэти- ловый эфир	Уксусномет- иловый эфир	Муравьино- этиловый эфир	Уксусный альдегид ¹	Акролеин ¹	Кротоновый альдегид ¹
1	3,30	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
10	—	—	—	—	—	5,67	—	—	4,55	3,84	2,67
20	2,20	—	—	—	—	5,43	—	—	5,25	4,82	2,70
30	1,30	—	—	—	—	5,43	—	—	6,0	5,56	2,04
40	1,05	—	—	—	—	4,77	5,83	—	5,95	5,66	1,42
50	0,80	—	1,866	—	—	3,86	5,26	—	5,85	5,32	1,30
60	0,615	1,0	1,307	1,76	3,23	3,3	4,92	8,0	5,4	4,92	1,23
70	0,44	0,7	0,94	1,45	1,96	3,07	4,61	7,26	5,35	4,63	1,23
80	0,36	0,463	0,74	1,20	1,30	2,77	4,25	6,6	5,35	4,52	1,11
90	0,26	0,343	0,088	0,882	1,07	2,37	4,01	5,68	4,8	4,18	1,06
95	0,2	0,299	0,548	0,797	0,897	2,09	3,78	5,08	4,6	3,89	1,05

¹ По данным И. П. Венкевичуса и Б. В. Бернатониса.

Коэффициенты ректификации различных примесей при одном и том же содержании этилового спирта в под-
вергнутой перегонке смеси различны. Коэффициенты рек-
тификации уксусного альдегида, уксусноэтилового, ук-
суснометилового и муравьиноэтилового эфиров больше
единицы как при высоком, так и при низком содержании
этилового спирта в смеси. Таким образом, эти вещества
испаряются быстрее, чем этиловый спирт, и всегда явля-
ются по отношению к нему головными примесями.

Рис. 6. Коэффициенты ректификации некоторых при-
месей этилового спирта:

1 — изоамилового спирта, 2 — изовалериановоизоамилового
эфира, 3 — уксусноизоамилового эфира, 4 — изовалериано-
этилового эфира, 5 — изомасляноэтилового эфира, 6 — уксус-
ноэтилового эфира, 7 — уксуснометилового эфира, 8 — му-
равьиноэтилового эфира.

Изовалериановоизоамиловый, уксусноизоамиловый,
изовалериановоэтиловый и изомасляноэтиловый эфиры
при небольшом содержании этилового спирта в перегоня-
емой смеси являются по отношению к нему головными
примесями, а при более высоком содержании спирта в
смеси — хвостовыми.

Уксусноизоамиловый эфир является головной при-
месью до тех пор, пока концентрация этилового спирта
меньше 68% об. При содержании спирта в перегоняемой
жидкости 68% об. эфир обладает одинаковой испаряе-
мостью с этиловым спиртом, а при содержании спирта
больше 68% об. является хвостовой примесью.

Таблица 14

Коэффициенты ректификации некоторых примесей
коньячного спирта

Содержание этилового спирта в сме- си, % об.	Коэффициент ректификации при идеальном режиме перегонки без дефлегмации ($\alpha=0,082$)			
	уксусный альдегид	ацеталь	высшие спирты	фурфурол
40	5,18	6,04	1,02	0,33
35	5,08	5,54	1,18	0,36
30	5,02	5,16	1,23	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	3,94	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

В условиях перегонки в коньячном производстве летучие эфиры (уксусноэтиловый, уксуснометиловый, муравьиноэтиловый) отгоняются с головной фракцией, в средней фракции их содержание снижается, а более высокомолекулярные летучие эфиры с коэффициентом ректификации больше единицы переходят в хвостовую фракцию в большем количестве, чем в среднюю. Следует отметить необходимость внесения поправки на наличие связанной сернистой кислоты при определении содержания эфиров во фракции коньячных спиртов.

Изоамиловый спирт при содержании этилового спирта в перегоняемой жидкости до 42% об. испаряется быстрее этилового спирта.

Если же содержание этилового спирта в жидкости превышает 42% об., то изоамиловый спирт по отношению к нему является хвостовой примесью. При нормальном ведении процесса перегонки изоамилового спирта в кубе не остается.

Изоамиловый спирт является главной составной частью сивушного масла, в которое входят также другие высшие спирты — пропиловый, изобутиловый, некоторые эфиры и кислоты.

Другие высшие спирты ведут себя при перегонке подобно изоамиловому, но переход их от головного к хвостовому погону происходит при несколько ином содержании этилового спирта в перегоняемой смеси.

Коэффициенты ректификации некоторых примесей при значениях крепости спирта, характерных для перегонки виноматериалов, исходя из экспериментальных данных Ю. Е. Фалькович, приведены в табл. 14.

Данные табл. 14 в отношении высших спиртов подтверждают, что при крепости ниже 42% об. они являются головной примесью.

Уксусный альдегид и ацеталь при всех значениях крепости спирта по отношению к нему являются головными примесями.

Коэффициент ректификации фурфурола больше единицы при содержании спирта в смеси до 15% об., и в этом случае фурфурол по отношению к этиловому спирту является головной примесью. При содержании спирта в смеси более 15% об. коэффициент ректификации фурфурола становится меньше единицы и фурфурол будет хвостовой примесью.

Проведенные во ВНИИСПе (К. А. Калунянц) исследования позволили установить коэффициенты испарения и вычислить коэффициенты ректификации метилового спирта при различном содержании метанола в растворе (рис. 7).

Из рисунка видно, что кривые испарения метилового спирта при низкой крепости растворов расположены гораздо ниже, чем соответствующие кривые этилового спирта. Это значит, что в зоне низких концентраций этилового спирта значения коэффициентов испарения метилового спирта меньше, чем этилового спирта.

Коэффициенты ректификации метанола при низких крепостях водно-спиртовой жидкости выражаются величиной, меньшей единицы, т. е. метанол проявляет себя как хвостовая примесь.

Чем ниже содержание метанола в растворе, тем меньшее значение имеет его коэффициент ректификации, что свидетельствует о лучшем отделении метанола от этилового спирта в растворах с небольшой концентрацией метанола.

На рис. 7, по данным тех же исследований, приведены также кривые коэффициентов ректификации уксусной

кислоты, значения которых во всех случаях меньше единицы. Это подтверждает, что уксусная кислота является типичной хвостовой примесью. Коэффициент ректификации уксусной кислоты тем меньше, чем больше ее содержится в растворе.

Процесс дефлегмации влияет на величину коэффициента ректификации при одном и том же содержании спирта в исходной смеси. Чем больше коэффициент дефлегмации, тем больше и коэффициент ректификации для каждой из анализируемых примесей. Тем самым становится ясной роль процесса дефлегмации при очистке спирта от сопутствующих примесей.

Динамика перехода летучих веществ в дистиллят. Коэффициенты ректификации данной примеси справедливы в тех случаях, когда в растворе, помимо водно-спиртовой смеси, присутствует только одна примесь, т. е. когда рассматривается тройная система этиловый спирт — вода — примесь. В случае присутствия многих примесей, даже в относительно небольших количествах, они оказывают влияние на коэффициент ректификации отдельной примеси. На результатах перегонки сказывается также растворимость примеси в этиловом спирте и водно-спиртовых растворах различной концентрации, а также взаимная растворимость различных примесей. Поэтому условия перехода летучих веществ в дистиллят зависят от многих факторов, и содержание летучих веществ нельзя регулировать исходя только из величин коэффициентов ректификации отдельных примесей этилового спирта, входящих в состав виноматериала или спирта-сырца, тем более, что до настоящего времени идентифицированы далеко не все вещества, входящие в состав виноматериалов и коньячных спиртов, а для ряда примесей еще нет надежных данных о величинах коэффициентов ректификации.

Поэтому представляют интерес практические сведения о динамике перехода летучих веществ в дистиллят, полученные при перегонке спирта-сырца на шарантском аппарате, а виноматериала на аппарате с дефлегмацией.

Во время перегонки отбирали пробы дистиллята и анализировали их (рис. 8).

Продолжительность перегонки виноматериала была 7—8 ч, а спирта-сырца 11—12 ч.

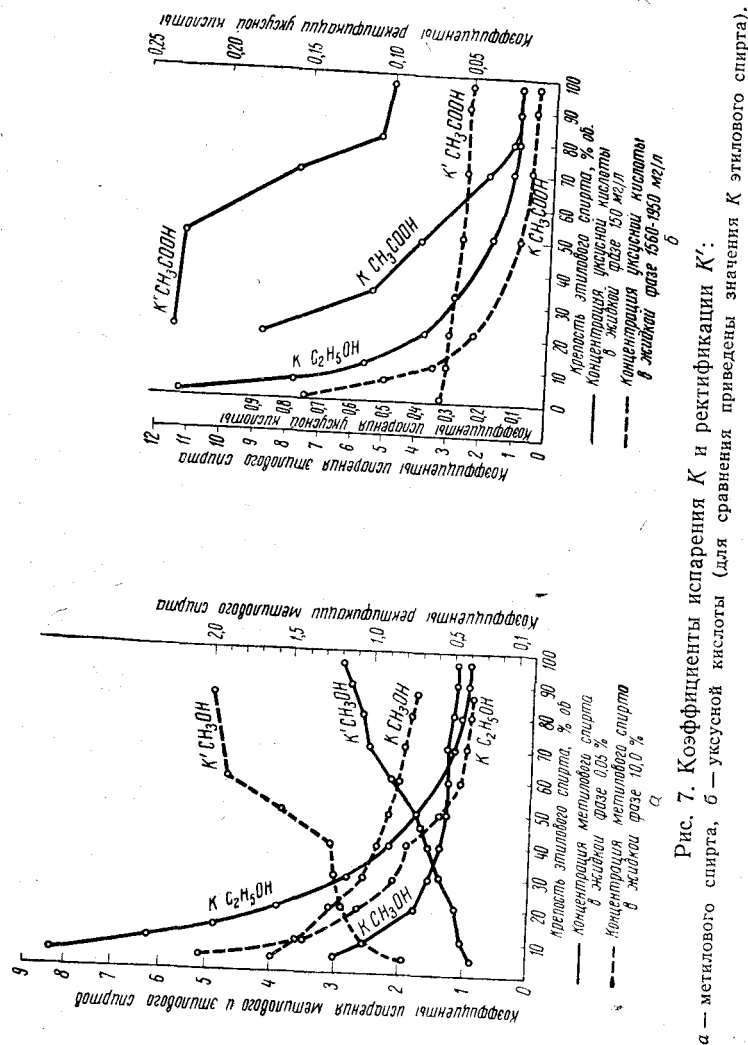


Рис. 7. Коэффициенты испарения K и ректификации K' : а — этилового спирта, б — уксусной кислоты (для сравнения приведены значения K этилового спирта).

Как видно из графика, переход летучих кислот в дистиллят усиливается по мере продолжения перегонки. В головной фракции концентрация летучих кислот наименьшая, в средней она возрастает и в конце отбора хвостовой фракции достигает максимума. На характер перехода летучих кислот в дистиллят оказывает влияние температура кипения жидкости и применяемые методы дистилляции.

Известно, что при более высоком содержании в перегоняемой смеси этилового спирта, т. е. в начале перегонки, температура ее кипения ниже, с чем, очевидно, связан меньший переход летучих кислот в дистиллят. Наоборот,

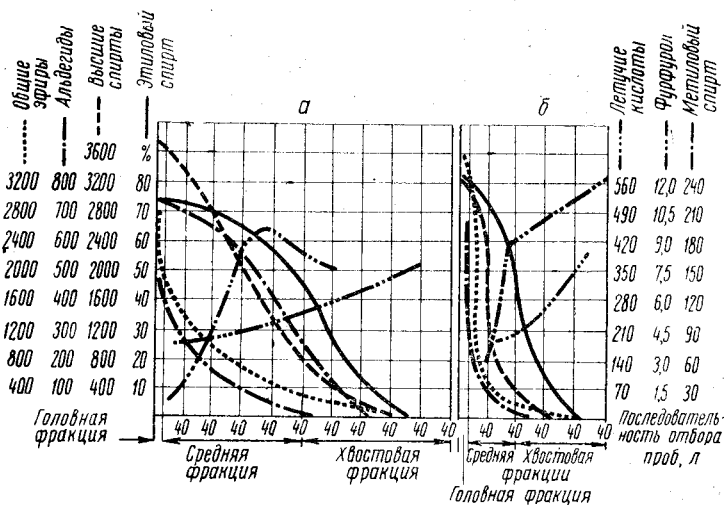


Рис. 8. Динамика перехода летучих примесей в дистиллят:
а — при перегонке спирта-сырца, б — при перегонке на аппарате с дефлегмационными тарелками.

с уменьшением крепости (в конце перегонки) температура кипения жидкости повышается и переход летучих кислот в дистиллят усиливается.

Поведение летучих кислот при перегонке в общем находится в соответствии с их характером хвостовых примесей. При перегонке с дефлегмацией летучие кислоты полнее переходят в дистиллят.

Переход в дистиллят альдегидов и летучих эфиров наиболее интенсивен в начале перегонки и постепенно

уменьшается по мере ее продолжения, достигая минимума в конце перегонки.

Из графика (см. рис. 8) видно, что при перегонке на аппаратах с дефлегмацией концентрация альдегидов и эфиров в начале отбора головной фракции возрастает, а затем резко снижается.

При исследовании динамики перехода высших спиртов при разных режимах перегонки были получены данные, свидетельствующие о том, что на аппаратах, применяемых в коньячном производстве, высшие спирты всегда переходят в наибольшем количестве в головную и среднюю фракции и в наименьшем количестве — в хвостовую. Поэтому содержание высших спиртов в коньячном спирте регулируют в основном величиной отбора головной фракции, с которой отходит основная масса.

Источником образования фурфурола в коньячных спиртах являются пентозаны, гидролизующиеся во время перегонки виноматериала.

Максимальное содержание фурфурола при перегонке спирта-сырца наблюдается в конце отбора средней или начале отбора хвостовой фракции, после чего количество его в парах уменьшается. Наличие в перегоняемой жидкости других компонентов сильно сказывается на переходе фурфурола в погон. Так, присутствие уксусной кислоты и особенно метилового спирта снижает концентрацию фурфурола в парах.

Концентрация метилового спирта в дистилляте по мере продолжения перегонки снижается. Из графика видно, что значительное количество метилового спирта остается в средней фракции и, очевидно, регулированием величины отбора головной фракции можно только частично снизить содержание метанола в коньячном спирте.

Следует отметить, что система аппарата и режим его работы оказывают определенное влияние как на состав и качество получаемого коньячного спирта, так и на динамику перегонки летучих веществ коньячного спирта. Известное влияние на качество получаемого коньячного спирта оказывает скорость сгонки. Она же сказывается на новообразовании летучих веществ при фракционированной перегонке на аппаратах разных систем.

В табл. 15 приведены практические значения коэффициентов ректификации, полученные В. С. Литваком и В. А. Масловым при дистилляции виноматериала и спир-

Таблица 15

Практические коэффициенты ректификации, полученные на аппаратах различных конструкций

Содержание этилового спирта, % об.	Коэффициенты испарения				
	летучих кислот	уксусного альдегида	ацеталей	высших спиртов	фурфурола

Шарантский аппарат
(перегонка виноматериала)

10,2	0,043	2,77	0,48	1,09	—
8,2	0,048	0,65	0,41	1,53	—
5,3	0,043	0,24	0,22	1,30	—
3,7	0,045	0,16	0,09	1,65	—

Шарантский аппарат
(перегонка спирта-сырца)

27,7	0,072	5,09	3,27	1,38	—
24,7	0,069	3,08	1,96	1,39	0,39
20,5	0,078	1,17	0,78	1,42	0,75
17,7	0,085	0,45	0,57	1,53	1,03
15,0	0,093	0,39	0,33	2,23	1,03
8,6	0,076	0,22	0,29	—	—
2,4	0,047	0,13	0,14	4,44	—

Аппарат ПУ-500

9,20	0,039	3,69	0,31	1,61	—
7,2	0,037	1,77	0,25	1,91	—
5,5	0,025	0,88	—	2,13	—
3,5	0,023	0,46	0,13	2,08	0,23
2,3	0,019	0,20	0,05	—	0,31
1,3	0,017	0,13	0,03	—	0,38

Аппарат непрерывного действия

11,2	0,094	0,31	—	1,12	0,27
3,7	0,072	0,27	—	0,72	0,23
0,58	0,06	0,14	—	0,46	0,22

та-сырца на аппаратах различных конструкций. Как видно из таблицы, на всех аппаратах коэффициенты ректификации альдегидов и ацеталей имеют тенденции к уменьшению, а высших спиртов и фурфурола при дистилляции на аппаратах периодического действия — к увеличению по сравнению с теоретическими.

При дистилляции виноматериала фурфурол образуется из пентоз и переход его в дистиллят увеличивается по мере увеличения продолжительности перегонки. При перегонке спирта-сырца фурфурол вследствие плохой растворимости в воде отгоняется с этиловым спиртом, частично попадая в хвостовую фракцию. Поэтому его следует отнести к примесям, занимающим промежуточные положения между типичными головными и типичными хвостовыми примесями.

Флегма коньячных дистиллятов содержит значительное количество этилового спирта, летучих кислот, небольшое количество альдегидов, ацеталей, высших спиртов и фурфурола. Усиление дефлегмации способствует очистке дистиллята от летучих кислот и концентрированию в нем альдегидов, ацеталей, средних эфиров и особенно интенсивно — высших спиртов и фурфурола.

ПРОЦЕССЫ, ПРОИСХОДЯЩИЕ В КУБЕ ПРИ ПЕРЕГОНКЕ
ВИНОМАТЕРИАЛОВ И СПИРТА-СЫРЦА

В состав виноматериалов и получаемого из них спирта-сырца входит целый ряд летучих веществ, в том числе таких, которые, взаимодействуя одно с другим, способны образовывать новые вещества.

По поведению при перегонке летучие вещества можно разделить на две группы. К первой группе следует отнести летучие продукты, которые в результате перегонки переходят из виноматериалов в сырой спирт, а затем и в коньячный, не претерпевая химических изменений. Количество их либо остается прежним, либо изменяется в ту или другую сторону под воздействием факторов физического порядка. Концентрация таких веществ возрастает вследствие укрепления жидкости в результате перегонки.

Во вторую группу входят вещества, претерпевающие химические изменения в процессе перегонки. Содержание одних веществ изменяется в результате химического взаимодействия, а другие вещества образуются вновь.

В табл. 16 приведены результаты, полученные В. С. Литваком при изучении интенсивности процесса новообразования при перегонке однородного виноматериала на шарантском аппарате и аппарате ПУ-500.

Таблица 16

Изменение примесей при перегонке

Перегоняемая жидкость (фракция дистиллята)	Общее содержание, г					
	летучие кислоты	альдегиды	ацеталы	средние эфиры	высшие спирты	фурфуро- лы
Перегонка виноматериала на шарантском аппарате						
Виноматериал	953,6	34,7	19,5	76,0	336,0	Нет
Барда	746,6	11,0	3,5	23,2	—	Следы
Спирт-сырец	208,8	27,0	5,7	66,3	333,5	0,452
Итого	955,4	38,0	9,2	89,5	333,5	0,452
Разница						
г	+2,2	+3,3	-10,3	+13,5	-265	—
%	+0,2	+9,6	-52,7	+17,7	-0,7	+0,3*
Перегонка спирта-сырца на шарантском аппарате						
Спирт-сырец	288,0	32,9	7,8	91,5	460	0,624
Отработавшая жид- кость	194,6	0,7	Следы	8,1	—	—
Головная фракция	1,1	6,2	0,6	23,0	29,2	—
Средняя фракция	40,1	25,7	3,6	52,2	396,2	0,475
Хвостовая фракция	50,0	1,3	0,6	13,1	26,3	0,142
Итого	285,8	33,9	4,8	96,4	451,7	0,617
Разница						
г	-2,2	+1,0	-3,0	+4,9	-8,3	-0,007
%	-0,8	+3,0	-38,4	+5,3	-5,0	-11
Перегонка виноматериала на аппарате ПУ-500						
Виноматериал	6630	223,0	58,5	58,9	1725	—
Барда	5830	52,3	14,2	173	—	Следы
Головная фракция	25	50,8	1,6	156	204	—
Средняя фракция	240	145,0	12,2	189	1405	Следы
Хвостовая фракция	520	34,8	4,5	114	106	3,47
Итого	6615	282,9	32,5	632	1715	3,47
Разница						
г	-15	+60,1	-26,0	43	-10	-1
%	-0,2	+26,9	-44,3	+7,3	-0,6	0,4*

* Процент фактического новообразования фурфурола рассчитан от общего количества пентоз в виноматериалах при 100%-ной их дегидратации.

Из данных табл. 16 видно, что при перегонке происходит значительный прирост альдегидов (на 74%) и эфиров (на 17,4%). Увеличение количества альдегидов при первой перегонке вероятнее всего связано с окислением некоторой части этилового спирта в уксусный альдегид.

Для протекания процесса новообразования в кубе имеются благоприятные условия: высокая температура, наличие в виноматериале растворимого кислорода и промежуточных окислителей. При перегонке происходит новообразование средних эфиров. Для этого также имеются все условия (высокая температура, содержание большого количества летучих кислот и спирта). Средние эфиры образуются из одноосновных кислот, главным образом из уксусной.

За счет дегидратации пентоз происходит образование фурфурола, которое зависит от длительности кипячения виноматериала. Общая дегидратация пентоз и дистилляции виноматериала на аппаратах различной конструкции не превышает 1%.

Помимо процесса новообразования веществ при перегонке протекает обратный процесс — разложение веществ. Так, высокая температура, присутствие промежуточных окислителей и кислорода способствуют окислению спирта в уксусный альдегид и уксусную кислоту. Наряду с этерификацией происходит разложение имеющихся эфиров и ацеталей. По-видимому, в процессе перегонки происходит новообразование и разложение целого ряда других веществ.

Одним из наиболее важных факторов, оказывающих влияние на течение процесса новообразования и разложения веществ при перегонке, является состав исходного сырья и режим работы перегонного аппарата и, в частности, продолжительность сгонки.

Новообразование и разложение летучих веществ происходит также и в процессе фракционированной перегонки сырого спирта, но менее интенсивно.

Новообразование летучих компонентов при перегонке тесно связано с составом перегоняемой жидкости. Материал перегонного аппарата в свою очередь оказывает влияние на процесс новообразования некоторых летучих компонентов коньячного спирта, так как ионы многих

металлов являются катализаторами ряда химических реакций, в том числе окислительных.

В поставленных Е. Л. Мнджояном опытах наибольшее новообразование летучих компонентов происходило в колбах из меди и железа, наименьшее — в стеклянных колбах. Среднее положение заняли сосуды, покрытые оловом и серебром. Длительность кипячения виноматериала при перегонке является одним из основных факторов в процессе новообразования летучих компонентов. С увеличением продолжительности нагревания виноматериала увеличивается количество веществ, образующихся в кубе.

По тем же данным, новообразование альдегидов в наименьшей степени происходит при перегонке виноматериалов в аппаратах с дефлегмационными тарелками.

Этерификация интенсивнее всего происходит в аппарате двукратной перегонки системы Петрова с паровым подогревом.

ГЛАВА IV

ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ СХЕМЫ ПОЛУЧЕНИЯ КОНЬЯЧНЫХ СПИРТОВ

Перегонка виноматериалов является начальной операцией коньячного производства, и от успешного ее проведения зависит качество вырабатываемого коньяка. Ни соблюдение условий выдержки, ни увеличение ее продолжительности не могут обеспечить высокого качества коньячной продукции, если перегонка виноматериала проведена неправильно, в результате чего потеряны ценные составные части виноматериала.

Отличие получения коньячных спиртов от выработки ректификованного этилового спирта заключается в том, что в первом случае не стремятся как можно полнее очистить спирт от всех сопутствующих ему примесей, а наоборот, сохраняют часть этих примесей в закладываемом на выдержку коньячном спирте.

Технологические схемы перегонки должны быть подчинены основной цели — сохранению и накоплению в коньячном спирте высокоценных составных частей, участвующих в формировании коньяка.

Для перегонки виноматериалов и спирта-сырца на периодически действующих перегонных аппаратах применяются разнообразные способы.

На аппаратах так называемого шарантского типа с огневом или паровым обогревом проводят двукратную перегонку: при первой перегонке виноматериала получают спирт-сырец, а затем при второй, перегоняя спирт-сырец, получают коньячный спирт.

На аппаратах однократной сгонки при перегонке виноматериалов выделяют три фракции дистиллята: головную, среднюю (коньячный спирт) и хвостовую.

Технологические инструкции по производству коньяков и контролю их качества предусматривают различные

способы использования полученных фракций. Основной способ — головную фракцию выделяют и направляют на ректификацию; хвостовую фракцию добавляют к виноматериалу; после пятикратного возврата хвостовой фракции ее выделяют и направляют на ректификацию; среднюю фракцию выделяют как коньячный спирт.

На кубовом периодически действующем аппарате (шарантском) двукратная перегонка допускается по следующей схеме: среднюю фракцию выделяют как коньячный спирт высшего сорта; смесь головной и хвостовой фракций перегоняют вторично с разделением на фракции. При этом получают коньячный спирт второго сорта, а смесь головной и хвостовой фракций второй сгонки передают на ректификацию. Эти приемы фракционированной перегонки мы и рассмотрим.

ДУКРАТНАЯ ПЕРЕГОНКА

Первая перегонка. Технологическая схема получения спирта-сырца перегонкой изображена на рис. 9.

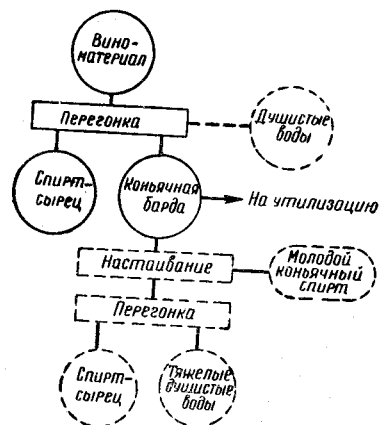


Рис. 9. Схема перегонки виноматериалов (первая перегонка).

виноматериала для получения спирта-сырца проводят до показания спиртомера в дистилляте 0%. Общая продолжительность перегонки должна быть не менее 7—8 ч.

Коньячный спирт-сырец содержит в том или ином количестве все летучие вещества, которые находились

Из схемы видно, что в результате первой перегонки из коньячного виноматериала, имеющего крепость 8—12% об., получается дистиллят — крепостью 23—32 об. (в коньячный спирт-сырец крепостью 23—32% об. (в количестве 25—33% от объема виноматериала, взятого для перегонки) и коньячная барда, идущая на утилизацию для получения виннокислых солей.

На аппаратах двукратной перегонки шарантского типа перегонку

в исходном виноматериале, и кроме того ряд веществ, образовавшихся в процессе перегонки виноматериала.

Выделение некоторых фракций на аппаратах шарантского типа можно проводить при первой перегонке. В частности, как было показано В. М. Малтабаром, Г. И. Фертманом и А. И. Гушан, можно отбирать головную фракцию при перегонке виноматериалов, что позволяет уменьшить объем жидкости, подлежащей последующей сгонке, и исключить из цикла дальнейших сгонок головную фракцию. Отбор головной фракции при перегонке виноматериала — спиртовой жидкости меньшей крепости — способствует большему переходу в дистиллят ряда примесей, особенно тех, которые имеют головной характер, что должно способствовать улучшению качества коньячного спирта. По-видимому, целесообразен двукратный отбор головной фракции — до 75% от полагающегося количества при перегонке виноматериалов и до 25% — второй раз, при перегонке спирта-сырца.

Вторая перегонка. Коньячный спирт-сырец подвергается перегонке с разделением на фракции: головную, среднюю (коньячный спирт первого сорта) и хвостовую. В кубе остается отработавшая жидкость.

Сгонка спирта-сырца с разделением на фракции является исключительно ответственной операцией, так как от правильного отбора фракций и соблюдения требуемой скорости сгонки во многом зависит качество коньячного спирта.

При второй фракционированной перегонке спирта-сырца (рис. 10) выделяется головная фракция, содержащая значительное количество альдегидов, эфиров и высших спиртов, обладающая резким запахом и неприятным вкусом. Эта фракция отбирается в течение 20—40 мин в количестве 1—3% от объема спирта-сырца.

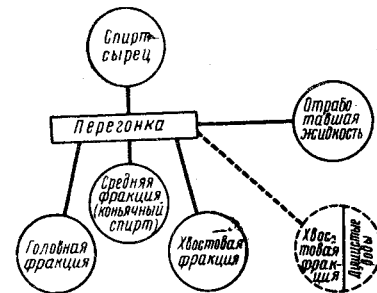


Рис. 10. Схема перегонки коньячного спирта-сырца (вторая перегонка).

При повышении крепости дистиллята до 75—80% об. он становится прозрачным. Когда же крепость дистиллята начинает вновь снижаться, то ослабевает резкий запах эфиров и альдегидов. С этого момента (крепость 74—77% об.) начинают отбирать среднюю фракцию (коньячный спирт), выход которой обычно составляет около 30—35% от объема исходного спирта-сырца. При отборе средней фракции крепость постепенно падает и в среднем равняется 60—70% об.

При понижении крепости этой фракции до 50—40% об. переходят к отбору хвостовой фракции, которую получа-



Рис. 11. Схема перегонки смеси головной и хвостовой фракций.

ся на длительную выдержку в дубовых бочках.

Использование фракций. Ранее применяли только один способ использования головной и хвостовой фракций: их смешивали и подвергали перегонке по схеме, изображенной на рис. 11. При этом выделялась вторичная головная фракция в количестве 2—3% об. от загруженной в куб смеси, средняя фракция (коньячный спирт II сорта) в количестве 20—25% об. и вторичная хвостовая фракция в количестве 20—25% об. В кубе оставалась отработавшая жидкость. В настоящее время применяются и другие способы.

Коньячный спирт II сорта имеет крепость несколько ниже, чем спирт I сорта; его также закладывают на длительное хранение в дубовых бочках и затем используют при производстве ординарных коньяков. Полученные в результате третьей перегонки вторичные головная и

хвостовая фракции непригодны для выработки коньячного спирта, поэтому их направляют для извлечения этилового спирта на ректификацию.

Крепость средней фракции — коньячного спирта — составляет 62—70% об. и зависит от крепости исходного виноматериала, от количества отбираемых головных и хвостовых фракций, скорости перегонки, а также от режима охлаждения тарелок дефлегматора.

В результате вторичной перегонки получают головную фракцию в количестве 1—1,5%, среднюю фракцию (коньячный спирт II сорта) в количестве 8—12%, хвостовую фракцию в количестве 13—17% от объема взятой смеси и остаток в кубе — отработавшую жидкость.

Коньячные спирты I и II сорта закладывают на выдержку, а головную и выделенную после нескольких стоек хвостовую фракции смешивают и отправляют на ректификацию; барду, оставшуюся в кубе после первой перегонки, утилизируют для получения виннокислых солей, а отработавшую жидкость, остающуюся в кубе после второй перегонки, сливают в канализацию.

Однако такой способ использования фракций, полученных при перегонке коньячного спирта-сырца, как показал Г. И. Фертман, нельзя признать рациональным. По составу обе фракции второй перегонки (головная и хвостовая) резко отличны. В состав хвостовой фракции входят главным образом высококипящие примеси, эфиры и высшие спирты, хорошо ассимилирующиеся в процессе выдержки, представляющие значительную ценность для облагораживания вкуса коньяков. Среди веществ, находящихся в головной фракции, главное место занимают низкокипящие примеси, в основном альдегиды, обладающие резким запахом и вкусом, а также метанол.

Смесь головной и хвостовой фракций, иногда называемая спиртом-сырцом II сорта, имеет довольно неопределенный состав. Перегонка этой смеси ведет к загрязнению получаемого из них коньячного спирта II сорта нежелательными низкокипящими компонентами (уксусным альдегидом), в то же время наиболее ценные высококипящие компоненты переходят в среднюю фракцию в незначительном количестве.

Изложенный выше способ использования головных и хвостовых фракций, выделенных при перегонке спирта-сырца, не может исключить возможность загрязнения

коньячного спирта II сорта нежелательными примесями, переходящими из выделенной при первой перегонке головной фракции. Вторичные головную и хвостовую фракции направляют на ректификацию.

Проводить дальнейшие перегонки головных и хвостовых фракций, полученных при выделении коньячного спирта II сорта, нецелесообразно. Третья перегонка фракций не позволяет получить качественный продукт. Неудовлетворительные результаты дает также и смешивание этих фракций с подлежащим перегонке вино-

материалом: выделяемый коньячный спирт оказывается загрязненным нежелательными головными примесями, обладающими неудовлетворительными органолептическими показателями. Даже добавление к виноматериалу одной хвостовой фракции, выделенной при получении коньячного спирта II сорта, отрицательно сказывается на качестве средней фракции.

Поэтому описанный способ использования головной и хвостовой фракций допускается в настоящее время лишь при перегонке спирта-сырца на шарантском аппарате.

Целесообразнее нашедшие широкое распространение другие способы использования фракций, предложенные и обоснованные Г. И. Фертманом. Один из них предусматривает вторичную перегонку только собранной от нескольких перегонки хвостовой фракции с выделением из нее после перегонки как средней фракции коньячного спирта II сорта (рис. 12). Полученные другие фракции идут на ректификацию.

Работа по такой схеме обеспечивает использование ценных составных частей полученной при перегонке спирта-сырца хвостовой фракции, ее ароматических компонентов, которые переходят в коньячный спирт II сорта, используемый при выработке обычных коньяков.

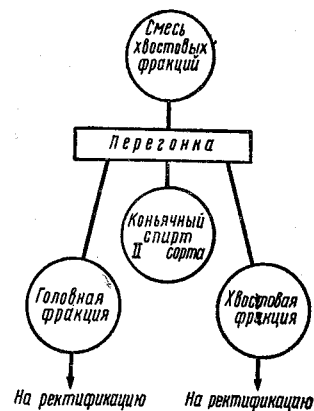


Рис. 12. Схема раздельных перегонки хвостовых фракций, полученных при фракционной перегонке спирта-сырца.

Целесообразно хвостовую фракцию, выделенную при первой перегонке, смешивать с перегоняемым виноматериалом (рис. 13). Периодически, по мере изменения состава, чаще всего после пятикратного возврата хвостовая фракция выделяется и передается на ректификацию вместе с головной фракцией от первой перегонки. Такой способ работы исключает выделение как окончательного продукта коньячного спирта II сорта и ведет к снижению суммарного расхода тепла на перегонку.

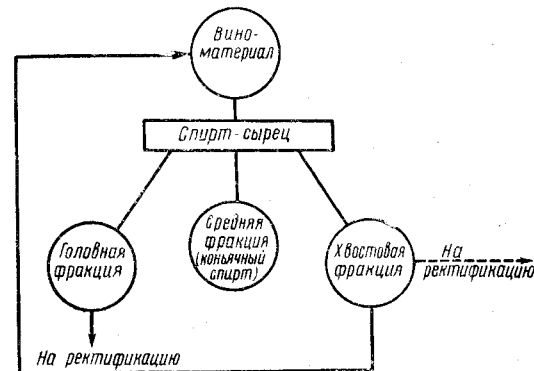


Рис. 13. Схема перегонки с возвратом хвостовой фракции.

Исследования влияния добавки хвостовой фракции на качество коньячного спирта были также проведены В. С. Литваком и И. Нушевым (Болгария). Ими было выяснено, что коньячные спирты, полученные при перегонке виноматериала с добавлением хвостовой фракции, одинаковы по составу со спиртами, полученными при перегонке одного виноматериала. Из всех вариантов добавления фракций в виноматериал следует считать целесообразным лишь добавление только хвостовой фракции, полученной при первой перегонке.

ОДНОКРАТНАЯ ПЕРЕГОНКА

При работе на аппарате однократной перегонки с двумя дефлегмационными тарелками и на аппарате ПУ-500 коньячный спирт получают непосредственно из виноматериала в результате однократной фракционированной перегонки. Обычно на аппаратах однократной

перегонки вырабатывают коньячный спирт из обычных виноматериалов, так как считается, что высококачественные спирты можно получать только на аппаратах двукратной перегонки.

Технологическая схема производства коньячного спирта непосредственно из виноматериала изображена на рис. 14. В результате однократной перегонки получают

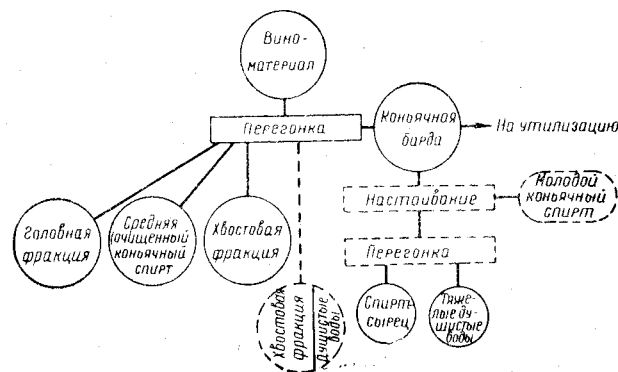


Рис. 14. Схема прямой (однократной) фракционной перегонки виноматериалов.

следующие продукты: головную фракцию в количестве 0,7—1%, среднюю фракцию (коньячный спирт I сорта) в количестве 10—14%, хвостовую фракцию в количестве 11—15% от объема виноматериала, взятого на перегонку, и отход производства — коньячную барду.

Общая продолжительность фракционированной перегонки спирта-сырца на шарантском аппарате составляет 10—12 ч, а виноматериалов на аппарате с дефлегмационными тарелками 8—10 ч и на аппарате ПУ-500 10—12 ч.

ПОБОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

В качестве отхода производства получают барду и отработавшую кубовую жидкость.

Технологические схемы могут быть дополнены получением душистых вод из выделенной при перегонке (см. рис. 9 и 14) хвостовой фракции. В конце фракционной перегонки виноматериала или спирта-сырца отбирают фракцию погона с содержанием спирта от 20 до 0% об.

и при этом получают душистые воды — слегка опалесцирующую жидкость, обладающую приятным ароматом. Душистые воды после выдержки в дубовых бочках иногда употребляли в купажи для ароматизации обычных коньяков.

Возможность такого использования их подтверждена также опытами И. Нушева.

Другим продуктом, который также может быть получен при перегонке виноматериала, являются тяжелые душистые воды.

Для извлечения высококипящих душистых веществ, остающихся после перегонки в барде, ее разбавляют молодым коньячным спиртом и настаивают в закрытой посуде в теплом помещении в течение 3—4 недель. После этого настой подвергают фракционной перегонке с отделением хвостовой фракции при крепости погона от 20 до 0% об., именуемой тяжелыми душистыми водами (см. рис. 9 и 12).

Эта фракция содержит ряд веществ, главным образом сложных эфиров и высших спиртов с приятным запахом, а также кислот, вследствие их хвостового характера остающихся в коньячной барде. Тяжелые душистые воды с успехом могут применяться при производстве обычных коньяков.

Вторичные головные и хвостовые фракции непригодны для выработки коньячного спирта, но они содержат этиловый спирт и направляются на ректификацию. Содержание виннокислых солей в барде зависит от содержания их в коньячных виноматериалах.

Барда из молодых виноматериалов более богата винной кислотой, чем барда, остающаяся при перегонке выдержанных. Так как на коньячный спирт перегоняются сравнительно молодые виноматериалы, то среднее содержание в них винной кислоты, по данным А. А. Вулихмана и А. Л. Миркинда, составляет 0,3—0,4 г/100 мл.

СОСТАВ ФРАКЦИЙ, ПОЛУЧАЕМЫХ ПРИ ФРАКЦИОННОЙ ПЕРЕГОНКЕ

Согласно описанным выше технологическим схемам при фракционной перегонке виноматериалов и спирта-сырца, помимо коньячного спирта, получают следующие погоны:

Химический состав виноматериалов и отдельных погонов при перегонке в производственных условиях

Таблица 17

Сорт винограда	Наименование материала	Крепость, % об.	Кислотность в пересчете на уксусную кислоту, г/л	Альдегиды		Ацетали	Фурфурол	Метиловый спирт, г/л	Общие эфиры		Средние эфиры	Высшие спирты, г/л
				мг/л					мг-экв/л			
Мсхали	Исходный виноматериал	11,3	1,2	10,0	7,4	—	0,10	4,9	2,4	0,27		
	Спирт-сырец	33,2	0,28	51,2	12,6	0,5	0,24	5,5	3,3	0,48		
	Головная фракция	78,4	0,15	309,5	84,2	1,2	0,36	13,6	13,1	1,6		
	Средняя	68,8	0,20	163,6	21,3	0,8	0,25	6,8	5,9	0,52		
	Хвостовая	23,2	0,28	6,5	1,7	0,4	0,09	8,6	4,1	0,18		
Воскеат	Исходный виноматериал	11,7	1,3	7,6	8,4	Следы	0,09	4,6	2,2	0,32		
	Спирт-сырец	31,3	0,36	46,9	16,2	0,6	0,16	5,1	3,1	0,56		
Ркацители	Головная фракция	76,8	0,13	294,6	92,3	1,6	0,28	10,3	10,1	1,7		
	Средняя	67,9	0,15	144,7	21,4	1,2	0,18	5,1	4,4	0,74		
	Хвостовая	22,8	0,36	3,8	2,3	0,3	0,06	6,8	3,2	0,22		
	Исходный виноматериал	10,5	0,58	23,2	3,5	—	0,07	4,8	2,8	0,36		
	Спирт-сырец	29,3	0,33	28,2	7,0	0,45	0,17	6,1	4,9	0,63		

Продолжение табл. 17

Сорт винограда	Наименование материала	Крепость, % об.	Кислотность в пересчете на уксусную кислоту, г/л	Альдегиды		Фурфурол	Метиловый спирт, г/л	Общие эфиры		Высшие спирты, г/л
				мг/л	Ацетали			мг-экв/л	Средние эфиры	
Кахет по белому	Головная фракция	75,8	0,11	328,0	219,4	1,0	0,35	13,0	12,6	1,4
	Средняя	66,7	0,18	521,6	35,3	0,9	0,20	10,1	9,3	0,66
	Хвостовая	21,2	0,29	15,2	1,2	0,35	0,13	6,0	4,2	0,24
	Исходный виноматериал	11,6	1,0	29,4	24,7	0,0	0,11	5,1	2,3	0,47
	Спирт-сырец	32,2	0,42	99,0	68,4	0,9	0,21	6,8	5,1	0,67
Смесь	Головная фракция	79,0	0,18	628,9	500	1,6	0,45	13,3	13,0	1,4
	Средняя	68,3	0,20	26,04	21,00	2,0	0,24	10,1	8,9	0,92
	Хвостовая	23,2	0,42	15,5	5,4	0,4	0,10	6,0	4,0	0,20
	Исходный виноматериал	11,8	0,66	17,9	18,0	Следы	0,13	4,2	0,4	0,38
	Спирт-сырец	31,8	0,36	83,1	24,1	0,8	0,36	3,2	2,5	0,65
	Головная фракция	76,3	0,20	263,0	95,4	1,8	0,48	8,6	8,4	1,72
	Средняя	69,9	0,24	108,2	31,6	1,4	0,24	4,3	4,0	0,64
	Хвостовая	20,8	0,36	8,8	6,0	0,4	0,09	7,8	5,2	0,25

1) головная и хвостовая фракции первичные, полученные в аппарате двукратной перегонки (шарантского типа) при перегонке спирта-сырца, а на аппарате однократной перегонки (с дефлегмационными тарелками и ПУ-500) — при перегонке виноматериалов;

2) головные и хвостовые фракции вторичные, полученные при перегонке смеси головной и хвостовой фракции первой перегонки.

Состав исходного виноматериала, приготовленного из определенного сорта винограда, оказывает влияние не только на состав полученного спирта-сырца и всех остальных фракций, но и на количественное содержание в них примесей. Это убедительно подтверждают результаты опытов Е. Л. Мнджояна и Г. И. Фертмана в производственных условиях на аппаратах шарантского типа Ереванского коньячного завода с использованием виноматериалов из сортов винограда Мсхали, Воскеат, Ркацители, Кахет и их смесей.

Из данных табл. 17 видно, что не только спирт-сырец, но и отдельные фракции имеют разный состав. Спирт-сырец, полученный из виноматериала сорта Кахет, содержал наибольший процент высших спиртов и фурфурола. Средняя фракция, выделенная из этого спирта-сырца, также обогащена ими.

Спектрофотометрические исследования виноматериалов, приготовленных по одной и той же технологии из четырех сортов винограда (рис. 15), показали, что хотя все виноматериалы близки по спиртуозности и кислотности, однако их показатели экстинкции сильно отличались.

Исследование фракций, полученных при перегонке виноматериалов из разных сортов винограда, позволили установить, что для каждой фракции имеется определенный максимум поглощения света в соответствующем интервале длин волн, который зависит от накопления в них определенных компонентов (рис. 16).

Следует отметить, что конструкция перегонного аппарата также оказывает влияние на состав получаемых фракций.

Поставленные Г. И. Фертманом и В. С. Литваком опыты показали, что способ подогрева (огневой или паровой) не оказывает существенного влияния на состав погон, а

система аппарата (см. табл. 18) заметно сказывается на содержании примесей в получаемых фракциях.

В данном случае сгонку виноматериала проводили на модернизированном шарантском аппарате, снабженном одной ректификационной тарелкой, и на аппарате однократной перегонки ПУ-500.

Как видно из данных табл. 18, ректификация способствует накоплению в головной фракции примесей при однократной сгонке. Обращает на себя внимание большее количество летучих кислот по фракциям дистиллята, чем при перегонке на шарантском аппарате, что объясняется двукратной сгонкой и концентрированием их в барде.

При дистилляции виноматериала наибольшее содержание фурфурола наблюдается в хвостовой фракции.

Кроме того в ней имеются малоисследованные эфиры, оказывающие, по-видимому, положительное влияние на вкусовые качества коньячного спирта. При двойной перегонке виноматериала и спирта-сырца на шарантских аппаратах создаются условия для концентрирования их в средней фракции, тогда как на аппаратах прямой сгонки эта возможность исключена. Добавление хвостовой фракции к виноматериалу приводит к концентрированию фурфурола и эфиров в коньячном спирте. Таким образом, внесение хвостовой фракции при дистилляции на аппаратах прямой сгонки необходимо и полезно. Следует отметить, что усиленная ректификация отрицательно влияет на состав средней фракции: она обогащается нежелательными компонентами, например, альдегидами и высшими спиртами.

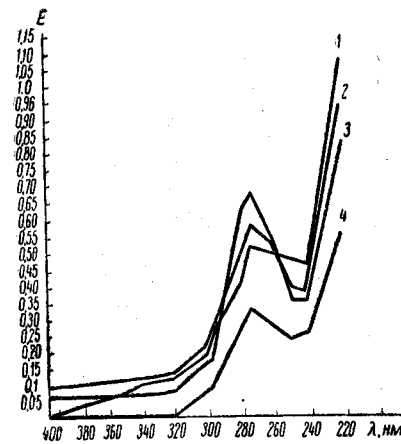


Рис. 15. Кривые поглощения света в ультрафиолете виноматериалами, приготовленными из разных сортов винограда:

1 — из сорта Кахет, 2 — из сорта Воскеат, 3 — из сорта Ркацители, 4 — из сорта Баян-Ширей.

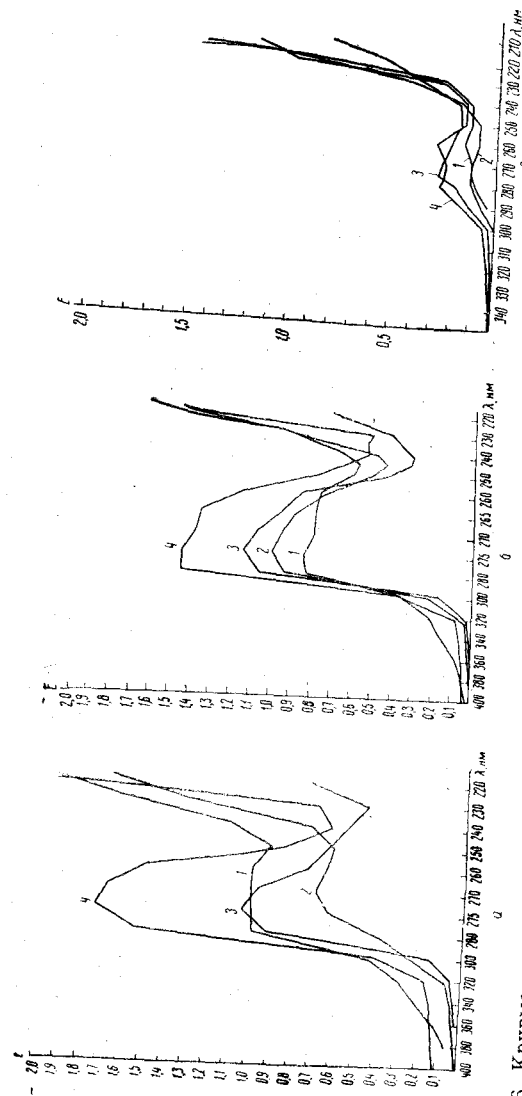


Рис. 16. Кривые поглощения света фракциями, полученными при перегонке виноматериалов из разных сортов винограда: а — сорт винограда Воскеат, б — сорт винограда Кахет, в — сорт винограда Банани; 1 — спирт-сырец, 2 — головная фракция, 3 — средняя фракция, 4 — хвостовая фракция.

Таблица 18

Химический состав (в мг/л) фракций отгона, полученных на аппаратах прямой сгонки

Фракции	Летучие кислоты	Альдегиды	Ацетаты	Высшие спирты	Фурфурол	Средние эфиры
---------	-----------------	-----------	---------	---------------	----------	---------------

Аппарат прямой сгонки с дефлегмационными тарелками

Головная	258	367,0	18,4	1675	Нет	809
Средняя	338	166,9	11,1	1361	0,27	144
Хвостовая	462	28,5	4,8	40	1,50	158

Аппарат прямой сгонки ПУ-500 (перегонка виноматериала)

Головная	422	847,0	26,5	3400	Нет	2604
Средняя	466	279,0	23,6	2703	Следы	354
Хвостовая	684	45,8	5,9	140	4,57	151

Аппарат прямой сгонки ПУ-500 (перегонка виноматериала с хвостовой фракцией)

Головная	400	852,0	23,6	3446	1,40	2570
Средняя	466	228,0	18,3	2370	1,81	306
Хвостовая	756	36,2	5,9	90	5,70	153

Методом газо-жидкостной хроматографии Б. В. Липис и З. А. Мамакова нашли в коньяке четырнадцать веществ: ацетальдегид, два неидентифицированных вещества, метилацетат, этилацетат, изопропилацетат, пропилацетат, метанол, этанол, *n*-пропанол, изобутанол, *n*-бутанол и 2 изомера изоамилового спирта.

Используя в качестве растворителя пентан, И. А. Егоров тем же методом идентифицировал высшие спирты, входящие в состав сивушного масла коньячного спирта. Он нашел, что наряду с метанолом и этанолом в нем содержится изопентанол (11,4% отн.), изобутанол (3,22%), *n*-пропанол (1,66%), *n*-бутанол (1,2%). Количественно, методом хроматографии на бумаге, было найдено, что в коньяке содержание изоамилового спирта достигает 150 мг/л, изобутилового спирта 15 мг/л и *n*-пропилового 7,5 мг/л.

ВАКУУМ-ПЕРЕГОНКА

Имеются данные, что коньячный спирт, полученный при перегонке под вакуумом (при разрежении 100—150 мм рт. ст. и температуре перегонки 40—50° С), отличается исключительной мягкостью, тонкостью вкуса и отсутствием жгучих тонов и пригорелых привкусов. По сообщениям Барбе, коньячные спирты, полученные перегонкой под вакуумом, обладают важным качеством — содержат меньше эфиров, что, по его мнению, позволяет исключить из технологической схемы дорогостоящую операцию выдержки.

Е. Л. Мнджоян исследовал процесс перегонки под разрежением 100—150 мм рт. ст., когда парообразование (кипение) в кубовом опытном аппарате наступает при 40—50° С.

В табл. 19 приведен химический состав виноматериала, приготовленного из винограда сорта Кахет, и отдельных погонов, полученных при его перегонке под вакуумом и при нормальном давлении. Из данных этой таблицы видно, что при вакуум-перегонке в дистиллят переходит незначительная часть летучих кислот и они не принимают активного участия в процессе эфиروобразования. Низкая температура в кубе приостанавливает процесс перехода эфиров в погон. Кислые эфиры вновь почти не образуются, а содержащиеся в виноматериале в основном остаются в кубе. Задерживается переход в дистиллят высших спиртов, что связано с отсутствием в данном случае образования азеотропных смесей с их участием. Хвостовые фракции содержат больше высших спиртов, чем головные, что не наблюдается при перегонке в нормальных условиях. Новообразования летучих компонентов почти не происходит. При вакуум-перегонке изменяется характер перехода отдельных летучих компонентов по фракциям, что связано с изменением величины их коэффициентов испарения. Различие химического состава коньячных спиртов, полученных перегонкой под вакуумом и при нормальном давлении, четко выявляется при измерении их спектра поглощения. Об этом свидетельствует рис. 17, на котором приведены кривые поглощения света в ультрафиолете молодым коньячным спиртом, полученным из виноматериала, приготовленного из винограда сорта Кахет. При обычных условиях перегонки коньячный спирт дает максимум поглощения при длине

Таблица 19
Химический состав коньячных спиртов, полученных при перегонке под вакуумом и нормальным давлением

Испытуемый образец	Крепость, % об.	Кислоты (в пересчете на 100% спирта)	Альдегиды		Ацетали	Эфиры, мг-экв/л			Фурфурол, мг/л	Выс- шие спирты	Мети- ловый спирт
			мг/л			общие	средние	кислые			
			г/л								

Перегонка под вакуумом

Исходный виноматериал	10,6	0,97	14,1	10,2	5,1	2,2	2,9	0,1	0,72	0,10
Спирт-сырец	35,4	0,22	18,8	8,4	0,74	0,64	0,1	0,05	0,56	0,04
Головная фракция	74,7	0,07	40,4	14,1	0,32	0,32	0,0	Следы	0,32	0,08
Средняя фракция	73,9	0,09	10,3	4,2	0,58	0,58	0,0	"	0,38	0,09
Хвостовая фракция	32,0	0,16	2,4	1,8	1,4	1,2	0,2	0,05	0,74	0,12

Перегонка при нормальном давлении

Исходный виноматериал	10,6	0,97	14,1	10,2	5,1	2,2	2,9	0,1	0,72	0,10
Спирт-сырец	35,5	0,51	94,4	41,2	5,7	3,2	2,5	0,8	1,2	0,28
Головная фракция	77,7	0,11	289,0	88,1	15,0	13,3	1,7	1,4	2,4	0,42
Средняя фракция	70,8	0,18	48,5	29,5	5,2	4,0	1,2	1,8	1,9	0,20
Хвостовая фракция	24,3	0,42	7,8	5,6	7,7	4,1	3,6	0,3	0,32	0,09

волны 270 нм, при перегонке под вакуумом это максимум отсутствует. Можно считать установленным, что перегонка виноматериала и спирта-сырца под вакуумом для получения коньячного спирта коренным образом отличается от перегонки в нормальных условиях. При этом в кубе почти не протекают те химические и физико-химические процессы, которые наблюдаются при обычной перегонке.

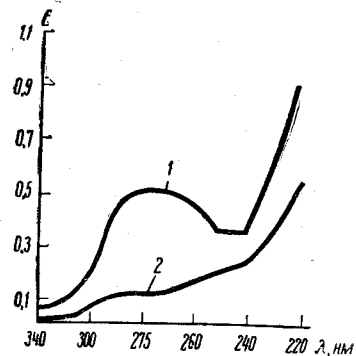


Рис. 17. Кривые поглощения света в ультрафиолете молодыми коньячными спиртами, полученными из виноматериала сорта Кахет:

1 — без вакуум-перегонки, 2 — с вакуум-перегонкой.

ри на специально сконструированных аппаратах.

НЕПРЕРЫВНАЯ ПЕРЕГОНКА

При этом методе перегонки происходит непрерывная подача подлежащего перегонке материала и непрерывный отбор готового продукта и отходов. Принцип работы непрерывно действующего перегонного аппарата заключается в том, что из подвергаемого перегонке материала непрерывно выделяют или один готовый продукт, содержащий все летучие компоненты, находившиеся в перегоняемом материале, или несколько продуктов (фракций), различных по составу.

Непрерывная перегонка вытеснила периодическую перегонку в большинстве отраслей промышленности. Во многих странах (США, Болгарии, Югославии, Румынии) стали широко применять непрерывную перегонку виноматериалов для получения коньячного спирта. Однако конь-

ячные спирты, получаемые на аппаратах непрерывного действия, как правило, отличаются пониженным содержанием наиболее ценных примесей. Это связано с тем, что аппараты непрерывного действия имеют ректификационную колонну, в которой происходит очищение и укрепление спирта. Кроме того при непрерывной перегонке виноматериал не подвергается длительному нагреву и поэтому в нем не успевает происходить новообразование примесей, хотя, как показали К. А. Калунянц и Г. И. Фертман, в процессе непрерывной перегонки бражки и ректификации спирта на аппаратах непрерывного действия происходит известное новообразование эфиров. Перегонка на кубовых аппаратах периодического действия сопровождается многочасовым кипячением виноматериала, при котором происходит новообразование летучих примесей — фурфурола, эфиров и других, переходящих в погон и играющих важную роль при старении коньячного спирта. При перегонке на кубовых аппаратах получаемый спирт ректификации не подвергается, а его укрепление происходит за счет процесса дефлегмации.

Таким образом, для получения коньячного спирта необходимого качества непрерывную перегонку следует проводить в условиях, близких к условиям перегонки на кубовом аппарате.

В частности, виноматериал перед подачей на перегонку необходимо подвергнуть длительной тепловой обработке, чтобы в нем могли происходить процессы новообразования ряда летучих примесей, как и при длительной перегонке виноматериала на кубовом аппарате двойной сгонки. На перегонку, таким образом, подают виноматериал, предварительно прошедший тепловую обработку и освобожденный от головной фракции. Для отделения головной фракции целесообразно воспользоваться дефлегматором, устанавливаемым над перегонной колонной. Дефлегматор является необходимым элементом каждого перегонного аппарата. Основное назначение его заключается в снабжении колонны флегмой. Одновременно он производит дополнительное укрепление спиртовых паров. Эффективность дефлегматора зависит от его конструкции. В некоторых типах аппаратов дефлегматор становится преимущественно укрепляющим органом, заменяя значительное число тарелок в колонне. В процессе однократной дефлегмации пары, содержащие спирт и воду,

Химический состав фракций при разных режимах перегонки

Наименование продуктов	Спирт, % об.	Кислоты, г/л		Средние эфиры, г/л	Альдегиды	Фурфурол	Высшие спирты, г/л
		нелетучие	летучие		мг/л		
Исходный виноматериал	9,8	5,1	0,29	0,26	16	—	0,30

Периодическая перегонка
методом двойной сгонки

Спирт-сырец	21,1	—	0,18	0,42	49	3,3	0,59
Головная фракция . .	75,0	—	0,09	3,20	740	Следы	4,40
Основная фракция . .	67,0	—	0,09	0,55	136	10,0	1,70
Хвостовая фракция . .	21,0	—	0,12	0,43	44	1,5	0,35
Барда	0,1	9,0	0,37	0,23	8	1,9	0,06

Непрерывная перегонка
с отбором хвостовой фракции

Виноматериал после кипячения	8,9	5,1	0,29	0,28	22	2,3	0,25
Головная фракция . .	72,2	—	0,12	1,30	530	Следы	4,38
Основная фракция . .	67,8	—	1,12	0,42	117	8,0	1,48
Хвостовая фракция . .	19,2	—	0,24	0,51	34	11,8	0,94
Барда	0,0	6,2	0,31	0,26	9	0,9	0,01

Непрерывная перегонка
без отбора хвостовой фракции

Виноматериал после кипячения	9,0	5,1	0,29	0,28	22	2,2	0,25
Головная фракция . .	71,5	—	0,12	1,24	515	Следы	4,30
Основная фракция . .	67,7	—	9,12	0,49	118	11,3	1,76
Барда	0,0	5,8	0,32	0,27	9	1,2	0,01

поступая в охлажденное пространство, мгновенно конденсируются, причем образующая жидкость выходит из контакта с парами. В этом случае происходит небольшое укрепление спиртовых паров.

Если конденсация паров протекает постепенно, образующийся конденсат не удаляется и все время находится в контакте с парами, то происходит постепенная дефлегмация. В таком случае за счет дефлегмации достигается более значительное укрепление спиртовых паров путем вторичного испарения (ректификации).

В условиях перегонки виноматериалов, когда за счет процесса дефлегмации надо довести спирт до крепости 68—70% об., нет надобности применять совершенные конструкции дефлегматоров, обладающих укрепляющим действием. Целесообразно применять наиболее простой по устройству дефлегматор, например, тарельчатый или трубчатый.

При работе перегонного аппарата отбирают головную фракцию из преднагревателя, снабженного дефлегматором, готовый продукт (коньячный спирт) — из дефлегматора, хвостовую фракцию — из паровой фазы с одной из тарелок перегонной колонны, барду — из куба. Барда в кубе может быть задержана для протекания процесса новообразования примесей.

Известны многочисленные конструкции непрерывно действующих коньячных перегонных аппаратов, предусматривающие более совершенную тепловую обработку материала перед перегонкой в теплообменниках и включение в цикл перегонки эшюрационной колонны, предназначенной для концентрирования удаляемых примесей (ацетальдегида, уксусноэтилового эфира) в головной фракции. Состав фракций, полученных на кубовом перегонном аппарате методом двойной сгонки и на непрерывно действующем аппарате Анапского винзавода, устроенном по схеме КТИППа, при 12-часовой тепловой обработке виноматериала представлен в табл. 20.

Из данных табл. 20 видно, что при непрерывной перегонке с отбором хвостовой фракции получен коньячный спирт, обедненный примесями: фурфуролом на 20%, средними эфирами на 24% и высшими спиртами на 13%. Это связано с тем, что отобранная из перегонной колонны хвостовая фракция была более обогащена этими примесями, чем при периодической перегонке. Непрерывная пе-

регонка без отбора хвостовой фракции позволила получить коньячный спирт, близкий по составу к спирту, полученному на периодически действующем аппарате. Выход коньячного спирта при непрерывной перегонке без отбора хвостовой фракции возрос на 17,8—20% по сравнению с периодической перегонкой.

Последующие опыты В. А. Маслова показали, что в условиях непрерывной перегонки виноматериалов новообразование примесей может быть достигнуто за счет предварительного кипячения виноматериала в течение 12 ч, а также кипячения виноматериала в колонне и барды в кубе от 75 до 170 мин. В табл. 21 приведен баланс примесей, полученный в процессе непрерывной перегонки виноматериалов при различном времени пребывания виноматериала и барды в аппарате.

Таблица 21

Влияние продолжительности нагрева на новообразование летучих компонентов

Продукт	Количество продукта, г	Содержание примесей, г					
		летучие кислоты	летучие кислоты	средние эфиры	альдегиды	фурфурол	высшие спирты
Виноматериал после 12-часового кипячения	401,8	2049	116,5	114,1	8,8	0,884	98,2

При кипячении вина и барды в аппарате в течение 75 мин

Основная фракция . .	52,8	—	6,3	26,2	6,2	0,597	92,8
Барда	349,0	2024	109,9	94,2	3,1	0,401	4,5
Итого	401,8	2024	116,2	120,4	9,3	0,998	97,3
Виноматериал после 12-часового кипячения	402,1	2050	120,6	115,0	8,7	0,889	99,7

При кипячении вина и барды в аппарате в течение 170 мин

Основная фракция . .	53,3	—	4,9	42,6	7,9	0,922	97,5
Барда	348,8	1988	115,1	84,1	1,7	0,226	2,4
Итого	402,1	1988	120,0	126,7	9,6	1,148	99,9

Из данных табл. 21 видно, что в колонне и кубе происходит новообразование альдегидов, средних эфиров и фурфурола, зависящие от продолжительности кипячения виноматериала и барды в аппарате.

В табл. 22 сопоставлен химический состав коньячных спиртов, полученных на аппарате периодического и непрерывного действия при различной скорости паров в свободном сечении колонны (0,35—0,40 и 0,13—0,15 м/сек), что позволяло проводить кипячение виноматериала и барды в аппарате соответственно 75 и 170 мин.

Таблица 22

Влияние скорости перегонки на новообразование летучих компонентов

Методы перегонки	Спирт, % об.	Летучие кислоты	Средние эфиры	Альдегиды	Фурфурол, мг/л	Высшие спирты, г/л
		г/л				
Периодический	67,0	0,09	0,55	0,136	10,0	1,70
Непрерывный, со скоростью 0,35—0,40 м/сек	67,7	0,12	0,49	0,118	11,3	1,76
То же, со скоростью 0,13—0,15 м/сек	62,7	0,09	0,80	0,148	17,3	1,83

Как видно из данных табл. 22, уменьшение скорости непрерывной перегонки вызывает повышение содержания примесей: альдегидов, фурфурола, эфиров в коньячном спирте, что связано не только с процессом новообразования примесей, но зависит и от степени концентрирования их в колонне.

Непрерывная перегонка виноматериала в колонных аппаратах при низкой (0—1,0% об.) концентрации этилового спирта сопровождается нарушением равновесного состояния системы жидкость—пар. Одной из причин этого нарушения является брызгоунос, который в основном зависит от скорости движения паров в колонне.

СПИРТОМЕТРИЯ И УЧЕТ ПРИ ПЕРЕГОНКЕ

Учет в коньячном производстве осложняется тем, что в ходе различных технологических операций значительно изменяется объем продукта и его вид.

Чтобы получить сопоставимые величины, принято учитывать виноматериалы, спирт-сырец и коньячные спирты по объему и в пересчете на безводный спирт. Прежде всего следует правильно отобрать пробу для анализа и точно определить содержание в ней спирта. При отборе проб виноматериала из каждой бочки (в соответствии с ее объемом) берут определенное количество его и сливают в посуду. После перемешивания виноматериала наливают в две поллитровые бутылки. Одна из них предназначается для определения содержания этилового спирта (крепости), а другую закупоривают и оставляют как резерв. При отборе проб спирта-сырца, коньячного спирта, головных и хвостовых фракций, если они хранятся в бочках, поступают так же, как и при взятии средней пробы виноматериала. Если же указанные продукты хранятся в больших емкостях, то пробы нужно отбирать послойно, так как спиртовые жидкости при хранении расслаиваются и в верхних слоях крепость всегда несколько выше, чем в нижних. Содержание этилового спирта согласно ГОСТ 3639—61 «Растворы водно-спиртовые. Методика определения крепости» выражается в объемных процентах, показывающих число объемных частей безводного спирта, содержащихся в 100 объемах водно-спиртового раствора при 20° С. На коньячных заводах содержание этилового спирта в коньячных спиртах и коньяках определяется в дистилляте стеклянными спиртомерами типа А с ценой деления 0,1. Для научных исследований, требующих большей точности, лучше всего определять относительную плотность водно-спиртовой жидкости (дистиллята) пикнометром, а затем по соответствующей официальной таблице находят крепость, отвечающую найденной плотности.

Для перевода показаний стеклянного спиртомера в объемные проценты служат спиртомерные таблицы Комитета стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР (ГОСТ 3639—61), в которых изложен и способ их применения.

Объем водно-спиртового раствора выражается в литрах при температуре раствора 20° С.

При учете коньячного спирта определяют количество литров безводного спирта, заключающегося в данном объеме водно-спиртового раствора при нормальной температуре 20° С.

При этой температуре количество безводного спирта находится как произведение объема спирта на его крепость в объемных процентах. Но в большинстве случаев при учете спирта приходится объемы водно-спиртовых жидкостей измерять при температурах, отличающихся от 20° С.

Табл. II и III спиртомерных таблиц содержат множители, позволяющие определять объем безводного этилового спирта при 20° С, заключающийся в данном объеме водно-спиртового раствора, независимо от изменения объема жидкости под влиянием температурных колебаний. Умножение найденного по таблице множителя на объем водно-спиртового раствора, определенный при данной температуре, даст объем содержащегося в жидкости безводного спирта, отнесенный к температуре 20° С.

ГЛАВА V

ПЕРЕГОННЫЕ АППАРАТЫ

Для перегонки виноматериалов и коньячных спиртов применяют сравнительно несложные перегонные аппараты. В зависимости от способа действия различают аппараты периодического и непрерывного действия. К первым относятся кубовые перегонные аппараты, на которых загрузка куба виноматериалом или спиртом-сырцом, перегонка их на коньячный спирт и отвод барды производятся периодически, на вторых аппаратах все эти операции проводятся непрерывно.

КУБОВЫЕ ПЕРЕГОННЫЕ АППАРАТЫ (ШАРАНТСКОГО ТИПА)

Простейшие кубовые аппараты шарантского типа могут быть как с паровым, так и с огневым обогревом.

Различие между этими аппаратами заключается только в конструкции куба. Для аппаратов с паровым обогревом в кубе дополнительно устанавливают змеевик, которого нет в аппаратах с огневym обогревом. Кроме того, учитывая разрушительное действие пламени, дно куба для аппаратов с огневym обогревом делают толще, чем для аппаратов с паровым обогревом. Форма дна куба для огневых аппаратов всегда должна быть несколько вогнутой, чтобы не пригорали остатки барды при сливе ее из куба. Для аппаратов с паровым обогревом дно куба может быть как вогнутым, так и выпуклым, поскольку спускной кран можно установить сбоку или в центре дна. В огневых аппаратах спускной кран монтируется только сбоку, так как центр дна находится в топке.

Многолетние наблюдения показывают, что способ обогрева почти не отражается на качестве коньячного

спирта (вопреки укоренившемуся во Франции мнению). Однако монтаж аппаратов с огневym обогревом, их обслуживание и расход топлива обходятся во много раз дороже, чем аппаратов с паровым обогревом. Кроме того, кубы огневых аппаратов изнашиваются гораздо быстрее, чем паровых. Наблюдения авторов показали, что смон-

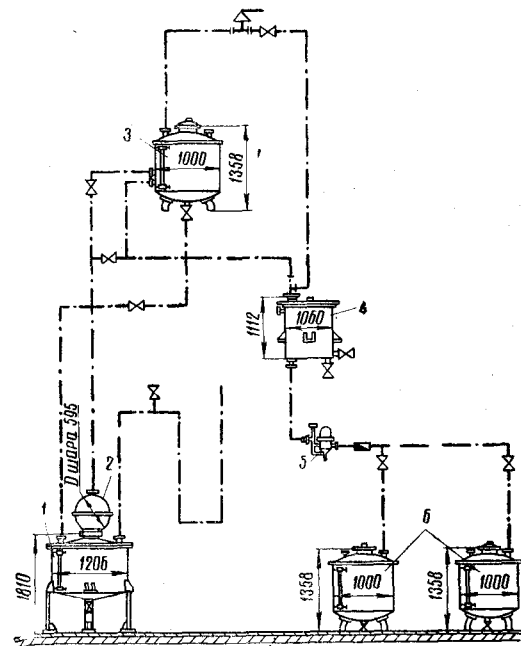


Рис. 18. Схема кубового перегонного аппарата с паровым обогревом:

1 — куб, 2 — шаровой дефлегматор, 3 — подогреватель, 4 — холодильник, 5 — спиртовой фонарь, 6 — сборники спирта.

тированные в 1946 г. на Тираспольском и Кишиневском коньячных заводах аппараты с паровым обогревом работали более 15 лет без замены днищ. В то же время имевшиеся на винпунктах Молдавии аппараты с огневym обогревом нуждались в частом капитальном ремонте (в основном — в замене днищ).

Поэтому в последние годы в СССР большинство коньячных аппаратов шарантского типа переведено на паровой обогрев; аппараты с огневym обогревом сохранились

лишь на небольших винпунктах, не имеющих источников пара.

Аппараты с паровым обогревом, как уже указывалось, дают возможность увеличить содержание дрожжей в перегоняемых виноматериалах без опасности их пригорания, что в некоторых случаях позволяет улучшить качество спиртов.

Перегонные аппараты шарантского типа с паровым обогревом (рис. 18) состоят из следующих основных частей: перегонного куба, шарового дефлегматора с естественным воздушным охлаждением, подогревателя, холодильника, спиртового фонаря. Они комплектуются напорным резервуаром, контрольным спиртоизмеряющим снарядом и спиртоприемником.

Кроме этих основных частей установка включает коммуникационные трубы и арматуру — впускные и выпускные краны, указатели уровня, воздушные краники, паровые вентили, люки.

Все части аппарата изготовляют из красной меди.

Характеристика отдельных частей перегонного аппарата. Напорный резервуар служит емкостью, откуда сырье (виноматериал или спирт-сырец) периодически направляется на перегонку.

Напорный резервуар соединяется с порционниками-подогревателями одним магистральным винопроводом, проходящим вдоль ряда подогревателей и снабженным отводными патрубками к каждому из них. На этой магистрали установлен кран, с помощью которого регулируют загрузку подогревателей. Емкость напорного резервуара рассчитывается на производительность установки.

Перегонный куб (рис. 19) представляет собой медный резервуар 1 цилиндрической формы со слегка выпуклым дном и крышкой. Дно и крышка крепятся заклепочными швами или сваркой. Иногда крышка делается съемной на болтах, что, однако, не рекомендуется во избежание потерь спирта.

Во Франции для кубов с огневым обогревом принята шаровидная (в виде луковицы) форма куба. Такая форма исключает возможность пригорания остатков дрожжей, облегчает его мойку.

Куб с выпуклым дном устанавливается на опорах стойки 11, и основное усилие приходится на центр свободно висящего дна куба. В связи с этим усложняется мон-

таж установки и увеличивается ее стоимость за счет металлических опор.

На дно куба укладывается глухой плоскоспиральный змеевик 10 для парового обогрева с патрубками 8 для ввода и 9 для вывода пара. Куб в нижней части снабжен краном 7 для спуска барды и отработавшей жидкости.

На крышке куба имеется лазовый люк 3 диаметром 400 мм для осмотра и чистки, ремонта и других работ. Люк герметически закрывается крышкой посредством болтов и прокладок. При нормальной работе куба люк

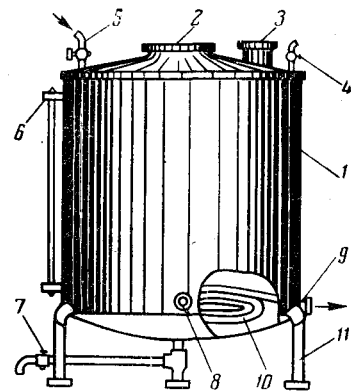


Рис. 19. Куб перегонной установки.

открывается только два раза в год: перед сезоном и по окончании его.

Воздушный краник 4 предназначен для впуска и выпуска воздуха при загрузке и выгрузке куба, а впускной питательный кран 5 — для загрузки куба сырьем из подогревателя. На выводной горловине 2 монтируется шаровой дефлегматор.

Для контроля за наличием жидкости сбоку куба имеются патрубки с краниками 6, на которых монтируется стеклянная трубка — указатель уровня.

Первые образцы аппаратов шарантского типа не имели никаких предохранительных устройств. В последнее время кубы снабжаются гидравлическими манометрами, которые представляют собой открытую медную трубку, вмонтированную в крышку куба и доходящую почти до его дна. Снаружи к верхнему концу трубки присоединяется изогнутая трубка, образующая колено и заканчивающаяся сверху насадкой из стеклянной трубки. Колено заполняется водой и по колебанию ее уровня аппаратчик может судить об изменениях давления во время перегонки. Такое устройство предотвращает аварии в случае закупорки коммуникаций и повышения давления в кубе.

Наиболее распространенные кубы имеют полезную емкость 65 и 85 дал; геометрический объем куба примерно на $\frac{1}{3}$ больше его полезной емкости.

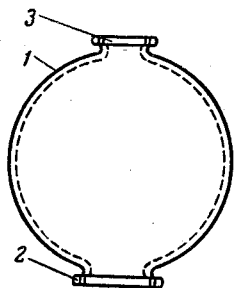


Рис. 20. Шаровой дефлегматор.

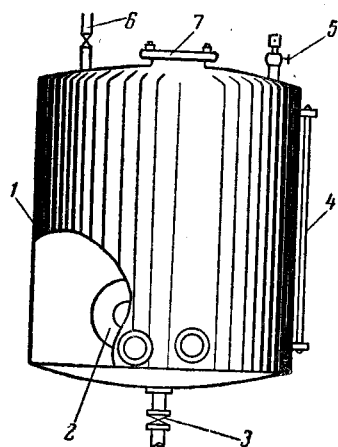


Рис. 21. Порционник-подогреватель.

В шаровом дефлегматоре (рис. 20) происходит незначительное укрепление спирта за счет образования флегмы (1,2—2 л/ч) в результате естественного воздушного охлаждения спиртовых паров.

Дефлегматор представляет собой полый шар 1, выполненный из листовой меди с двумя диаметрально противоположными отверстиями, оборудованными фланцами 2 и 3.

Порционник-подогреватель (рис. 21) служит для предварительного подогрева виноматериала и измерения его объема перед загрузкой в куб.

Виноматериалы или спирт-сырец подогреваются в нем до 60—80°С. Таким образом, сырье поступает в куб подогретым, что намного сокращает время доведения его до кипения, т. е. увеличивает производительность установки, сокращая продолжительность перегонки. Для подогрева

сырья в порционнике используется тепло паров водно-спиртовой смеси, поступающей из куба, следовательно, экономится также и топливо.

Порционник-подогреватель представляет собой медный луженый цилиндр 1, внутри которого смонтирован один виток 2 коммуникации, по которой проходят спиртовые пары из куба. У входа в подогреватель коммуникационная труба раздваивается, и с помощью трехходового крана спиртовые пары могут направляться через подогреватель или, минуя его, непосредственно в холодильник установки.

Подогреватель снабжен внизу спускным краном 3 и коммуникацией для загрузки сырья самотеком в установленный ниже куб. Сбоку подогревателя монтируется указатель 4 уровня с мерной шкалой. Сверху подогреватель герметически закрыт крышкой, в которой имеется воздушный краник 5 для выпуска и впуска воздуха при загрузке и выгрузке и питательный патрубок 6, доходящий почти до дна подогревателя и соединенный с магистральной коммуникацией напорного резервуара для загрузки сырья в куб. В центре крышки сделан люк 7 для проведения ремонтных работ, очистки подогревателя и пр.

При повышенной температуре из виноматериала или сырья выделяются легколетучие примеси. Если эти пары оставить в подогревателе, то при открытии воздушного краника они уйдут в атмосферу и произойдут потери.

Применяются два варианта отвода спиртовых паров из подогревателя. Первый вариант, очень простой, заключается в том, что к крышке подогревателя припаивается отводная трубка небольшого диаметра, которая у холодильника установки соединяется с паропроводящей коммуникацией. Отводная трубка снабжена паровым вентилем, который открывается только после переключения трехходового крана на подогреватель и после того как содержимое подогревателя достигнет температуры 50°С.

В другом варианте, более сложном, отводящая трубка заканчивается самостоятельным змеевиком, который помещен в холодильник.

По этому варианту устроены подогреватели в перегонных установках емкостью 85 дал с паровым обогревом, разработанных Гипроспиртвино.

Емкость подогревателей несколько больше загрузочной емкости кубов.

Холодильник (рис. 22) служит для охлаждения спиртовых паров, их конденсации и снижения температуры конденсата до определенного предела (не выше 16°С).

Применяемые в коньячном производстве холодильники состоят из стального цилиндрического корпуса 1, внутри которого устанавливается спиральный медный змеевик 2.

Общая поверхность змеевика 5—7 м². Кожух холодильника имеет два штуцера: нижний 9, через который по трубопроводу 3 поступает холодная вода, и верхний 7 с присоединенным к нему трубопроводом 8 для удаления

горячей воды. На трубопроводах 3 и 8 установлены регулировочные краны 10 и 11. Таким образом создается противоточное движение паров спирта, поступающих в верхнюю часть змеевика холодильника, и поступающей в нижнюю часть холодильника воды, охлаждающей змеевик. Штуцер 6 предназначен для спуска промывной воды.

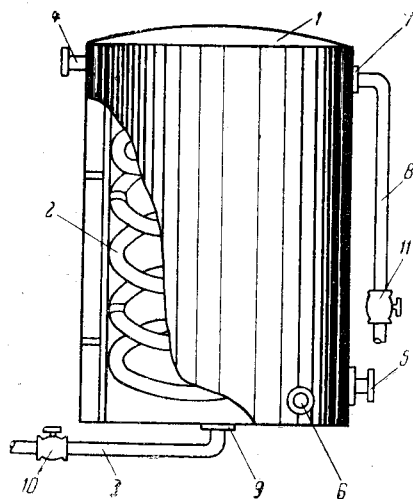


Рис. 22. Холодильник.

разбирать, монтировать и ремонтировать.

Спираль змеевика укладывают почти горизонтально, с небольшим уклоном книзу. Нужно обращать особое внимание на положение спирали, чтобы отдельные витки не имели обратного уклона, т. е. снизу вверх, иначе в этих местах будет скапливаться жидкость и создаваться гидравлические карманы, препятствующие нормальному плавному истечению спирта из холодильника. При наличии гидравлических карманов спирт из холодильника будет вытекать периодически, толчками, и во всей системе может повыситься давление.

Спиртовой фонарь (эпруvette) (рис. 23) служит для контроля за ходом сгонки. По характеру вытекающей из фонаря струи жидкости аппаратчик судит о работе установки, а вмонтированными в фонаре контроль-

ными приборами — стеклянным спиртомером и термометром определяется крепость и температура продукта.

Спиртовой фонарь состоит из чашки 1. В ней установлен стакан 4, в котором свободно плавает стеклянный спиртомер и укреплен термометр. Спирт из холодильника поступает в трубку 3, снабженную воздушником 6 для эвакуации газов (воздух, углекислый газ). Из трубки в нижнюю часть чашки спирт поднимается по стакану и сливается из фонаря через патрубок 5. Сверху фонарь посредством имеющейся на чашке обечайки герметически закрывается стеклянным колпаком 2. Все части фонаря изготовлены из луженой меди. Иногда внизу у вводного патрубка монтируется пробный краник 7 для отбора проб на анализ спирта. По существующему положению фланцы, стеклянный колпак и спускной кран спиртового фонаря пломбируются.

Приемник спирта (рис. 24) служит для сбора спирта-сырца и различных фракций коньячного спирта, получаемых на перегонной уста-

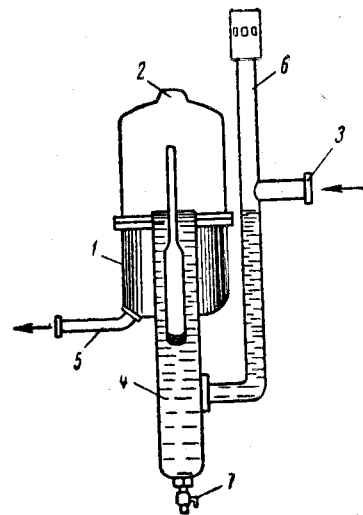


Рис. 23. Спиртовой фонарь.

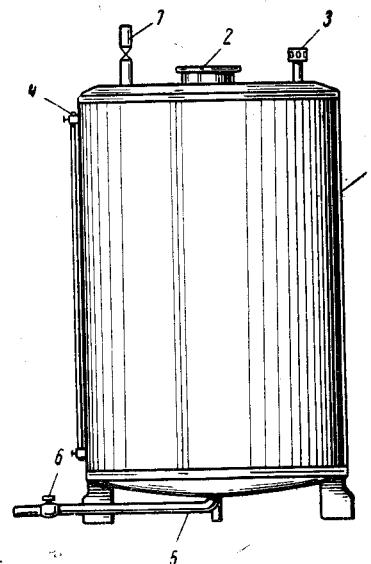


Рис. 24. Спиртоприемник.

новке. Спиртоприемник представляет собой цилиндрический сосуд 1 из меди, луженый внутри и снабженный кранами впускным 7 и выпускным 6, установленными на трубопроводе 5, воздушником 3, лазовым люком 2 и указателем уровня 4.

Спиртоприемники устанавливают таким образом, чтобы спирт поступал в них самотеком из контрольных снарядов.

Для удобства работы емкость приемника должна равняться суточной производительности всех аппаратов установки, причем для поступления головных и хвостовых фракций выделяется отдельный сборник. Приемники стандартных размеров поставляются в комплекте с аппаратами по два на каждый куб. Приемники, предназначенные для средней фракции, соединяют между собой перепускными трубами и монтируют в виде батареи сообщающихся сосудов. Из спиртоприемников продукция один раз в сутки перекачивается насосами.

Техническая характеристика шарантского аппарата

Производительность аппарата по вину, дал/сутки	250
Продолжительность перегонки, ч	7—8
виноматериала	10—12
спирта-сырца	
Емкость перегонного куба, дал	
полная	120
рабочая	85
Поверхность охлаждения, м ²	
холодильника	3,2
дефлегматора	0,95
Температура греющего пара, °С	150
Диаметр куба, мм	1376
Высота куба, мм	1760
Диаметр порционника, мм	950
Высота, мм	1840
Диаметр спиртосборника, мм	958
Высота, мм	1840
Масса установки, кг	1555

АППАРАТ С ДЕФЛЕГМАЦИОННЫМИ ТАРЕЛКАМИ

Аппарат этой конструкции служит для получения коньячного спирта из виноматериалов путем однократной перегонки (рис. 25).

Они отличаются от описанных выше шарантских аппаратов тем, что вместо шарового дефлегматора на кубе монтируются две чечевицеобразные медные тарелки с во-

дяным охлаждением, называемые дефлегмационными тарелками, или тарелками Писториуса.

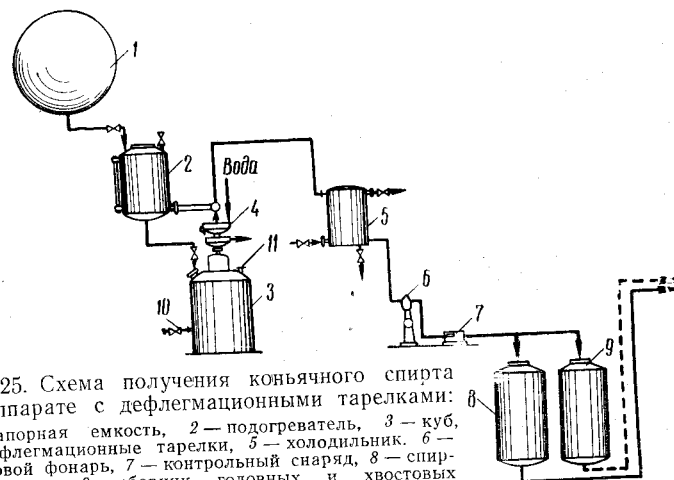
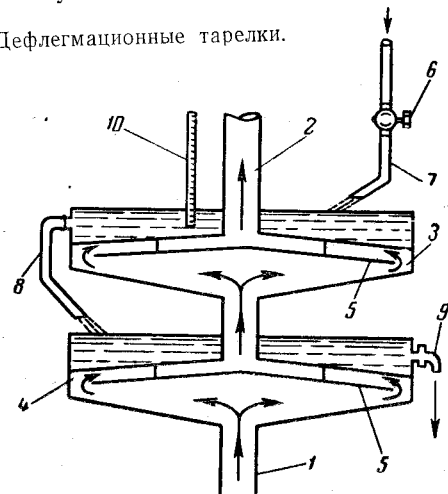


Рис. 25. Схема получения коньячного спирта на аппарате с дефлегмационными тарелками: 1 — напорная емкость, 2 — подогреватель, 3 — куб, 4 — дефлегмационные тарелки, 5 — холодильник, 6 — спиртовой фонарь, 7 — контрольный снаряд, 8 — спиртоприемник, 9 — сборник головных и хвостовых фракций, 10 — вентиль на паровой линии, 11 — воздушник.

Дефлегмационные тарелки (рис. 26) представляют собой полые, соединенные между собой чечевицеобразные сосуды 3 и 4, снабженные в центре диамет-

Рис. 26. Дефлегмационные тарелки.



рально расположенными отверстиями с патрубками 1 и 2, из которых первый присоединяется к горловине куба, а

второй — к паропроводящей коммуникации. Диаметр тарелки 800 мм.

Тарелки внутри снабжены медным зонтом 5, предназначенным для дополнительной дефлегмации и препятствующим прямому выходу паров. Снаружи к тарелкам припаяны бортики с патрубками 7, 8 и 9 для пропуска охлаждающей воды. Вода поступает на верхнюю тарелку из крана 6 по патрубку 7, сливается через патрубок 8 на нижнюю тарелку, а с нижней тарелки сливается через патрубок 9 с противоположной стороны. Для измерения температуры воды служит термометр 10.

Степень дефлегмации регулируется притоком холодной воды на верхнюю тарелку.

Практика показала, что для однократной перегонки нецелесообразно использовать кубы малой емкости, применяемые при шарантском методе перегонки.

АППАРАТ ОДНОКРАТНОЙ ПЕРЕГОНКИ ПУ-500

(Арм. НИИВВиП) системы Зорабяна

Аппарат (рис. 27) состоит из перегонного куба 2 полезной емкостью 500 дал. В нижней части куба размещен змеевик 12, сбоку конденсатоотводчик 13 и устройство для

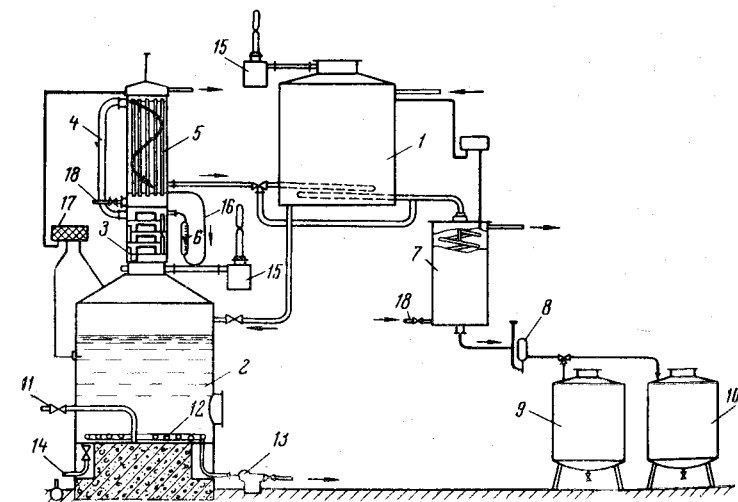


Рис. 27. Схема перегонного аппарата ПУ-500.

выпуска барды 14. В верхней части размещена укрепляющая колонна с тремя-четырьмя колпачковыми тарелками 3 и дефлегматор 5; они соединены между собой с помощью трубы 4 и флегмовой коммуникацией 16. Дефлегматор связан с порционником-виноподогревателем 1, из которого виноматериал поступает в куб 2. В дальнейшем водно-спиртовые пары поступают в холодильник 7 и в сконденсированном виде через фонарь 8 попадают в спиртоприемник 9, а головная фракция — в приемник 10.

Убедившись в полной герметичности установки, в перегонный куб заливают 500 дал виноматериала и, открыв вентиль пара 11, ведут нагрев его. Образовавшиеся в кубе пары поднимаются по тарелкам колонны 3, укрепляясь на них, а впоследствии по отводной трубе 4 проходят в дефлегматор 5, в котором также происходит их укрепление.

Образующаяся при этом флегма стекает по V-образной трубе 16 на тарелки колонки. В дальнейшем пары спирта проходят в змеевик порционника-виноподогревателя для нагрева очередной навалки, контролируемого термометром 20, или по обводной трубе непосредственно поступают в холодильник 7.

В период перегонки порционник-виноподогреватель заполняют новой навалкой вина в количестве 450 дал. Оставшаяся свободная часть (50 дал) предназначена для залива хвостовых фракций, которые получают от перегонки предыдущих навалок и нагревают ее до 80° С. В тех случаях, когда виноматериалы заранее скупажированы с хвостовыми фракциями, виноподогреватель заполняется полностью.

Одновременно аппаратчик ведет наблюдения за показаниями манометрических термометров 17, установленных на перегонном кубе и дефлегматоре, а также за давлением в вакуум-прерывателе 15. Как только давление в вакуум-прерывателе начнет подниматься, а это признак начала кипения виноматериала в кубе, что также подтверждается и показаниями термометров, подачу пара в змеевик куба уменьшают и после появления дистиллята в фонаре открывают вентиль 18 для подачи воды в холодильник 7 и дефлегматор 5.

Головную фракцию крепостью 80—87% об. отбирают в количестве 0,8—1,2% от общего количества спирта в

навалке. Этот спирт используют для получения ректификата.

В процессе перегонки средней фракции не допускается бурного кипения, гидравлических толчков и увеличение давления в кубе более 300—400 мм вод. ст. по стеклу вакуум-прерывателя 15, которое поддерживается на уровне 500 мм при отборе хвостовой фракции. В противном случае могут происходить перебросы и загрязнение спирта бардой.

При отгоне головной и средней фракции охлаждение дефлегматора регулируется с таким расчетом, чтобы плавок ротаметра 6 поддерживался в нужных границах отбора флегмы.

Отбор коньячного спирта прекращается при крепости дистиллята в фонаре 40—45% об.

Перегонку хвостовой фракции ведут форсированно до нулевой крепости дистиллята, после чего проводят слив кубовых остатков (барды).

Смешивание хвостовых фракций производится не более 5—6 раз, после чего полученную от последней перегонки хвостовую фракцию перекачивают в сборник для головных погонов и сдают на ректификацию.

Техническая характеристика аппарата ПУ-500

Суточная производительность по коньячному спирту (при двух навалках по 500 дал), дал безводного спирта	100
Расход пара, кг/ч	230
Расход воды, м ³ /ч	1,75
Давление пара в колонне, атм	0,10
Общая емкость куба, дал	670
Полезная емкость куба, дал	500
Число тарелок в колонне	3—4
Масса аппарата, т (материал — медь)	6,0
Габариты, мм	6500×5000× ×6000

АППАРАТЫ НЕПРЕРЫВНОГО ДЕЙСТВИЯ

Развитие техники ставит перед коньячным производством задачу замены малопроизводительных аппаратов более производительными с использованием перегонки в непрерывном потоке.

Многие специалисты коньячного производства ранее считали, что коньяк хорошего качества можно получить только при перегонке виноматериала на аппаратах шапрантского типа небольшой производительности. Так, например, Крюсс отмечал, что лишь крупные французские фирмы, особенно на юге Франции, применяют на своих предприятиях также и аппараты непрерывного действия, хотя это рассматривается как нарушение традиций. В настоящее время аппараты непрерывного действия применяются в Калифорнии, где они являются основным типом коньячных аппаратов (большой частью производительностью от 50 до 60 дал/ч, хотя есть и более крупные двухколонные аппараты производительностью до 150 дал/ч).

По данным Валера, применяемые в США перегонные аппараты непрерывного действия значительно различаются по размерам, производительности и конструктивным деталям. Тем не менее, все они состоят в основном из одних и тех же главных частей: перегонной колонны, ректификационной колонны, подогревателя и конденсатора. Одним из распространенных типов аппаратов непрерывного действия, применяемых в коньячном производстве Калифорнии, является аппарат Бема, в котором ректификационная колонна расположена непосредственно над перегонной. В двухколонном аппарате Коффи перегонная и ректификационная колонны установлены рядом, что делает возможным извлечение как сивушных масел, так и низкокипящих компонентов. Кроме того, при таком устройстве можно сильно уменьшить высоту перегонного аппарата. Наконец, изредка применяется третий тип аппарата непрерывного действия, состоящий из трех секций, из которых первые две (перегонная и ректификационная колонны) поставлены одна над другой, как в одноколонных аппаратах, а третья, так называемая альдегидная секция, представляет собой самостоятельную колонну. В этом аппарате полученный обычным путем спирт направляется в альдегидную колонну, из которой удаляется от 2 до 10% головного погона, а коньячный спирт вытекает из нижней части колонны в виде хвостового погона.

По данным того же Валера, наиболее распространенной конструкцией аппарата непрерывного действия является аппарат Кренца, хотя наряду с ним применяются также и другие конструкции: Барбе, Гебера, Эгро и др.

Все современные коньячные аппараты непрерывного действия снабжены специальной контрольно-измерительной аппаратурой; большинство процессов в производстве коньячных спиртов автоматизировано.

Наиболее распространенные в Калифорнии одноклонные аппараты имеют диаметр от 0,9 м и высоту от 9 до 12 м. Общее число тарелок составляет от 27 до 44. Спирты, предназначенные для коньячного производства, получают обычно крепостью 75—85% об., а спирты, идущие на крепление вин, имеют крепость 93—95% об.

Валер указывает, что по мнению опытных калифорнийских специалистов для достижения оптимальных качеств коньяка в отношении букета и вкуса необходимо перегонять виноматериал до получения дистиллята крепостью от 77 до 88% об. Перед перегонкой содержание спирта в исходных виноматериалах доводится обычно до 6—7% об.

В литературе приводится краткое описание оборудования коньячных заводов, работающих по схеме непрерывной перегонки. Одним из крупных заводов, работающих по методу непрерывной перегонки, является завод в Сан-Франциско. В коньячном цехе этого комбината имеются бетонные хранилища для исходных виноматериалов емкостью по 20—65 тыс. дал, покрытые внутри микрокристаллическим воском. На этом заводе аппараты состоят из выварной и укрепляющей колонны.

Аппараты непрерывного действия установлены также во многих европейских странах: Румынии, Венгрии, Болгарии и Югославии.

Перегонный аппарат КПИ. Этот аппарат конструкции Г. Г. Агабальянца и В. А. Маслова существенно отличается от моделей иностранных фирм. В нем созданы условия для новообразования летучих компонентов применением тепловой обработки виноматериала и отдельного отбора головной фракции.

Аппарат КПИ (Краснодарского политехнического института) состоит из четырех основных узлов: выварной и элюационной колонн, кубов для кипячения вина и барды, преднагревателей (рис. 28).

Виноматериал, поданный насосом 1, поступает в напорный резервуар 2, а затем самотеком через нагреватель 3 в преднагреватели 4. В преднагревателях поддерживают температуру 80—90° С. Здесь в течение 10—12 ч

происходят основные новообразования эфиров, альдегидов, фурфурола. Прогретый виноматериал насосом 6 подается в среднюю часть элюационной колонны 7, откуда после отбора головных примесей спускается по тарелкам в куб 11, а спиртовые пары, укрепляясь на тарелках и в дефлегматоре 8, конденсируются в холодильнике 9 и через фонарь в виде головной фракции выводятся из аппарата в сборник 10.

Кипящий виноматериал из куба 11 переходит по U-образной трубе на верхнюю тарелку выварной колонны 12. Здесь спиртовые пары через дефлегматор 14 уходят в холодильник 15, где они конденсируются и в виде коньячной фракции выводятся через фонарь в спиртоприемник 16, а барда удаляется через бардную регулятор 17.

По рекомендации авторов для увеличения новообразований виноматериал в кубе 11 кипятится 2—3 ч, а кипячение барды в кубе 13 длится 4—5 ч.

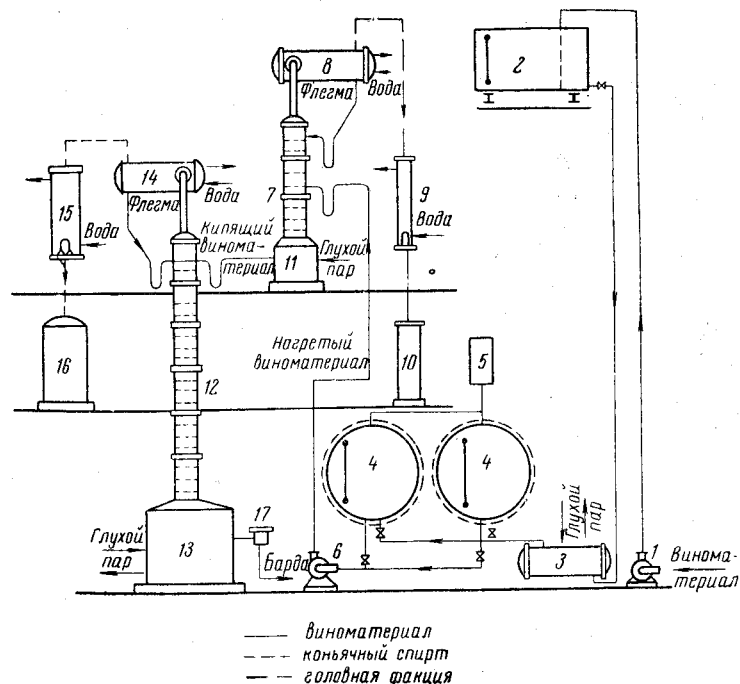


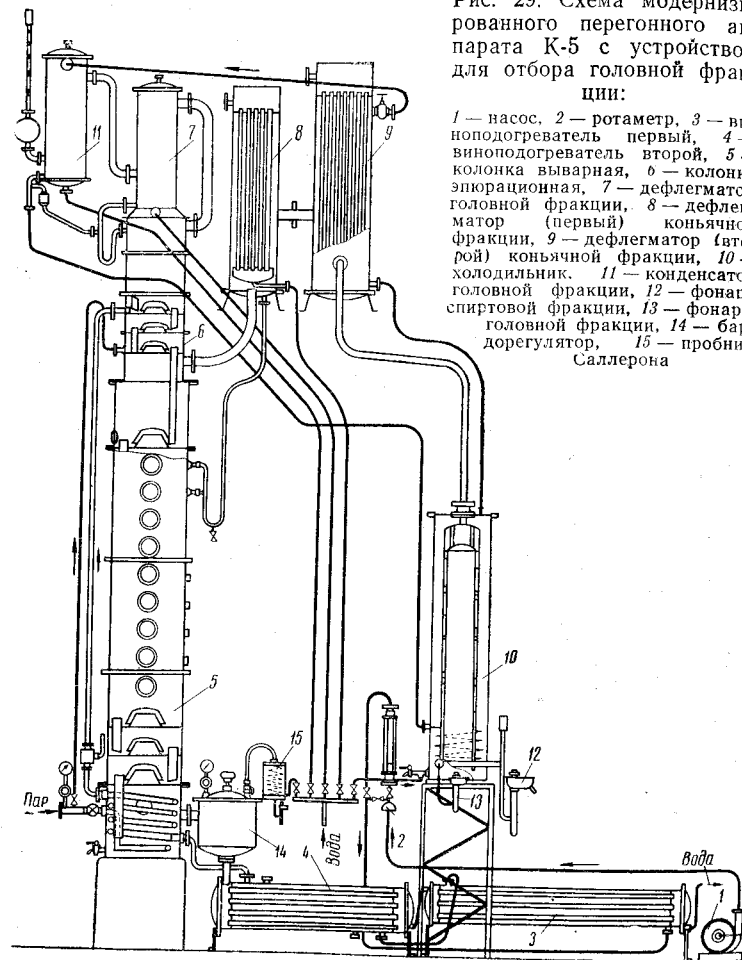
Рис. 28. Схема непрерывно действующего аппарата конструкции КПИ.

Аппарат К-5. Непрерывно действующий аппарат К-5 (рис. 29) был поставлен в Советский Союз из Болгарии. Он состоит из выварной колонны с 13-ю колпачковыми тарелками, трех дефлегматоров, холодильника, виноподогревателя. Производительность его до 18 дал коньячно-го спирта в час. Аппарат удобен в эксплуатации, не металлоемок.

Основным недостатком его является отсутствие устройства для отбора головной фракции, а также незначи-

Рис. 29. Схема модернизированного перегонного аппарата К-5 с устройством для отбора головной фракции:

1 — насос, 2 — ротаметр, 3 — виноподогреватель первый, 4 — виноподогреватель второй, 5 — колонка выварная, 6 — колонка эспирационная, 7 — дефлегматор головной фракции, 8 — дефлегматор (первый) коньячной фракции, 9 — дефлегматор (второй) коньячной фракции, 10 — холодильник, 11 — конденсатор головной фракции, 12 — фонарь спиртовой фракции, 13 — фонарь головной фракции, 14 — бардорегулятор, 15 — пробник Саллерона



тельное образование летучих компонентов, в основном фурфурола вследствие кратковременного теплового воздействия на вино.

В соответствии с правилами производства коньяка (утверждены Госкомитетом по пищевой промышленности при Госплане СССР от 29 июля 1965 г.) и МРТУ № 18/2—64 коньячный спирт можно получать только фракционной перегонкой с отбором головных и хвостовых погонов или только головных.

В связи с этим возникла необходимость предусмотреть устройство для отбора головной фракции, а также внести ряд теплотехнических усовершенствований в конструкцию аппарата К-5.

Установка была модернизирована по схеме МНИИПП (рис. 29). Для отбора головной фракции в ней предусматривается отдельный узел из колонки с семью колпачковыми тарелками, дополнительного дефлегматора 9, холодильника 10 и фонаря 12.

Техническая характеристика аппарата К-5 с отбором головной фракции

Производительность по виноматериалу, дал/сутки	2900—3000
Производительность по коньячному спирту, дал безводного спирта в сутки	290—300
Давление, атм	
греющего пара в магистрали	4—5
в нижней части колонны	0,08—0,10
Расход пара, кг/ч	300
Расход воды, м ³ /ч	2—3
Габариты, м	
наибольшая высота	10
длина по фронту	5
ширина	1,5

Непрерывно действующий аппарат МНИИПП. Как уже отмечалось выше, при перегонке виноматериалов и спирта-сырца происходит новообразование летучих веществ (альдегидов, эфиров, фурфурола и др.). Интенсификация этого процесса обусловливается составом виноматериала и продолжительностью дистилляции. На шарантском аппарате виноматериал и сырец нагревают в течение 18—20 ч, на аппарате КПИ виноматериал пребывает в установке почти такое же время.

Однако процессы новообразования отдельных компонентов могут быть связаны не только с продолжительно-

стью кипячения. Не менее важное значение имеет повышение температуры кипения исходного продукта.

Согласно правилу Вант-Гоффа, повышение температуры на 10 град увеличивает скорость химической реакции в 2—3 раза.

Исследования на специально сконструированном лабораторном аппарате при нагреве до 100—120° С в течение 0,25—6 ч показали, что с увеличением температуры значительно возрастает количество общих эфиров, альдегидов и фурфурола.

Были установлены оптимальные параметры по температуре и времени нагрева. Для получения спирта, равноценного по составу спирту, получаемому на шарантских аппаратах, время теплового воздействия на виноматериал можно принять не более 3 ч, а температуру перегрева в пределах 102—110° С.

Следовательно, способ интенсификации процесса новообразования летучих компонентов в виноматериале путем перегрева позволяет достичь желаемых результатов в 5—6 раз быстрее, что позволяет применять перегонный аппарат более компактной конструкции.

Для осуществления непрерывной перегонки виноматериала с предварительной интенсификацией процесса В. М. Малтабар, М. Г. Ульянов и В. В. Андреев предложили новый непрерывно действующий аппарат (рис. 30), основными частями которого являются: колонна истощения 1 с дефлегматором 2, конденсатором-холодильником коньячной фракции 5 и бардорегулятором 10, перегревателя вина 7, охладителя перегретого вина 8; узел элюрации вина, включающий элюрационную колонку (верхняя часть колонны 1), дефлегматор 3 и конденсатор-холодильник головной фракции 4.

Колонна 1 имеет 24 одноколпачковые тарелки, 17 из них находятся в истощающей части колонны и 7 — в элюрационной. Подогрев виноматериала в колонне истощения ведется острым паром, вводимым через барботер, расположенный в нижней царге кипятыльника.

В элюрационной колонне 16 для кипячения используется часть водно-спиртовых паров, поступающих из колонны истощения, и острый пар, вводимый через барботер, установленный на 18-й (снизу) тарелке.

Аппарат конструкции МНИИПП установлен на Бельцком и Бардарском заводах Главвинпрома МПП МССР.

Проведенные в 1966 г. испытания аппарата показали, что полученный на нем спирт по составу и качеству близок к спиртам, полученным на шарантском аппарате. Газохроматографические исследования коньячных спиртов, полученных на шарантском (а) и аппарате

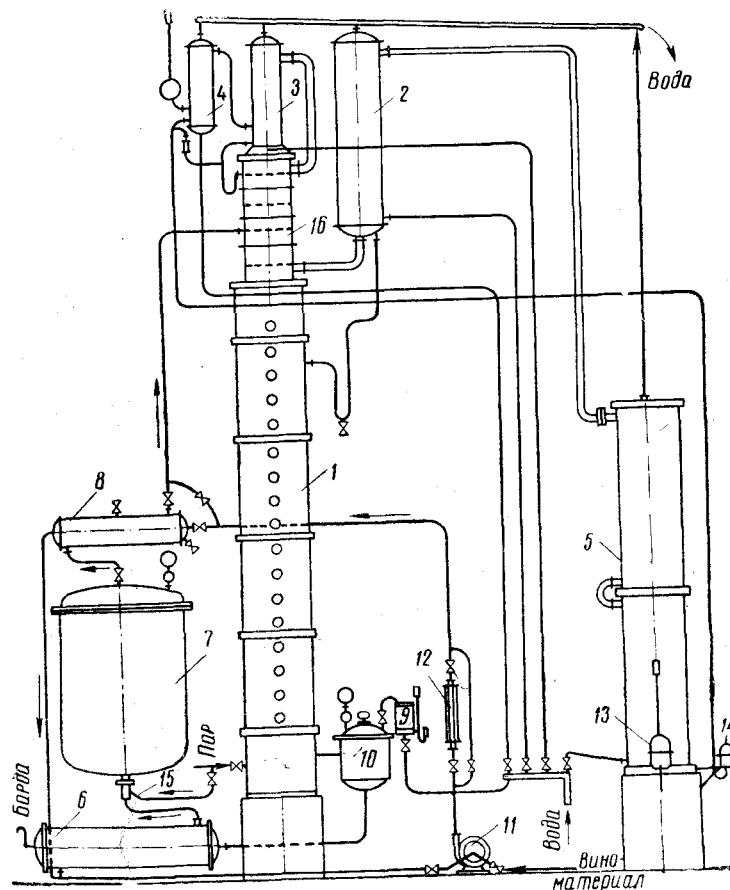


Рис. 30. Схема перегонного аппарата конструкции МНИИПП:
1 — колонна, 2 — дефлегматор фракции коньячного спирта, 3 — дефлегматор головной фракции, 4 — холодильник головной фракции, 5 — холодильник коньячного спирта, 6 — подогреватель вина, 7 — перегреватель вина, 8 — охладитель, 9 — сальперон, 10 — бардорегулятор, 11 — насос, 12 — ротаметр, 13 — фонарь спиртовой, 14 — фонарь для отбора головной фракции, 15 — смеситель, 16 — элюрационная колонна.

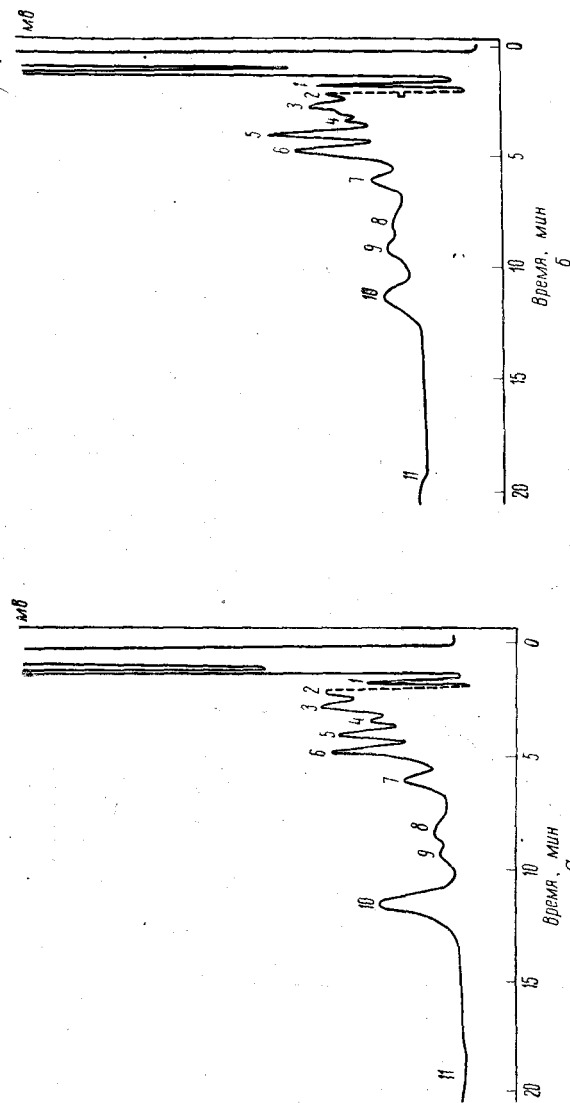


Рис. 31. Хроматограммы высококипящих компонентов коньячных спиртов, полученных из одного виноматериала на шарантском аппарате (а) и на аппарате МНИИППа (б):
1 — этилкаприлат, 4 — изобутилкаприлат, 5 — этилкаприлат, 7 — дециловый спирт, 8 — фенилэтилдекат, 9 — этиллаурат, 10 — этиллауровый спирт, 11 — этиллауровый спирт, 2, 3, 6, — неидентифицированные вещества.

МНИИПП (б), выполненные Б. В. Липисом и З. А. Мамаковой, показали, что спирты почти идентичны по составу (рис. 31).

Подробное описание работы аппарата приводится ниже, при характеристике установки К-5М, в которой используется основной ее узел — перегреватель виноматериала.

Непрерывно действующий аппарат К-5М. В 1966 г. были проведены сравнительные испытания описанных выше непрерывно действующих аппаратов отечественной конструкции. В качестве контрольного был взят шарантский аппарат. Результаты испытаний показали, что по качеству коньячные спирты очень близки.

Обсуждение материалов испытания дало основание создать новую конструкцию, в которой сочетался бы метод перегрева виноматериала и длительного кипячения барды.

В основу нового аппарата К-5М взят аппарат МНИИПП, дооборудованный кубом длительного кипячения барды (предложение Г. Г. Агабальянца и В. А. Маслова).

Этот аппарат принят в 1968 г. Государственной комиссией к внедрению и пущен в серийное производство.

Техническая характеристика аппарата К-5М

Суточная производительность, дал	
по виноматериалу	до 4000
по коньячному спирту (считая на безводный)	до 400
Давление греющего пара в магистрали, атм	5—6
Расход пара, т/ч	0,7—0,8
Избыточное давление в колонне, атм	0,10—0,12
Расход охлаждающей воды, м ³ /ч	3,6
Высота аппарата, м	12,83

Аппарат (рис. 32) состоит из трубчатого теплообменника 1, виноперегревателя 2, охладителя 3, выварной колонны 5 с 16-ю одноколпачковыми тарелками, эспурационной колонны 4 для отбора головной фракции с 7-ю одноколпачковыми тарелками, бардяного куба 6, бардорегулятора 7, пробника Саллерона 8, барботера-смесителя 9, дефлегматора головной фракции 10, конденсатора головной фракции 11, дефлегматора коньячного спирта 12, конденсаторов 13 и 14, холодильника коньячного спир-

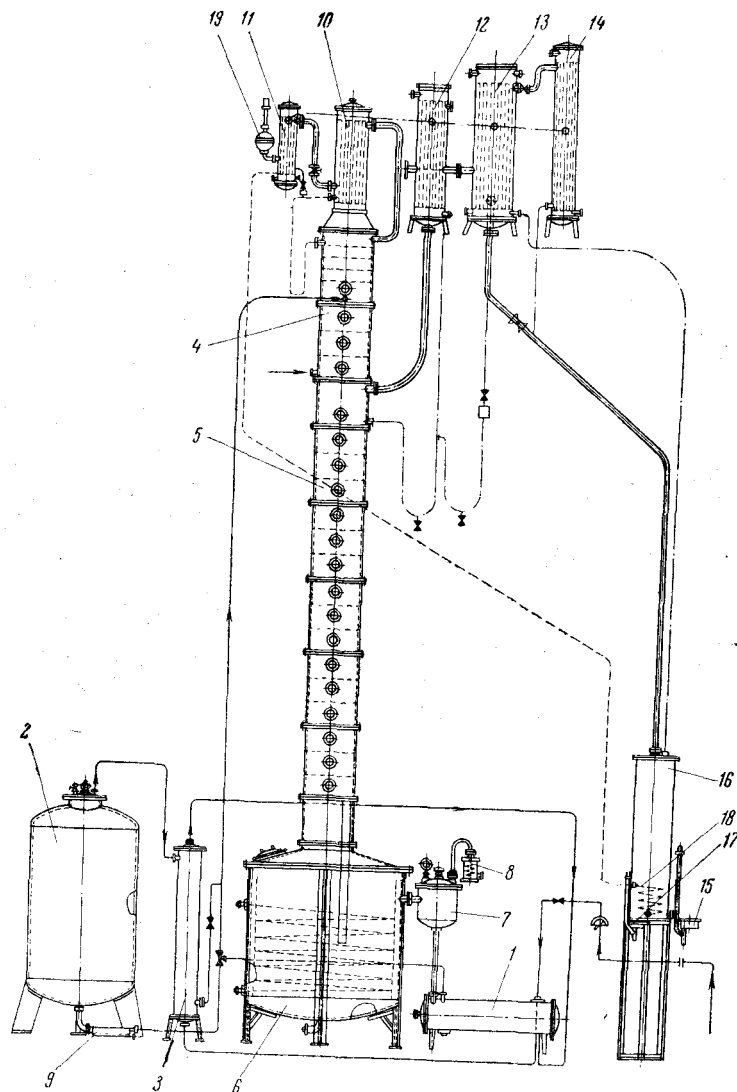


Рис. 32. Схема перегонного аппарата К-5М.

та 16, фонарей головной фракции 17 и коньячного спирта 15, холодильника головной фракции 18, газоотделителя 19, трехходового крана 20.

ГЛАВА VI ПЕРЕГОНКА ВИНМАТЕРИАЛОВ И СПИРТА-СЫРЦА

ПОДГОТОВКА ПЕРЕГОННЫХ АППАРАТОВ К РАБОТЕ И ИХ ПРОВЕРКА

Известно, что при перегонке винматериалов и сырца как жидкая, так и парообразная фазы влияют на металл, из которого изготовлена перегонная аппаратура, — происходит коррозия, в результате которой состав и свойства его изменяются.

Коррозия начинается на поверхности металла и постепенно распространяется на более глубокие слои. Различают два вида коррозии: 1) электрохимическую, которая вызывается действием на металл растворов электролитов и обусловливается наличием местных электрических токов; 2) химическую, которая типична для действия на металл жидких сред, неспособных проводить электрический ток.

Чаще всего в коньячном производстве разрушение металлов вызывается электрохимической коррозией. На скорость коррозии оказывает влияние как состояние поверхности, так и характер ее обработки. С повышением чистоты обработки поверхности металла повышается его химическая стойкость. Из практики известно, что грубо обработанная шероховатая поверхность подвергается коррозии быстрее, чем полированная. Объясняется это тем, что к участкам металла в углублениях поступает меньше кислорода, чем к поверхностным, в связи с чем может возникнуть концентрационный элемент. Скорость коррозии зависит от концентрации и состава агрессивной среды; большое влияние оказывает также величина рН. С повышением концентрации водородных ионов в растворах кислот скорость коррозии возрастает. Чем выше кис-

лотность перегоняемого вина, тем быстрее может произойти износ куба.

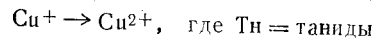
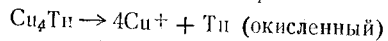
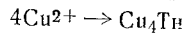
С повышением температуры скорость коррозии металлов, как правило, возрастает.

Медь и ее сплавы — весьма распространенные материалы в химическом машиностроении.

Техническая медь обычно содержит не менее 99,5% меди. Из примесей, имеющих в меди, особенно опасны висмут, свинец, кислород и сера. Висмут не растворим в меди и образует с ней эвтектическую смесь, плавящуюся при 270°С, располагающуюся по границам зерен. Поэтому при обработке в горячем состоянии медь подвержена красноточности. Аналогично висмуту действует примесь свинца. Кислород и сера образуют с медью химические соединения — окись меди и сернистую медь, которые в свою очередь также образуют с медью эвтектическую смесь. Примесь никеля, серебра, олова и цинка не оказывает вредного влияния на механические свойства меди. Примеси железа, мышьяка и сурьмы вредны. Медь обладает большой вязкостью и хорошо обрабатывается в горячем и холодном состоянии. Из нее можно изготавливать детали аппаратов как простой, так и сложной конструкции.

Для увеличения срока эксплуатации перегонных аппаратов внутреннюю поверхность куба подвергали лужению. Однако полуда через 2—3 месяца растворяется и сходит, а внутренняя поверхность куба быстро покрывается таннатом меди.

Работами Л. М. Джанполадяна и Х. М. Ханамиряна доказано, что танат меди — неустойчивое комплексное соединение, он выделяет в среду восстановленные одновалентные ионы меди, которые, превращаясь в двухвалентные, вновь образуют танаты. Окислительно-восстановительные реакции через купротанаты являются одной из каталитических реакций, участвующих в процессах новообразования при перегонке.



При подготовке аппаратов к работе необходимо провести перепакровку всех фланцевых соединений и пришлифовку кранов и вентиля.

Во время перепакровки обращают внимание на качество прокладочного материала: он должен быть прочным и мягким, не иметь неприятного запаха, который мог бы переходить с парами в дистиллят и снижать его качество.

Лучшим материалом для этого является клингерит или асбокартон; они в большинстве случаев и используются при ремонтных работах. Пришлифовку кранов и вентиля нужно проводить ежегодно, для этого притирают их на месте и испытывают на герметичность.

По окончании ремонта аппарата, до начала его эксплуатации, проводят тщательные испытания отдельных звеньев и всего аппарата.

Испытание на герметичность куба, дефлегматора и подогревателя. Для испытания на герметичность куб наполняют водой из напорного чана через подогреватель. Воздушный вентиль и спускной кран куба закрывают до отказа. После наполнения куба, дефлегматора и пароотводящих коммуникаций вода поднимается до трехходового крана подогревателя. В этот момент необходимо закрыть трехходовой кран, чтобы дальше вода не поднималась, тогда начнется наполнение подогревателя при открытом воздушнике.

Наполнив систему водой, оставляют ее на 3—4 ч, после чего эту часть установки тщательно осматривают.

Если где-либо обнаружено просачивание воды, это место отмечают и после слива воды устраняют течь.

Проверка змеевиков и коммуникаций. Проверка змеевика нагрева проводится путем подачи в него воды или пара под давлением 2—3 атм. В тех случаях, когда в змеевик попадает вода, куб должен быть пустой и достаточно хорошо освещен для осмотра его внутри. Если на змеевике где-либо разошелся шов или плохо выполнена пайка стыков, то в этих местах просачивается вода. При проверке паром дефектные места в змеевике могут быть обнаружены по выходящей струе пара. Кроме этого, если налить воду в куб с таким расчетом, чтобы она покрыла змеевик, при выходе пар всегда будет барботировать. При обнаружении течи змеевик ремонтируют. Таким же путем может быть проверен и змеевик холодильника. Для проверки от него отсоединяют пароотводящую трубку и спиртовой фонарь и включают систему под давление.

Очень важно также провести проверку коммуникаций, связывающих фонарь с контрольным снарядом и спиртоприемником. Нередки случаи, когда коммуникационные трубки размещают под полом или укладывают в канализационном коллекторе. В этом случае трудно обнаружить течь, поэтому до начала эксплуатации нужно проверить линию паром или водой под давлением.

По окончании испытаний отдельных звеньев проводят сборку аппарата и проверяют его в работе. Вначале приступают к паровому испытанию, для чего куб наполняют водой на $\frac{2}{3}$ емкости и кипятят воду в течение часа. Образующиеся пары пропускают через подковообразную трубу подогревателя и холодильник. Из холодильника предварительно выпускают воду и во всех паровых коммуникациях создают давление до 0,1 атм. Давление проверяют манометром, установленным на перегонном кубе. Давление пара в кубе можно регулировать поворотом трехходового крана, установленного к подогревателю (рис. 33). Обнаруженные места пропуска пара отмечают и после прекращения кипячения, когда металлические части остынут, приступают к исправлению дефектов.

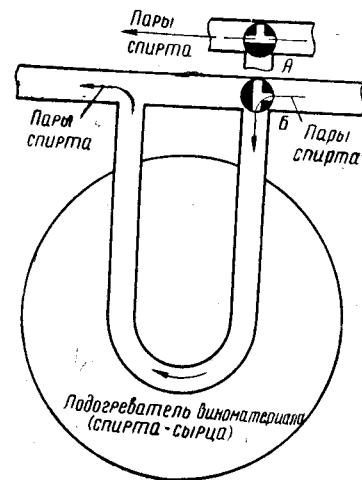


Рис. 33. Схема включения нагрева подогревателя. Положение трехходового крана: А — подогрев отключен, Б — подогрев включен.

Когда металлические части остынут, приступают к исправлению дефектов.

Контрольные перегонки. Помимо указанных видов проверок обязательно следует провести 2—3 контрольные перегонки винноматериала или спирта-сырца. Перегонку ведут обычным способом, принятым на производстве, строго учитывая количество загруженных в куб материалов и полученного дистиллята. В указанных продуктах определяется содержание этилового спирта, после чего проводят расчеты его количества и составляют баланс.

Если разница в содержании этилового спирта между исходным и конечным количеством превышает утверж-

денные нормы, следует проверить исправность всей аппаратуры и режим перегонки. Такая проверка баланса должна продолжаться до тех пор, пока потери спирта не станут равны нормативным или будут ниже их.

КОНТРОЛЬ ЗА РАБОТОЙ АППАРАТОВ

Несмотря на конструктивную простоту перегонных аппаратов, при работе на них иногда допускают нарушения технологических правил, вследствие чего снижается их производительность и получаются коньячные спирты низкого качества. Чтобы обеспечить условия для нормальной работы аппаратов, необходимо контролировать загрузку кубов, интенсивность подогрева винноматериала и сырца во время кипячения, а также регулировать температуру охлаждения воды в холодильнике и дефлегматоре.

Оптимальная величина загрузки куба. В практике коньячного производства установлена загрузка перегонных кубов не на полную емкость.

Оставление воздушной камеры в кубах вызывается требованиями нормальной перегонки. Обычно при огневом подогреве кубов и особенно при перегонке молодых винноматериалов наблюдается вспенивание и значительная пульсация жидкости. Пульсация заметно увеличивается, если куб перегружен и его воздушная камера сильно сокращена. В этих случаях при малейшем нарушении условий подогрева кубовая жидкость мощной струей перебрасывается в змеевик холодильника и в спиртовой фонарь, переливаясь из него в спиртоприемник. Часто бывает очень трудно остановить переброс даже и после того как уменьшена интенсивность подогрева куба. Поэтому надо строго следить за дозировкой сырья при заполнении им подогревателей.

Испытание работы аппаратов при различной степени загрузки показало, что в случаях перегонки молодых винноматериалов (в возрасте 1—2 месяцев) и открытом обогреве куба, заполнение не должно превышать 65% емкости куба. При паровом обогреве можно применять более полную загрузку, доводя ее до 70%. При перегонке спирта-сырца кипение жидкости протекает более спокойно и без пенообразования, поэтому кубы можно загружать до 80% емкости. При перегонке винноматериалов на

аппаратах с дефлегмационными тарелками, в которых вследствие усиленной дефлегмации значительное количество жидкости в виде флегмы возвращается в куб, усиленная пенообразование и пульсацию дистиллята в фонаре, наполнение куба должно составлять не более 65% от общей емкости.

Регулирование нагрева при перегонке. Нормальная работа аппарата и его производительность находятся в прямой зависимости от интенсивности нагрева перегоняемой жидкости.

При интенсивном нагреве продолжительность перегонки сокращается, однако возможны случаи переброса жидкости в дистиллят. В то же время при медленном нагреве, достигаемом меньшей подачей пара в змеевик или усилением огня в топке, продолжительность перегонки возрастает, а производительность аппарата снижается. Следовательно, нагрев жидкости не может быть произвольным, он должен регулироваться в течение всего процесса и быть согласован по времени и скорости сгонки. Для этой цели рекомендуется контролировать интенсивность нагрева по графику перегонки.

Греющий пар от котельной должен подаваться в аппаратный цех при одинаковом избыточном давлении (3—4 атм). Произвольные перепады давления отражаются на регулировании нагрева.

Пар подается в змеевик с помощью вентиля, расположенного вблизи от спиртового фонаря. Обычно до закипания жидкости и появления первых порций дистиллята в фонаре ведут интенсивный подогрев и уменьшают его лишь в тот момент, когда из воздушника начнут выделяться газы. При появлении дистиллята в фонаре подачу пара регулируют таким образом, чтобы струя спирта была равномерной и чтобы его количество отвечало заданному режиму перегонки. При снижении или увеличении подачи пара нормальный ход струи может установиться только через 4—5 мин, поэтому следует избегать частых и резких поворотов вентиля.

В случаях подогрева куба открытым огнем (дровами или углем) нагрев регулируют изменением тяговых усилий топки, открывая поддувало и заслонки трубы. При работе на жидком топливе величину пламени регулируют поворотом вентиля форсунки.

Охлаждение холодильника и дефлегматора. Во время перегонки очень важное значение имеет регулирование степени охлаждения спиртовых паров в холодильнике. Это необходимо не только для того, чтобы обеспечить высокое качество коньячных спиртов, но и для снижения потерь (обычно температуру в холодильнике контролируют на ощупь; в верхней части он должен быть горячим, в средней — теплым, а в нижней — холодным). При таком режиме охлаждения происходит постепенная конденсация паров, что способствует получению менее жгучих спиртов.

Исследования Кишиневского филиала института «Магарач» и Украинского научно-исследовательского института виноградарства и виноделия им. Таирова показали, что степень охлаждения холодильника оказывает большое влияние на потери спирта при перегонке. Это подтверждается данными табл. 23.

Таблица 23

Зависимость потерь при перегонке от степени охлаждения дистиллята

Температура дистиллята в фонаре, °С	Потери спирта, %		
	максимум	минимум	среднее
18	1,40	1,33	1,36
25	1,62	1,56	1,59
32	2,08	1,92	2,00

Установлено также, что при поддержании температуры воды в верхней части холодильника на уровне 45—50°С, а в нижней — 14—16°С дистиллят имеет температуру 16—18°С, что приводит к снижению потерь. Для контроля за степенью охлаждения дистиллята нужно в стакане фонаря установить термометр и следить за его показаниями в течение всего процесса перегонки. С успехом могут быть использованы дистанционные термометры, которые для удобства наблюдения целесообразно монтировать на одном щите.

В тех случаях, когда для охлаждения применяется вода из открытых водоемов и ее температура в весенний

период достигает 20°С и выше, следует вести перегонку несколько медленнее, чем при нормальных условиях.

Необходимо особо тщательно регулировать подачу воды на дефлегмационные тарелки, причем наиболее целесообразно установить для этой цели автоматический регулятор. Соблюдение температурного режима воды на тарелках необходимо не только для получения коньячного спирта определенного состава и качества, но и для снижения расхода пара на единицу продукции. При сильном охлаждении тарелок увеличивается количество флегмы, а следовательно, возрастает и расход пара; спирты получают крепостью более 70% об., обедненные летучими примесями и с уваренными тонами. Температура воды, отходящей из дефлегматора, должна быть 65—70°С. Ее контролируют дистанционно, желательно автоматически соответствующим регистрирующим термометром, установленным на верхней тарелке. Подача воды должна быть плавной, без рывков.

Разгрузка аппарата. По окончании перегонки, когда спиртомер в фонаре покажет отсутствие спирта в дистилляте, прекращают подачу пара в змеевик или значительно уменьшают интенсивность огня в топке и спустя 5—6 мин прекращают приток воды в холодильник и дефлегматор. Затем открывают воздушный вентиль и бардной кран на кубе и выпускают из него барду или отработавшую жидкость. Барду направляют в цех утилизации.

При паровом обогреве куб полностью освобождают от жидкости, оставшейся в нем после перегонки; при подогреве открытым огнем в кубе оставляют от 4 до 6 дал жидкости, чтобы было покрыто все дно куба во избежание подгорания осадков. Освобожденный от барды или отработавшей жидкости аппарат сразу же загружают новой навалкой виноматериалов или спирта-сырца, предварительно нагретых в подогревателе.

ПОЛУЧЕНИЕ КОНЬЯЧНОГО СПИРТА ДВУКРАТНОЙ ПЕРЕГОНКОЙ

На кубовых аппаратах коньячный спирт получают из виноматериалов посредством двух перегонок, в соответствии с технологической схемой.

Приемка сырья. В некоторых винодельческих районах, например в Молдавской ССР, коньячные виноматериалы перегоняют, как правило, на пунктах первичного виноделия, а полученный спирт-сырец вывозят на технические оснащенные коньячные заводы для фракционной перегонки. Такое размещение перегонных аппаратов экономически оправдано, так как на перевозку сырца требуется в три раза меньше транспортных средств, а период перегонки на винпунктах сокращается в 1,5—2 раза. Но большей частью на коньячных заводах перегоняют виноматериалы и спирт-сырец.

Виноматериалы или спирт-сырец поступают на заводы в транспортной таре. Принимают их по весу с последующим пересчетом на объем по относительной плотности. Из поступившей партии сырья отбирают среднюю пробу и одновременно проводят органолептическую оценку. В средней пробе определяют содержание спирта, титруемых кислот, сернистого ангидрида.

В случае обнаружения дефектов виноматериалы или спирт-сырец направляют для переработки на спирт-ректификат.

Подготовка сырья к перегонке. Чтобы получить однородные и качественные коньячные спирты и облегчить контроль дистилляции, следует загружать аппараты однородным сырьем. Для этого поступающие на завод мелкие партии виноматериалов эгализируют и хранят в крупных емкостях. Эгализацию проводят в пределах сорта, а при производстве марочных коньяков — также и района произрастания винограда. Виноматериалы, приготовленные из европейских сортов винограда, нельзя смешивать с виноматериалами из гибридных сортов. Перегонку последних следует проводить отдельно.

При поступлении на завод виноматериалов различной спиртуозности и кислотности их целесообразно эгализировать.

Виноматериалы и сырец, предназначенные для выработки марочных коньяков, нельзя смешивать с ordinарным сырьем.

Перегонка виноматериала. После того как проведена эгализация и виноматериал тщательно перемешан, лаборатория отбирает пробу для анализа. Данные анализа заносят в лабораторный журнал и передают аппарату.

В дальнейшем виноматериал из цистерны 1 (рис. 34) перекачивается насосом в напорный резервуар 2 при закрытом загрузочном вентиле коммуникационной трубы подогревателей. Резервуар каждый раз наполняется до одного и того же уровня, показателем которого является поплавковый сигнализатор.

Закончив заполнение резервуара, открывают вентиль 3 и загружают подогреватель 5.

Перед загрузкой вентиль воздушника открывают и следят за наполнением по мерному стеклу 4, на котором

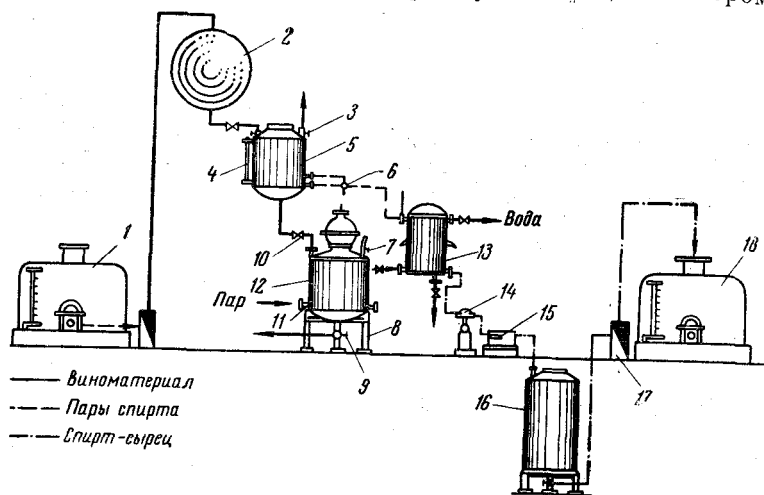


Рис. 34. Схема получения коньячного спирта-сырца на кубовом перегонном аппарате.

отмечен чертой предельный уровень загрузки. На стекла наносят две черты: одну для виноматериалов (меньший уровень наполнения) и другую для спирта-сырца (более высокий уровень). Трехходовой кран 6 устанавливают так, чтобы спиртовые пары из дефлегматора проходили непосредственно в холодильник, минуя подогреватель.

После наполнения подогревателя закрывают загрузочный вентиль напорного резервуара 2 и приступают к наполнению перегонного куба 12, установленного на подставке 8. Перед загрузкой открывают вентиль воздушника 7 и плотно закрывают бардяной вентиль или кран 9. Загрузка ведется из подогревателя через вентиль 10 соединительной трубы.

Когда загрузка куба закончена, закрывают вентиль 10 и воздушник 7 и приступают к подогреву виноматериала. Для этой цели открывают вентиль подачи пара 11 или увеличивают интенсивность огня в топке, регулируя тягу открытием заслонки и поддувала. Одновременно проверяют поступление воды в холодильник 13. Чтобы сэкономить время при доведении жидкости до кипения, аппаратчик начинает форсированный подогрев, не ожидая окончания загрузки куба.

При паровом подогреве и давлении пара 3—3,5 атм виноматериал при первичной загрузке, когда он еще не прогрелся в подогревателе, закипает в кубе за 25—40 мин, а при огневом подогреве — за 50—80 мин. При предварительном подогреве в подогревателе кипение виноматериала в кубе начинается несколько быстрее. Выделяющиеся при кипении пары проходят через дефлегматор и холодильник и нагревают их. В первое время нагрев их можно контролировать на ощупь рукой, а впоследствии, когда пары начинают проходить в холодильник, шлем и труба становятся настолько горячими, что к ним невозможно притронуться. В это время частично прикрывают вентиль подачи пара 11, чтобы избежать переброса кипящей жидкости в холодильник и спиртовой фонарь.

На многих предприятиях момент появления спирта определяют по выделению газов из воздушного фонаря. Эти газы, в состав которых входит в основном углекислый газ, начинают интенсивно выделяться перед закипанием вина, когда температура достигнет 80—85°С.

Выделение газов может быть легко обнаружено, если приложить руку к воздушнику.

В начале перегонки в фонаре 14 появляется очень мутная опалесцирующая жидкость, загрязненная буроватыми и голубыми хлопьями. В этот момент спиртомер показывает низкую крепость (5—10% об.). Эта крепость сохраняется до тех пор, пока вновь поступающий дистиллят не вытеснит из стакана фонаря воду, оставшуюся от предыдущей сгонки. После отбора 3—5 л дистиллят укрупняется до 50—65% об. и начинает осветляться. В дальнейшем крепость его постепенно снижается и в конце сгонки спиртомер показывает нуль.

Во время всего процесса перегонки подогрев жидкости в кубе ведется с таким расчетом, чтобы струя не

пульсировала и плавно вытекала из фонаря. Когда крепость дистиллята в фонаре снизится до 20—15% об., интенсивность сгонки несколько увеличивают, а при 3—2% об. уменьшают. Продолжительность перегонки вино-материала не должна быть меньше 6 ч. Форсированная перегонка не рекомендуется, так как на аппаратах с малой степенью дефлегмации получают сырцы низкой крепости и, кроме того, наблюдаются случаи переброса кубовой жидкости в дистиллят. По мере снижения содержания спирта в перегоняемом виноматериале повышается температура выделяющихся паров, а следовательно, вода в холодильнике нагревается сильнее. Чтобы избежать повышенных потерь, следует в процессе перегонки увеличивать подачу воды и поддерживать температуру на уровне 14—16°С. За 2 ч до окончания перегонки загружают подогреватель следующей порцией вино-материала и проводят его нагрев до 65—70°С. Для этого поворачивают трехходовой кран и направляют пары из дефлегматора в подогреватель.

На Одесском коньячном заводе Н. В. Гаврилов провел испытания и установил, что нагревать виноматериал в подогревателе следует до температуры 80—85°С и поддерживать ее в течение всей перегонки данной навалки. Это способствует увеличению новообразования летучих компонентов. Необходимо контролировать температуру подогрева виноматериала в подогревателе, не допуская высокого перегрева.

По окончании перегонки прекращают подачу пара, не ожидая охлаждения жидкости в кубе, открывают на нем воздушный вентиль 7 и выпускают барду через кран 9. Как только куб освободится, его снова загружают вино-материалом. Наполнение подогревателя и загрузку куба проводят, как описано выше. Полученный спирт из спиртового фонаря 14 поступает в контрольный снаряд 15.

Учет спирта-сырца проводят контрольным снарядом 15, из которого сырец отводится в спиртоприемник 16. После заполнения спиртоприемника сырец насосом 17 перекачивают в цистерну 18 емкостью 1000—1500 дал, в которой проводят эгализацию.

Эгализированный сырец перевозится в специальной (сырцевой) таре на завод для фракционной перегонки.

Требования, предъявляемые к спирту-сырцу. Так как коньячный спирт-сырец является продуктом перегонки виноматериала, то в нем всегда содержатся примеси, находившиеся в виноматериалах. Кроме того в сырец переходят вещества, образовавшиеся в процессе перегонки: фурфурол и другие. Летучие примеси содержатся в сырце в более концентрированном виде, чем в виноматериале, и в тех случаях, когда содержание той или иной примеси значительно преобладает, коньячные спирты получаются низкого качества. Не оправдано теоретически и опровергнуто практикой представление, что при второй (фракционной) перегонке можно с головными и хвостовыми фракциями полностью отделить примеси, придающие коньячному спирту порочные тона. Так, например, фракционированием нельзя отделить метиловый спирт, который во время перегонки переходит во все фракции.

К спирту-сырцу предъявляются следующие требования:

крепость в пределах 23—32% об.;
цвет — бесцветный, слегка опалесцирующий;
аромат — чистый, винный, без посторонних запахов;
вкус — чистый, без посторонних привкусов, с легкими оттенками мыльных и сивушных тонов, без лишней жгучести.

Если в спирте-сырце обнаруживаются плесневые, керосиновые или другие посторонние тона, его следует использовать только для ректификации.

Перегонку сырца следует начинать в ноябре и заканчивать в апреле следующего за урожаем года.

Перегонка спирта-сырца на коньячный спирт — процесс более сложный и требует большого навыка и внимания со стороны аппаратчика. Следует отметить, что фракционная перегонка сырца проводится лишь на аппаратах с паровым подогревом (см. схему на рис. 35).

Загрузку сырца и подогрев жидкости ведут так же, как и виноматериала, разница заключается только в режиме перегонки и фракционирования погона. Особое внимание уделяется моменту появления дистиллята в фонаре и отбору головной фракции. Как только сырец в кубе закипит и выделяющиеся пары подойдут к холодильнику, что можно установить по показаниям дистанционного термометра, установленного на соединяющем их трубопроводе, сразу же снижают подачу пара регу-

лированием вентиля. Очень важно, чтобы выходящая из фонаря струя спирта была тонкой и плавной. При таком режиме можно более точно отобрать головную фракцию и отвести с ней достаточное количество летучих примесей.

С момента появления спирта в фонаре начинают пропускать воду через холодильник с таким расчетом, чтобы температура спирта была в пределах $16-18^{\circ}\text{C}$.

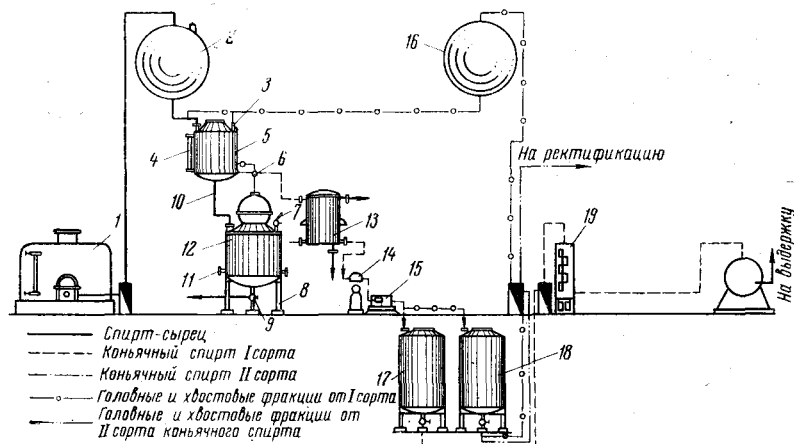


Рис. 35. Схема получения коньячного спирта на кубовом перегонном аппарате:

1 — цистерна, 2 — напорный резервуар, 3 — вентиль, 4 — мерное стекло, 5 — подогреватель, 6 — трехходовой кран, 7 — воздушник, 8 — подставка, 9 — кран, 10 — соединительная труба, 11 — вентиль подачи пара, 12 — перегонный куб, 13 — холодильник, 14 — спиртовой фонарь, 15 — контрольный снаряд, 16 — напорный чан головных и хвостовых фракций, 17 — сборник коньячного спирта, 18 — сборник головных и хвостовых фракций, 19 — мерник цилиндрический.

Отбор головной фракции. В начале перегонки струя имеет молочно-сизоватые тона, а спирт — неприятный запах, обусловленный значительным содержанием высших спиртов, эфиров и альдегидов. Крепость дистиллята в это время низкая, так как спирт разбавляется водой, оставшейся в стакане фонаря при отборе хвостовой фракции предыдущей сгонки. После отбора $2-3\text{ л}$ дистиллята крепость начинает быстро возрастать и спустя $4-5\text{ мин}$ достигает $75-80\%$ об. Спирт вскоре становится совершенно прозрачным. Когда в дистилляте будут в меньшей степени ощущаться альдегидно-эфир-

ные тона и крепость его снизится до $73-75\%$ об., прекращают отделение головной фракции переводом рукоятки трехходового крана на коммуникацию для отбора средней фракции. В зависимости от состава сырца объем головной фракции колеблется в пределах $1-2\%$ от загрузки куба или $2-4\%$ по отношению к безводному спирту, содержащемуся в навалке. При перегонке гибридных виноматериалов необходимо отбирать головную фракцию в объеме $2-4\%$. Продолжительность отбора головной фракции колеблется в пределах $20-40\text{ мин}$ при скорости сгонки $0,3-0,4\text{ л/мин}$.

Головную фракцию пропускают через контрольный снаряд 15 в отдельный сборник 18.

Перегонка средней фракции проводится несколько интенсивнее, обычно скорость ее не превышает $0,8\text{ л/мин}$, длительность отбора этой фракции составляет $7-8\text{ ч}$. В течение первой половины времени отбора этой фракции крепость ее изменяется очень медленно, а во второй половине процесса значительно быстрее. Когда спиртомер, плавающий в стакане фонаря, покажет $46-43\%$ об., а дистиллят приобретет кисловатый привкус, в нем будут заметно ощущаться погонные тона, переходят к отбору хвостовой фракции. Коньячный спирт пропускают через контрольный снаряд в спиртоприемник 17, а затем после эгализации направляют в цех выдержки.

Отбор хвостовой фракции. Эту фракцию перегоняют в течение $3-3,5\text{ ч}$ со скоростью $0,7-0,9\text{ л/мин}$. Перегонку прекращают при нулевом показании спиртомера. Во избежание значительного снижения крепости этой фракции при показании спиртомера $5-4\%$ об. скорость перегонки уменьшают в два раза. Хвостовую фракцию пропускают также через контрольный снаряд 15 и принимают в отдельный спиртоприемник. Отработавшую жидкость выпускают, открыв кран, в канализацию при открытом вентиле и куб загружают из подогревателя новой навалкой сырца. После пятикратного возврата хвостовую фракцию выделяют и направляют на ректификацию.

Коньячный спирт перекачивают в мерник 19, откуда передают в цех выдержки.

Общая продолжительность перегонки сырца составляет $10-12\text{ ч}$. Таким образом, в течение суток можно переработать только две навалки.

В последнее время установлено, что продолжительность перегонки сырца может быть сокращена до 10 ч при крепости 30% об. и до 12 ч, если его крепость больше. При данном режиме сгонки качество коньячных спиртов не ухудшается и выход их (в расчете на безводный спирт) не снижается.

В обзорной статье о виноделии Франции З. Н. Кишковский отмечает, что на коньячных заводах принято отбирать хвостовую фракцию при крепости погона в фонаре 57—58% об. даже если это приводит к получению спирта крепостью 70% об. Несоблюдение указанных правил приводит к тому, что в спирте крепостью 58—60% об. может появиться неприятный тон хвостовой фракции.

Практически установлен отбор спирта желаемой крепости на основании следующего расчета: из крепости головной фракции например 75% об., вычитают желаемую крепость спирта, например 70% об. ($75 - 70 = 5$); полученную разницу удваивают ($5 \times 2 = 10$) и вычитают из крепости спирта ($70 - 10 = 60$). Найденная величина и характеризует момент прекращения отбора средней фракции.

В табл. 24 приводятся данные, используемые при установлении момента отбора хвостовых (концевых) фракций.

Таблица 24
Зависимость крепости коньячного спирта при переходе на отбор концевой (хвостовой) фракции от крепости спирта-сырца

Средняя крепость спирта-сырца, % об.	Крепость головной фракции, % об.	Крепость коньячного спирта, % об., при переходе на отбор концевой фракции
32	78	54
31	77,5	55
30	77	56
29	76,5	57
28	76	58
27	75,5	59
26	75	60
25	74,5	61
24	74	62

Отбор хвостовой фракции при указанных крепостях погона значительно снижает выход коньячного спирта. Несмотря на это французский метод отбора коньячной фракции заслуживает внимания.

Перегонка головных и хвостовых фракций на коньячный спирт. В случае повторной перегонки смесь головных и хвостовых фракций из спиртоприемников перекачивают насосом в напорный чан, где их эгализируют. Затем они поступают на перегонку для получения коньячного спирта II сорта. По своему составу эти спирты неравноценны спирту I сорта, так как они обеднены отдельными летучими примесями, от которых в сильной степени зависит аромат коньяка.

В процессе этой перегонки головную фракцию отбирают в объеме 0,8—1% от загрузки куба, или 1,5—2% считая на безводный спирт. Чтобы получить спирт крепостью 62% об., среднюю фракцию отделяют от хвостовой, когда показания спиртомера снизятся до 55—50% об. Общая продолжительность перегонки должна быть не более 7—8 ч, что вполне достаточно для проведения нормального процесса перегонки. Коньячный спирт собирают в отдельные емкости, эгализируют и передают в цех выдержки.

Полученные при перегонке головные и хвостовые фракции собирают отдельно и направляют на получение ректификованного спирта.

На ректификацию должно идти не более 4—6% безводного спирта, содержащегося в виноматериале, взятом на перегонку. При перегонке гибридных виноматериалов отходы увеличиваются.

Правилами производства коньяков (1965 г.) рекомендована основная схема перегонки, в которой предусматривается: отбор головной фракции и передача ее на ректификацию, добавление к виноматериалу хвостовой фракции. После 5—6 кратного возврата хвостовой фракции ее выделяют и направляют на ректификацию, а среднюю фракцию выделяют как коньячный спирт.

ПОЛУЧЕНИЕ КОНЬЯЧНОГО СПИРТА ОДНОКРАТНОЙ ПЕРЕГОНКОЙ

Получение коньячного спирта на аппарате с дефлегмационными тарелками. Дефлегмационные тарелки служат для усиления конденсации водно-спиртовых паров и

частичного возврата их в куб в виде флегмы. При этом методе перегонки обращается особое внимание на регулирование охлаждения тарелок с целью получения кондиционного коньячного спирта.

Подготовка к пуску аппарата проводится таким же образом, как и при двукратной перегонке. Дополнительно обращается внимание на поступление воды в дефлегматор. Пуск аппарата начинается с загрузки виноматериала в куб через подогреватель. Подогрев ведут закрытым паром: огневой нагрев на этих аппаратах не применяется. Вначале проводят интенсивный нагрев, а когда из воздушника начнут выделяться газы и шлем куба станет горячим, подогрев уменьшают и вентиль подачи пара ставят на положение, нормальное для данного аппарата. В этот момент включают подачу воды на тарелки и в холодильник, а также следят за появлением спирта в фонаре.

Для получения спирта крепостью 62—70% об. температура воды на верхней тарелке в течение всего процесса перегонки должна быть на уровне 65—70°С. При сильном охлаждении тарелок спирты обычно бывают обеднены летучими примесями и во вкусе появляются уваренные тона.

В процессе перегонки надо внимательно следить за плавным истечением спирта в фонаре, так как на данном аппарате труднее поддерживать необходимый режим перегонки, чем на простых шарантских аппаратах.

Головную фракцию отбирают очень медленно, в течение 20—25 мин со скоростью 0,2—0,3 л/мин. Объем ее зависит от состава виноматериала и варьирует от 0,8 до 1% от загрузки куба, или 2,5—5% по отношению к безводному спирту, содержащемуся в навалке.

Показатель для перехода с отбора головной на среднюю фракцию тот же, что и при перегонке спирта-сырца. При емкости куба 80—100 дал среднюю фракцию перегоняют в течение 4 ч со скоростью 0,3—0,4 л/мин. В тех случаях, когда перегонные кубы имеют большую емкость (до 150 дал), продолжительность отбора средней фракции составляет 6—7 ч и более (до 12 ч) при емкости кубов до 300 дал.

В процессе перегонки этой фракции для поддержания скорости дистилляции на одном уровне постепенно усиливают поступление пара в змеевик, регулируя его по-

дачу вентилем. При показании спиртомера 45—42% об. переходят на отбор хвостовой фракции. Ее отбор заканчивают при нулевом показании спиртомера. За 4—5 ч до окончания перегонки загружают в подогреватель новую навалку виноматериала и нагревают его до температуры 65—80°С. Коньячный спирт принимают в спиртоприемник, а головные и хвостовые фракции — в приемник 9 (см. рис. 25).

По окончании перегонки закрывают вентиль подачи пара, прекращают подачу воды в холодильник и на дефлегмационные тарелки и при открытом воздушнике спускают из куба барду.

В практике коньячного производства несколько недооценивают аппараты периодического действия с дефлегмационными тарелками. Ранее было принято считать, что при менее длительной перегонке происходит и меньшее новообразование отдельных примесей, что снижает качество спиртов. Кроме того имелись указания на то, что на этих аппаратах спирты получаются обедненные летучими примесями вследствие повышенной крепости, нередко достигавшей 75 и даже 80% об. Между тем испытания этих аппаратов показали, что при правильном режиме перегонки на них можно получить спирты, близкие по составу и качеству к спиртам двукратной перегонки. Это подтверждается практикой работы Кизлярского коньячного завода, где на аппаратах большой емкости с одной дефлегмационной тарелкой получают коньячные спирты высокого качества.

Качественные спирты получались также на аппаратах с усиленной дефлегмацией в Кварельском районе Грузинской ССР. Из этих спиртов главный технолог коньячного производства Самтреста В. Д. Цицишвили приготовил коньяк «Енисели». К недостаткам этих аппаратов следует отнести малую емкость их (100—120 дал) и более трудное регулирование процесса перегонки.

Получение коньячного спирта на аппарате ПУ-500. Убедившись в полной герметичности установки, в перегонный куб загружают 500 дал виноматериала и, открыв паровой вентиль, начинают обогрев куба. Образовавшиеся пары поднимаются по тарелкам колонны и, укрепляясь, проходят затем по обводной трубе в дефлегматор, где также укрепляются за счет охлаждения межтрубного пространства водой. Образующаяся при этом флегма

стекает по U-образной трубе на тарелки колонны. В дальнейшем пары спирта проходят в виноподогреватель для нагрева очередной навалки или по обводной трубе непосредственно поступают в холодильник.

В процессе нагрева навалки до кипения виноподогреватель заполняют вином в количестве 450 дал; оставшаяся свободная часть (50 дал) предназначена для залива хвостовых фракций, которые получают от перегонки предыдущей навалки.

Одновременно аппаратчик ведет наблюдения за показаниями манометрических термометров, установленных на перегонном кубе и дефлегматоре, а также за давлением в вакуум-прерывателе.

Как только давление в вакуум-прерывателе начнет подниматься, а это признак начала кипения виноматериала в кубе, что также подтверждается и показаниями термометров, подачу пара в куб уменьшают и после появления дистиллята в фонаре открывают вентиль, подающий воду в холодильник и дефлегматор.

Головную фракцию крепостью 80—87% об. отбирают в количестве 0,8—1,2% от общего количества спирта в навалке. Этот спирт используют для получения ректификата.

В процессе перегонки средней фракции не допускают бурного кипения виноматериала, гидравлических толчков и увеличения давления в кубе более 300—500 мм вод. ст., а при перегонке хвостовой фракции — 500 мм. В противном случае могут происходить перебросы и загрязнение спирта бардой.

При отгоне головной и средней фракции охлаждение дефлегматора регулируется с таким расчетом, чтобы поплавки ротаметра РС-5 поддерживать в нужных границах.

При отборе средней фракции наилучшим был признан режим дефлегмации при флегмовом числе 1,0—1,3. Отбор хвостовой фракции лучше всего вести при меньшем флегмовом числе и умеренной подаче пара в змеевик. Во время отбора средней фракции давление в вакуум-прерывателе не должно превышать 300 мм вод. ст., при фракционировании хвостового погона его следует поддерживать на уровне 500 мм.

Отбор коньячного спирта прекращают при крепости дистиллята в фонаре 40—45% об.

Перегонку хвостовой фракции ведут форсированно до нулевой крепости дистиллята, после чего сливают кубовые остатки (барду).

Добавление хвостовой фракции к навалке применяют не более 6 раз подряд, после чего полученную от последней перегонки хвостовую фракцию перекачивают в сборник для головных фракций и вместе с ними направляют на ректификацию.

ПОЛУЧЕНИЕ КОНЬЯЧНОГО СПИРТА НА АППАРАТАХ НЕПРЕРЫВНОГО ДЕЙСТВИЯ

Получение коньячного спирта на аппарате КПИ. На этом аппарате коньячный спирт получают непрерывной перегонкой виноматериалов. Одновременно из элюрационной колонны ведут отбор головной фракции.

В. А. Масловым отмечено, что при 24-часовой выдержке виноматериала в цистернах при температуре 70—90°С и последовательном отборе проб через 8 ч по мере остывания виноматериала в цистернах новообразование примесей замедляется. Отмечены также факты новообразования примесей в колонне и бардяном кубе.

Таблица 25
Накопление и распределение примесей по фракциям

Наименование продуктов	Летучие компоненты, г на общий объем				
	летучие кислоты	средние эфиры	альдегиды	фурфурол	высшие спирты
Виноматериал после обработки в течение 24 ч	4284	3556	511,6	33,0	2618
Головная фракция . . .	18	229	406,8	не обнаружен	232
Коньячный спирт	282	381	220,8	29,0	2031
Барда	3748	4275	95,5	14,7	649
Разница, %	-5,6	+37,4	+31,1	+32,5	+11,3

Из данных табл. 25 видно, что за исключением летучих кислот содержание всех основных примесей увеличивается.

Испытания этого аппарата в Майкопе показали, что по качеству спирты не уступают получаемым на шарантских аппаратах.

В Советском Союзе эксплуатируются две таких установки.

Получение коньячного спирта на модернизированном аппарате К-5 с устройством для отбора головной фракции. Виноматериал центробежным насосом подается в теплообменники-виноподогреватели 3 и 4 (см. рис. 29) и, пройдя по змеевику в нижней части колонны 5, поступает по трубе на шестнадцатую тарелку колонны. Образующиеся при кипении пары, укрепившись на 17—20-й тарелках, переходят по отводной трубе в дефлегматор 7, из которого флегма возвращается в колонну, а легкокипящие примеси (эфиры и альдегиды) выводятся в конденсатор-холодильник 11 и далее в виде головной фракции через спиртовой фонарь 13 направляются в сборник.

Спиртовые пары коньячной фракции отбираются с тринадцатой тарелки, они проходят в дефлегматоры 8 и 9 (последний фактически является конденсатором), холодильник 10 и коньячный спирт отбирается в приемник. Флегма из дефлегматора 8 возвращается на 12-ю или 11-ю тарелку.

Количество отбираемой головной фракции регулируется степенью охлаждения дефлегматора 7 и величиной открытия парового вентиля эспирационной колонки. Обычно ее объем не превышает 2%, считая на безводный спирт. Контроль отбора головной фракции осуществляется так же, как и на шарантском аппарате.

Испытания установки с отбором головной фракции на Бельцком вино-коньячном заводе и Григориопольском винпункте Дубоссарского винзавода МССР дали хорошие результаты.

Для контроля полноты отгона спирта предусмотрен пробник Саллерона. По показаниям спиртомера в нем судят о наличии спирта в барде. При этом считается, что действительное содержание спирта в 13 раз меньше показания спиртомера. Так, например, показание спирта 1% об. при 20°С соответствует содержанию спирта в барде 1:13, т. е. около 0,08% об.

С целью поддержания более точных режимов работы на установке Григориопольского винпункта применен автоматический контроль температуры.

На рис. 36 приведены диаграммы температуры спиртовых паров на выходе из первого дефлегматора при ав-

томатическом управлении процессом перегонки, а на рис. 37 — при ручном управлении перегонкой.

Пределы измерения электронного моста при автоматическом управлении испытывались при температуре 80—90°С.

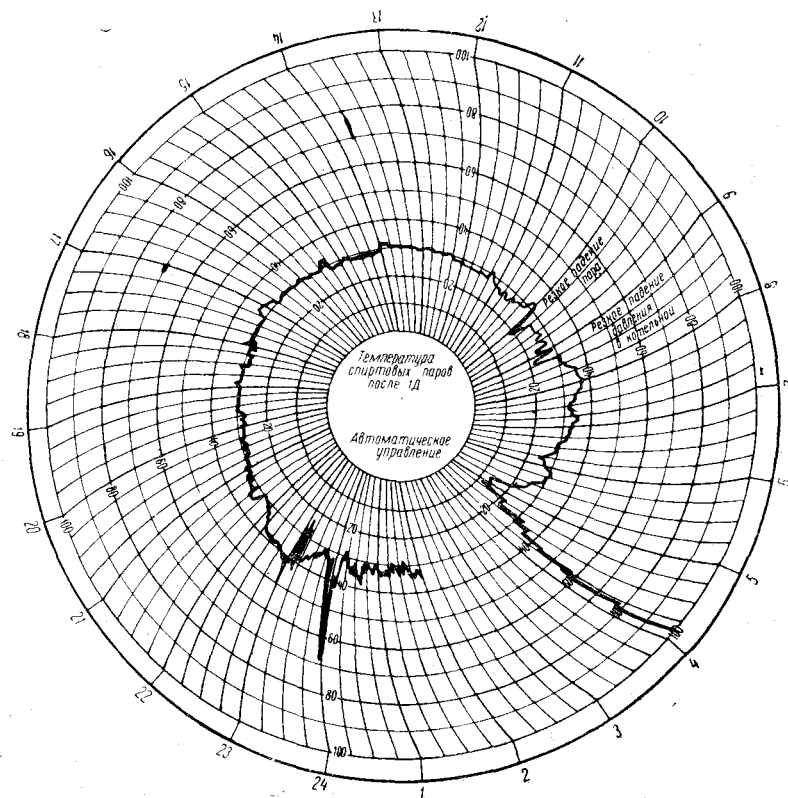


Рис. 36. Диаграмма температуры спиртовых паров на выходе из первого дефлегматора при автоматическом управлении процессом перегонки.

Производственные испытания разработанной системы автоматического контроля в 1963—1964 гг. дали следующие результаты: избыточное давление в колонне под-держивается с точностью 0,002 атм; максимальное отк-

нение динамического давления при разных возмущениях были 0,01 атм. Шкала датчика 0—100 мм рт. ст. (или 0—0,13 атм); при испытании колонны на всех режимах точность автоматического регулирования крепости со-

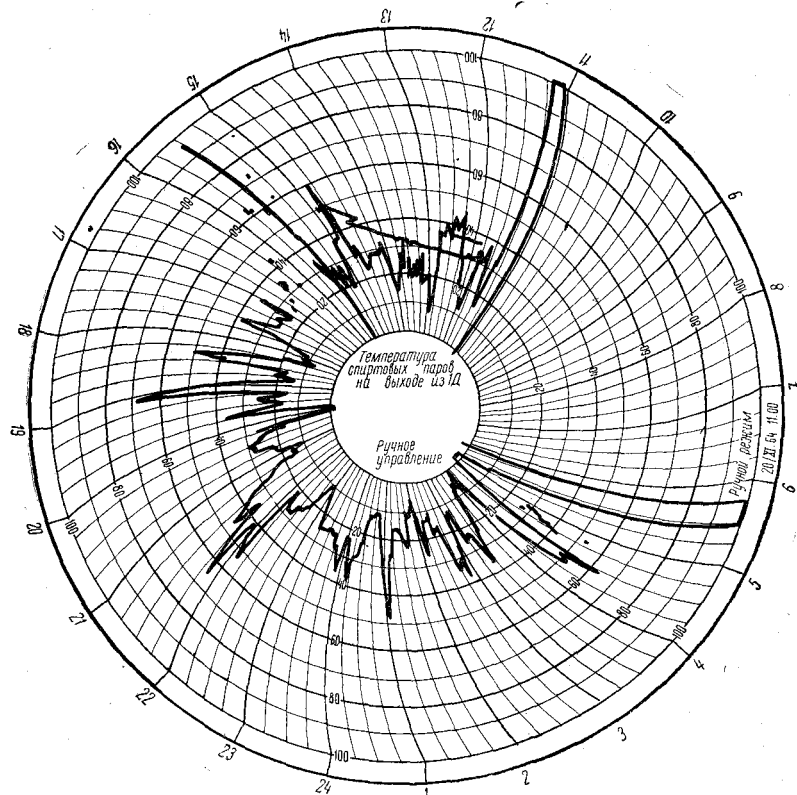


Рис. 37. Диаграмма температур спиртовых паров на выходе из первого дефлегматора при ручном управлении процессом.

ставляла 2% об.; производительность колонны после ввода автоматики повысилась на 14—15%, а общие потери спирта снизились при перегонке на 0,4% (при норме 1,5%).

Получение коньячного спирта на аппарате К-5М (см. рис. 32). Виноматериал подается в аппарат центробежным насосом через ротаметр-индикатор расхода и попа-

дает в трубное пространство охладителя 3. При этом температура перегретого виноматериала снижается по принятому режиму от 100—110°С до 85—90°С. Далее свежепоступивший виноматериал направляется в теплообменник-виноподогреватель 1, где дополнительно нагревается теплом отходящей барды. Для облегчения регулирования и поддержания необходимой температуры виноматериала часть его направляется в виноподогреватель по обводной линии, снабженной краном, минуя трубное пространство охладителя.

Подогретый виноматериал из виноподогревателя вводится через смеситель в перегреватель 2, одновременно в смеситель подается острый пар в количестве, обеспечивающем необходимый перегрев.

Пройдя перегреватель 2, виноматериал поступает в межтрубное пространство охладителя 3 и далее на питающую тарелку элюационной колонны.

Давление в перегревателе и межтрубном пространстве охладителя поддерживается с помощью регулируемого редукционного клапана, установленного на линии ввода виноматериала в элюационную колонну.

При необходимости отключения перегревателя виноматериал из него может быть направлен непосредственно в элюационную колонну с помощью трехходового крана 20. Спиртовые пары головной фракции отбираются с верхней (седьмой) тарелки элюационной колонны и направляются в дефлегматор 10, где часть их конденсируется и в виде флегмы стекает обратно в колонну. Другая часть паров поступает в конденсатор головной фракции 11, из которого полученный конденсат, пройдя холодильник головной фракции 18, через спиртовой фонарь направляется в сборник для головной фракции.

Кипячение виноматериала в элюационной колонне ведется острым паром, подаваемым через барботер, установленный над диафрагмой, разделяющей элюационную и выварную колонны.

Элюированный виноматериал стекает на верхнюю (16-ю) тарелку выварной колонны 5.

Спиртовые пары коньячной фракции отводятся в дефлегматор 12, часть их конденсируется в нем и возвращается в колонну по флегмовой коммуникации, а другая часть поступает в конденсаторы 13 и 14, откуда в виде горячего спирта направляется в холодильник 16. Охлаж-

денный коньячный спирт через фонарь 17 поступает в сборник.

Для отвода в атмосферу газов (CO_2 , воздуха, SO_2) из аппарата предусмотрен газоотделитель 19.

Барда из колонны стекает в куб, из которого далее отводится через бардорегулятор 7 и виноподогреватель.

Контроль за наличием спирта в барде осуществляется с помощью пробника Саллерона 8.

Для кипячения барды в кубе 6 установлен змеевик.

После монтажа или длительного перерыва в работе аппарат промывают и испытывают вначале на воде. При этом следует проверить, открыт ли кран на флегмовой линии из дефлегматора 12 в колонну и с помощью трехходового крана 20 поток виноматериала направить в перегреватель 2.

После этого дефлегматоры и холодильник заполняют водой, проверяя исправность и герметичность всех соединений.

В дальнейшем по коммуникации для виноматериала подают в колонну воду, заполнив ею также и охладитель 3, виноподогреватель 1, перегреватель 2 и бардяной куб 6. Для подачи воды в коммуникацию предусматривается специальный вентиль.

Промыв аппарат и убедившись в его исправности, прекращают подачу холодной воды и выпускают ее из перегревателя, виноперегревателя и охладителя.

Затем переключают линию дистиллята из спиртового фонаря в емкость нестандартного спирта и включают насос подачи виноматериала. При этом, плавно открывая регулировочный кран под ротаметром, скорость подачи виноматериала доводят до 200 дал/ч.

В дальнейшем открывают паровой вентиль пускового подогрева (в виноподогреватель) и паровой вентиль перегрева виноматериала (в смеситель перегревателя). С этого момента охладитель, виноподогреватель и перегреватель начнут заполняться виноматериалом.

После этого открывают паровой вентиль змеевика бардяного куба и начинают постепенный прогрев с таким расчетом, чтобы к концу заполнения перегревателя виноматериалом колонна была прогрета, о чем можно судить по появлению струи дистиллята в спиртовом фонаре. Окончание заполнения перегревателя определяется проверкой через пробный кран на крышке люка, с этого

момента подачу виноматериала следует уменьшить до 100 дал/ч, а подачу пара в змеевик бардяного куба — увеличить.

Затем открывают паровой вентиль барботера эспирационной колонны и, регулируя подачу виноматериала, охлаждающей воды в первый дефлегматор и подачу греющего пара, укрепляют спирт до кондиций (62—70% об.), имея в виду, что увеличения подачи вина и охлаждающей воды на первый дефлегматор увеличивает крепость спирта, а увеличение подачи пара соответственно понижает ее.

Вентилем, установленным на обводной линии, регулируют температуру виноматериала, поступающего на тарелку питания, и поддерживают ее в пределах 85—90°С.

По достижении крепости дистиллята 60% об. переключают линию спиртового фонаря на приемник стандартного спирта и устанавливают оптимальный режим работы аппарата: давление пара в магистрали 5 атм; давление в бардяном кубе и нижней части колонны 0,10—0,12 атм; температура воды на выходе из первого дефлегматора 80—90°С; из второго дефлегматора 50—65°С и расход виноматериала 160,0—180,0 дал/ч.

В дальнейшем подачу пара, поступающего в смеситель перегревателя, регулируют таким образом, чтобы температура перегрева виноматериала была 100—110°С.

Изменяя скорость подачи греющего пара в эспирационную колонну и охлаждающей воды в дефлегматор головной фракции, доводят концентрацию этой фракции до 85—90% об. и устанавливают с помощью крана и спиртового фонаря необходимый отбор головной фракции — 0,5—2% на безводный спирт. Интенсивность отбора головной фракции контролируется по смотровому фонарю, установленному вблизи от конденсатора этой фракции.

С момента подачи виноматериала включают пробный холодильник паров барды (пробник Саллерона). Количество паров барды и расход охлаждающей воды устанавливают с таким расчетом, чтобы конденсат вытекал тонкой струйкой, а температура его была не выше 20°С.

После заполнения куба бардой, что видно по перемещению поплавка бардорегулятора, паровой вентиль пускового подогрева виноматериала закрывают.

Сравнительный состав (в мг/л) коньячных спиртов, полученных на различных аппаратах, (анализы проведены в Молдавском НИИП методом газо-жидкостной хроматографии)

Тип аппарата	Высшие спирты					сумма	Эфиры				Альдегиды	Ангелин
	пропиловый	изобутиловый	n-амиловый	изоамиловый	этилпропиловый		этилн-амиловый	этилн-пропиловый	этилн-бутиловый			
Виноматериал из смеси европейских сортов												
Шарантский	300	458	215	907	1880	—	3,7	1,6	0,3	211	196	
МНИИП	—	365	165	695	1495	337	5,7	2,5	0,6	111	170	
К-5М	293	380	156	700	1529	256	4,8	2,2	0,7	100	189	
Виноматериал из гибридных сортов												
Шарантский	334	326	220	773	1653	280	1,2	1,8	1,3	38,2	44,1	
МНИИП	405	435	202	1025	2067	—	2,3	1,7	1,3	41,5	50,4	
К-5М	396	400	224	925	1939	256	1,9	1,4	0,6	44,7	38,0	
К-5	400	395	256	1020	2071	385	3,2	1,8	1,1	48,0	69,3	
КПИ	403	363	194	980	1910	205	0,3	0,4	1,1	45,5	37,8	

ОСТАНОВКА АППАРАТА

Остановки аппарата могут быть подразделены на аварийные и плановые (кратковременные и длительные). При аварийной остановке немедленно выключают подачу пара, виноматериала и охлаждающей воды, а затем принимают меры к устранению возникшей неисправности.

При кратковременной остановке выключают подачу виноматериала и подачу пара в барботер элюационной колонны. Затем продолжают перегонку до нулевого показания спиртомера, постепенно уменьшая подачу греющего пара и увеличивая подачу воды на охлаждение дефлегматоров. При снижении крепости спирта ниже 60% об. поток его направляют в емкость нестандартного спирта.

При длительной остановке выключают перегрев виноматериала за 4 ч до остановки, закрыв паровой вентиль смесителя перегревателя, и продолжают работу без перегрева; выключают насос подачи виноматериала; поворотом трехходового крана выключают перегреватель; зажимают редукционный клапан, вращая по часовой стрелке регулировочный винт; открывают вентиль воздушника на крышке люка перегревателя; соединяют всасывающий шланг насоса подачи виноматериала со штуцером разгрузочного вентиля перегревателя и открывают вентиль; включают насос подачи виноматериала и перегоняют виноматериал, находящийся в перегревателе; закончив разгрузку перегревателя, останавливают насос подачи виноматериала и закрывают разгрузочный вентиль; открывают водяной вентиль в коммуникацию виноматериала и продолжают перегонку до нулевого показания спиртомера; останавливают аппарат, выключив подачу пара и воды; спускают воду из всех агрегатов аппарата и промывают их.

КОНТРОЛЬ ПЕРЕГОНКИ

Для установления времени отбора фракций на аппаратах периодического действия пользуются различными показателями, однако в основном начало отбора головной фракции определяют по времени, а хвостовой — по показанию спиртомера. До настоящего времени еще нет объективных методов контроля за проведением фрак-

ционной перегонки и на практике руководствуются главным образом приобретенными навыками.

Может быть рекомендован способ контроля перегонки по графику с использованием мерника для отделения головной фракции по объему. После эгализации большой партии виноматериала или спирта-сырца анализируют отобранную пробу и проводят пробную перегонку, на основании которой строят график (рис. 38). На оси абсцисс откладывают время в часах, а на оси ординат —

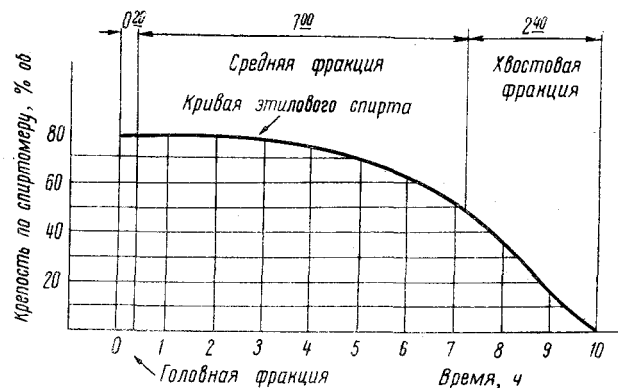


Рис. 38. График перегонки спирта-сырца на кубовом перегонном аппарате.

крепость по спиртомеру. На полученной кривой этилового спирта отмечают точки перехода с отбора одной фракции на другую.

Проводят анализ полученного коньячного спирта и определяют его крепость, содержание летучих кислот, альдегидов, сложных эфиров и высших спиртов. Если содержание летучих примесей укладывается в норму или близко к ней и качество спиртов по дегустационной оценке хорошее, то впоследствии всю партию перегоняют по данному графику. Если же данные анализа отклоняются от нормы, то перегонку повторяют, устраняют недостатки, допущенные при первой перегонке, и снова строят график, по которому затем перегоняют данную партию.

Во время перегонки следят, чтобы за определенный отрезок времени крепость фракции совпадала с кривой этилового спирта на графике. Так, если через какое-то время по графику крепость должна быть 65% об., а фак-

тически спиртомер показывает 60% об., то необходимо уменьшить подачу пара и, наоборот, увеличить ее, если спиртомер показывает, например, не 65%, а 70% об.

На производстве достаточно иметь 6—8 таких графиков для различного состава виноматериала или спирта-сырца, чтобы можно было ими пользоваться при последующих перегонках. Многочисленные опытные перегонки по графику, проводившиеся на Тираспольском и Киши-

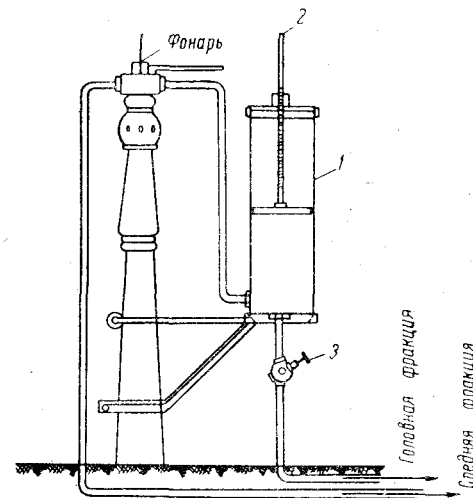


Рис. 39. Мерник для отделения головной фракции.

невском коньячных заводах, показали возможность получения коньячных спиртов, близких по составу и качеству.

Мерник, используемый для отделения головных фракций (рис. 39), имеет то преимущество, что отбор фракции ведется по объему. При отборе головной фракции по времени трудно отрегулировать ход струи так, чтобы за определенный отрезок времени каждый раз отбирать одинаковый объем дистиллята. Особенно трудно добиться этого в первый период сгонки. Ненадежные результаты получаются также при отборе головной фракции только по показаниям спиртомера в фонаре, так как в этот период в течение длительного времени крепость спирта изменяется в очень малых пределах. Поэтому целесообраз-

нее отделять головную фракцию по заданному объему с помощью мерника.

Мерник 1 изготавливается из листовой меди. Емкость его может быть равна 1,5—3% от полезной емкости куба. На нем имеется шкала с поплавком 2, который каждый раз устанавливается на определенный уровень.

Головную фракцию отбирают через мерник при закрытом вентиле 3. Так как объем хвостовой фракции измерять не требуется, ее пропускают через мерник при постоянно открытом вентиле. Мерник устанавливают с та-

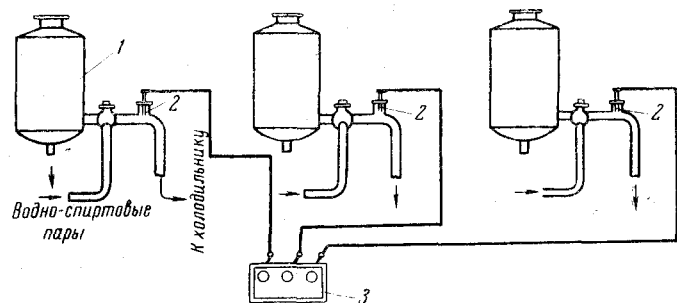


Рис. 40. Схема присоединения манометрического дистанционного термометра к пароводящей трубе перегонного аппарата: 1 — подогреватель, 2 — баллон манометрического термометра, 3 — щит с манометрическими термометрами.

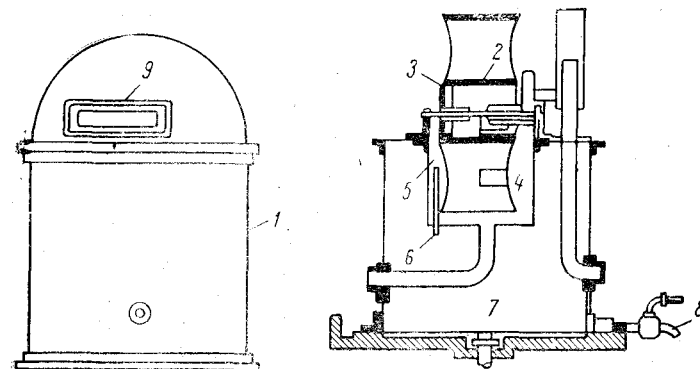
ким расчетом, чтобы жидкость беспрепятственно стекала из фонаря.

Если на каждом аппарате имеется два контрольных прибора, отбор головной фракции по объему можно контролировать на одном из них. В этом случае не требуется установки отдельного мерника.

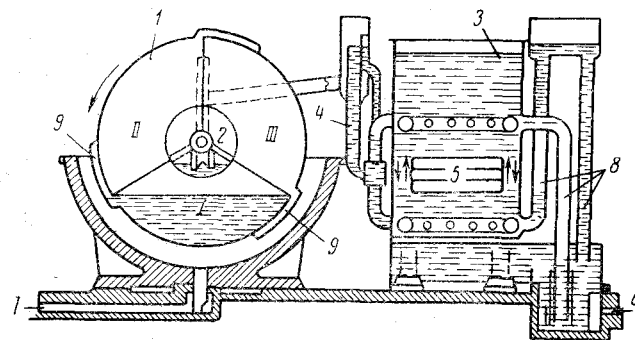
Для более объективного определения момента снижения интенсивности нагрева можно установить дистанционные термометры в пароводящих трубах каждого аппарата (рис. 40).

Показателем для прекращения форсированного подогрева служит температура, которая к этому времени должна быть 75—80° С. Дистанционные термометры могут быть смонтированы на одном щите. Как показали наблюдения на Кишиневском коньячном заводе, ими очень удобно пользоваться для контроля всего процесса сгонки.

Для учета спирта применяются контрольные приборы. Их лишь недавно стали использовать в коньячном производстве, причем из применяемых в спиртовой



а



б

Рис. 41. Контрольный прибор: а — прободоотбирающий, б — спиртоизмеряющий.

промышленности двух типов приборов прободоотбирающий контрольный прибор получил наибольшее распространение.

Прободоотбирающий контрольный прибор (рис. 41, а) состоит из двух основных частей: барабана и механизма

для отбора средней пробы спирта, помещенных внутри кожуха 1. Для отбора средней пробы спирта на внешней части внутреннего барабана 2 напаяны три латунные трубки, открытые с одного конца. При вращении барабана они вращаются вместе с ним. По мере наполнения одной из секций барабана происходит наполнение одной из трубок. При сливе спирта из секции барабана в корыто 4 из трубки 3 также сливается спирт в карман 5, заканчивающийся спускной трубкой 6, по которой спирт (в объеме 125 мл) поступает в сборник проб 7.

По окончании перегонки из сборника при помощи крана 8 отбирают пробу для анализа. Зная объем спирта, прошедшего через снаряд (устанавливается по счетчику 9), и его крепость (по средней пробе), легко вычислить количество безводного спирта, полученного при перегонке.

Для каждой перегонной установки необходимо иметь два пробоотбирающих снаряда: один для средней фракции, другой для головных и хвостовых.

Пробоотбирающие контрольные снаряды, однако, не дают точных показаний, а необходимость проведения анализа средней пробы спирта для отдаленных от лаборатории винпунктов создает дополнительное затруднение при определении фактического количества выработанного спирта (в пересчете на безводный).

Недостаточная точность показаний пробоотбирающего снаряда объясняется наличием в коньячном спирте летучих кислот, сернистого ангидрида и других примесей, вызывающих коррозию деталей снаряда, которая приводит к погрешностям работы и преждевременному выходу его из строя.

Более точные показания дают спиртоизмеряющие контрольные снаряды КС-35. Однако они еще не нашли широкого применения для учета коньячного спирта; ими чаще пользуются для учета ректификата при перегонке головных и хвостовых фракций на ректифицированный спирт (см. главу X).

Снаряд (рис. 41, б) состоит из барабана 1 и вставленного в него цилиндра 2. Они разделены радиальными перегородками на три равные части. Рядом устанавливается резервуар 3, который сообщается с барабаном трубкой 4. В резервуаре 3 помещается поплавков 5, заполненный ацетоном и подвешенный на тонкой проволоке к пружине,

соединяющейся системой передач со счетчиком объемного количества безводного спирта.

Аппарат работает следующим образом. Спирт через фонарь по трубе 6 и систему труб 8 проходит в резервуар 3. В зависимости от крепости поступившего спирта поплавков 5, поднимаясь или опускаясь, передает показания счетчику безводного спирта. После этого спирт переходит по трубе 4 во внутренний цилиндр, являющийся распределителем, а из него — в отделение 1 барабана. После того как первая камера заполнена, спирт заполняет камеру II, при этом изменяется и центр тяжести барабана, что сообщает ему вращение вокруг оси в направлении, указанном стрелкой. При этом спирт из камеры I выливается через щель 9 в корыто. По мере наполнения камеры II она приходит в нижнее положение, а спирт поступает в камеру III.

Ось барабана соединена со счетчиком, который при вращении барабана отмечает объемное количество спирта.

Показания контрольных снарядов правильны при температуре калибровки (20° С).

Контрольный спиртоизмеряющий снаряд вследствие коррозии и отложения на деталях окиси меди довольно быстро выходит из строя и тогда дает неточные показания. Его детали также быстро изнашиваются вследствие наличия в спирте сернистого ангидрида. Поэтому их нужно всегда держать в хорошем состоянии и при эксплуатации не допускать переброса барды из куба в контрольный снаряд, а также не перегонять виноматериалы, содержащие сернистую кислоту.

Таблица 27

Выход фракций дистиллята (в % на безводный спирт) на аппаратах различной конструкции

Фракция	Типы перегонных аппаратов		
	УПКС шарантский	ПУ-500 системы Зорабына	К-5М непрерывного действия
Головная	1-2	0,8-1,2	До 1,0
Средняя (коньячный спирт)	92,5-90,5	94,2-92,8	97,6
Хвостовая	3,5-4,5	3,5-4,5	—
Потери	3,0	1,5	1,4

Контрольные снаряды устанавливают в аппаратном цехе на прочном фундаменте и закрывают защитным футляром с застеклением в месте расположения счетчиков.

На отечественных коньячных заводах эксплуатируются перегонные аппараты различной конструкции, однако наибольшее распространение получили шарантские, Заробяна и К-5М. В зависимости от конструкции аппарата и принятой технологии перегонки выход коньячного спирта колеблется от 92,8 до 97,6% на безводный спирт (табл. 27).

ТРЕБОВАНИЯ, ПРЕДЪЯВЛЯЕМЫЕ К КОНЬЯЧНЫМ СПИРТАМ

Поскольку коньячный спирт является конечным продуктом, направляемым на долголетнюю выдержку, к нему предъявляются определенные требования, от соблюдения которых зависит качество коньяка. Многолетняя практика показала, что закладывать на выдержку дефектные спирты нецелесообразно, так как с течением времени их все же нужно будет выбраковать.

Оптимальный состав коньячных спиртов еще окончательно не установлен, но в результате многочисленных исследований выработаны приближенные показатели. К свежееотогнанным спиртам предъявляются следующие требования.

Они должны быть бесцветными и прозрачными, без каких-либо примесей. В аромате чистые, с выраженными винными, а иногда и цветочными тонами, без явных альдегидно-эфирных и сивушных тонов и без посторонних запахов. Во вкусе — чистые, с легкими мыльными тонами, без резкой жгучести и посторонних привкусов. Общая оценка их должна быть не ниже 6,7 балла.

Коньячные спирты характеризуются следующими показателями (по МРТУ 18/2—64).

Спирт этиловый, % об. при 20°С . . .	62—70
Высшие спирты, в пересчете на изоамиловый, мг/100 мл безводного спирта	180—600
Средние эфиры в пересчете на уксусноэтиловый, мг/100 мл безводного спирта	50—250
Альдегиды в пересчете на уксусный, мг/100 мл безводного спирта, не более	50

Летучие кислоты в пересчете на уксусную, мг/100 мл безводного спирта, не более	80
Фурфурол, мг/100 мл безводного спирта, не более	3
Метиловый спирт, % об., не более . .	0,15
Сернистая кислота (общая), мг/л, не более	20
Медь, мг/л, не более	8
Олово, мг/л, не более	3—5
Свинец	отсутствует
Железо, мг/л	до 1

При содержании железа более 1 мг/л и меди более 8 мг/л во избежание посизения и побурения спиртов необходимо до закладки на выдержку обработать их желтой кровяной солью.

Кроме указанных выше летучих примесей имеются и другие вещества, которые также играют значительную роль в сложении качества коньяка. Однако вопрос об идентификации их и количественных соотношениях еще не решен. Решение его позволит усовершенствовать процесс перегонки и унифицировать требования к составу коньячных спиртов.

ГЛАВА VII

ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ СОЗРЕВАНИЯ И ВЫДЕРЖКИ КОНЬЯЧНЫХ СПИРТОВ

В результате перегонки виноматериала получается коньячный спирт, который является полупродуктом производства и не отличается особыми вкусовыми свойствами. Для получения из него высококачественного коньяка необходима многолетняя выдержка в дубовой таре. Только в процессе такой выдержки молодой коньячный спирт приобретает все необходимые ароматические и вкусовые свойства. Поэтому естественно, что исследователи связывают химические процессы, протекающие в спирте при выдержке, с воздействием компонентов древесины дуба. Так, например, С. М. Манская придает первостепенное значение лигнину, увязывая наличие его в дубовой клепке с процессом старения коньячного спирта.

Н. М. Сисакян и И. А. Егоров высказывают предположение, что при выдержке спиртов из дубовой древесины извлекаются вещества, которые в последующем превращаются в соединения, придающие коньякам специфический аромат. По их мнению, созревание коньячных спиртов протекает в два этапа: на первом этапе происходит увеличение концентрации веществ, образующихся в результате взаимодействия коньячного спирта с дубом; на втором этапе наступает частичный распад веществ, накопившихся при длительной выдержке спиртов.

Г. Г. Агабальянц полагает, что при выдержке коньячных спиртов процессы происходят в основном в порах дубовой клепки бочек. Проникающий в поры кислород воздуха и коньячный спирт оказывают влияние на составные части дубовой древесины, продукты превращения которых участвуют в сложении качества коньяка.

С. М. Манская и М. П. Емельянова считают, что фенолы, экстрагируемые из дубовой клепки, окисляются

кислородом с образованием перекисей, которые играют роль промежуточных окислителей — переносчиков кислорода.

Л. М. Джанполадян установил наличие в подвергаемом выдержке коньячном спирте органических перекисей, причем в процессе выдержки количество их увеличивается. На внутренней поверхности бочки, в которой выдерживается коньячный спирт, им обнаружены вещества, обладающие пероксидазной активностью. По его мнению, эти вещества активно участвуют в окислительных процессах. Не отрицая наличия перекисей, А. Д. Лаши выдвигает на первое место неорганические катализаторы и, в частности, соли меди.

Несмотря на многочисленные исследования, химические процессы, проходящие при выдержке, вскрыты еще далеко не полностью, однако нет сомнения в том, что в период созревания коньячных спиртов происходят сложные химические и физико-химические превращения, затрагивающие как летучий комплекс дистиллята, так и компоненты древесины дуба. В этих процессах определенную роль играет кислород.

РОЛЬ ДРЕВЕСИНЫ ДУБА В СОЗРЕВАНИИ КОНЬЯЧНЫХ СПИРТОВ

Одним из важных факторов, влияющих на состав и качество коньяка, является древесина дуба (*Quercus L.*) и продукты ее химических превращений.

Древесина дуба состоит из ядра и заболони. Самой главной частью, имеющей практическое значение для коньячного производства, является ядро, которое состоит из различных клеток. Межклеточное вещество и первичные оболочки клетки состоят из лигнина, пентозанов, целлюлозы и глюкоуридов.

Считается, что важнейшим физическим свойством древесины является ее влажпроводность. Значительный удельный вес в древесине занимают поры, составляющие от 50 до 80% ее общего объема.

А. Д. Лаши установил, что объем пор грузинских дубов составляет 48,5—62,8%. От объема пор зависит влагопоглощение, впитывание спирта и состав вещества древесины.

По данным В. М. Никитина, плотность древесины дуба составляет 0,51—1,04 г/см³; для грузинских дубов — 0,57—0,79 г/см³. В абсолютно сухом состоянии плотность древесины дуба равна 0,68 г/см³.

И. М. Скурихин показал, что максимальная возможная влажность древесины может быть вычислена по формуле

$$w_{\text{макс}} = w_{\text{гигр}} + \frac{1,54\rho}{\rho_0} \cdot 100\%,$$

где $w_{\text{гигр}}$ — влажность при точке насыщения волокна, которая в среднем может быть равной 30%;

1,54 — относительная плотность древесинного вещества, постоянная для всех пород;

ρ и ρ_0 — плотность (объемная масса) древесины соответственно во влажном и абсолютно сухом состоянии.

Л. М. Джанполадян определил водопоглощение дубовых свежих клепок и бывших под коньячным спиртом и показал, что уже на 30-е сутки влажность достигает 90,8—107,2%. А. Д. Лашхи установил, что 1 см³ воздушной дубовой клепки через месяц поглощает 0,4—0,6 мл коньячного спирта.

И. М. Скурихин и Н. В. Назарова показали, что впитывание коньячного спирта в дубовую клепку из волынского дуба толщиной 12 мм заканчивается через 12—18 месяцев, когда влажность ее достигает 111—114%. В среднем 1 кг абсолютно сухой древесины впитывает 0,8 л безводного спирта, содержащегося в коньячном спирте.

По данным Л. М. Джанполадяна, в торцевом (вдоль волокон) направлении скорость поглощения спирта крепостью 96, 65 и 40% об. и воды через 27 суток превышала на 20—40% скорость поглощения в тангенциальном и радиальном направлениях, а проницаемость паров спирта и воды в древесину в торцевом направлении была в 2,4—6,3 раза интенсивнее, чем в тангенциальном. Поэтому для снижения потерь спирта от впитывания в торцевом направлении практикуют покраску торцов и втирание в них специальных замазок.

И. М. Скурихин обращает особое внимание на коэффициент теплового (линейного) расширения. В попереч-

ном направлении он в 12—15 раз больше, чем вдоль волокон, и равен $40 \cdot 10^{-6}$. В случаях резкого изменения температуры происходит расширение или уменьшение размеров клепок, вследствие чего бочка деформируется и в ней образуются течи, что влечет за собой повышенные потери.

Состав древесины дуба. Одним из важных факторов, влияющих на состав и качество коньяка, является древесина дуба и продукты ее химических превращений.

Химический состав древесины дуба очень сложен и природа многих компонентов ее еще не установлена. Н. И. Никитин рекомендует следующую классификацию компонентов дубовой древесины.

А. Компоненты клеточной стенки

1. Целлюлоза

1. Углеводная часть

	пентозаны	ксилан арабан
	гексозаны	маннан глюкоза галактан
2. Гемицеллюлоза и полиуронины	полиуроновые кислоты	глюкуроновая галактуроновая
	пектины камеди	

II. Лигнин

Б. Экстрактивные вещества

1. Таниды.
2. Природные красящие вещества и их образующие.
3. Летучие масла, смолы, летучие кислоты.
4. Растворимые полисахариды и глюкозы.
5. Органические азотистые вещества и другие органические компоненты.

Химический состав древесины дуба во многом зависит от почвенно-климатических условий произрастания.

Средний состав древесины дуба в СССР
(в %, по данным Н. И. Никитина)

Целлюлоза	35,74	Вещества, растворимые в воде (без дубильных веществ)	3,61
Пентозаны	20,07	Лигнин	21,51
Метилпентозаны	0,47	Вещества, растворимые в эфире	0,22
Галактан	0,12		
Уроновые кислоты	5,29		
Дубильные вещества	7,3		

Советскими исследователями установлено, что коньячный спирт, выдержанный в бочках, изготовленных из казанских и карабахских дубов (Д. М. Гаджиев), имеющих наибольшее содержание лигнина, был лучшего качества, чем в бочках из белорусского или ленкоранского дубов, которые содержали меньше лигнина и больше танидов.

Л. М. Джанполадян и Е. Л. Мнджоян доказали, что лучшей дубовой древесиной в Армении является *Q. oghina*. А. Д. Лашхи выяснил, что в Грузии древесина дубов *Q. macranthera* и *Q. iberica* содержит значительное количество лигнина и таниды. Поэтому древесину этих пород целесообразно использовать для изготовления коньячных бочек. При соприкосновении коньячного спирта с древесиной дуба эти вещества извлекаются из них в неизменном или частично измененном виде и принимают участие в формировании качества коньяка. Подтверждением этому служат работы Л. М. Джанполадяна и Ц. Л. Петросян, в которых отмечается, что при выдержке спиртов в бочках изменяется не только состав коньячного спирта, но физический и химические свойства самой древесины. Авторы считают, что древесина бочки в формировании коньяка играет двойную роль: она является не только источником обогащения коньяка некоторыми компонентами, но и катализатором химических процессов.

Древесина дуба плотна, и проникновение жидкости в глубокие слои клепок бочки затруднено. Коньячный спирт смачивает древесину на глубину 8—12 мм, а в более удаленных слоях клепок можно обнаружить только пары спирта. Послойный анализ клепок коньячных бочек, бывших длительное время в употреблении, приводится в табл. 28.

Из приведенных данных видно, что как в первом (спирт хранился в бочке 38 лет), так и во втором об-

Таблица 28

Изменение состава клепок бочек (в %) при выдержке в них коньячного спирта (по Джанполадяну и сотр.)

Номер образца	Глубина отбора проб с внутренней стороны бочки, мм	Лигнин	Целлюлоза	Пентозы и пентозаны	Уроновые кислоты	Дубильные вещества	Полифенолы	Перекисное число, мг, %
		%						
1	0—1	13,0	52,02	21,70	4,50	0,64	0,12	20,5
	22—24	17,84	47,12	21,00	5,12	6,10	0,17	8,9
2	0—1	13,64	57,3	13,20	4,19	0,71	0,13	11,2
	22—24	19,88	55,50	21,60	4,28	5,40	0,14	7,8

разце (спирт хранился в бочке 24 года) более глубокие слои древесины в меньшей степени обеднены такими компонентами, как дубильные вещества, лигнин, полифенолы и др. Пентозы и полиуроновые кислоты (гемицеллюлозы) выщелачиваются менее интенсивно.

При длительной выдержке свежеперегнанного дистиллята в бочках к его летучим компонентам добавляются и нелетучие соединения, экстрагируемые из древесины дуба. Эти нелетучие вещества входят в состав экстракта коньяка.

Значение нелетучих веществ в формировании коньяка. Дубильные вещества дуба находятся в клетках древесной паренхимы и сердцевинных лучей, а также в межклеточных ходах.

Э. М. Шприцман обнаружил в танидах дуба присутствие галловой и эллаговой кислот. Исследование ультрафиолетового спектра поглощения танидов дуба показало, что в отличие от других танидов они не обладают максимумом поглощения при $\lambda = 280$ нм.

Таниды дуба содержат около 25% пирогалловых гидроксильных групп. Они характеризуются кислыми свойствами. В 1%-ном экстракте древесины дуба pH 3,36. Дубильные вещества легко вымываются из древесины. Однако, как бы ни обрабатывали бочки, все же значительная часть дубильных веществ еще остается в клепке. Чем дальше слои древесины отстоят от границы соприкосновения со спиртом, тем больше в них находится дубильных веществ. Спирт крепостью 62—70% об. является средой, способной достаточно интенсивно извлекать из

древесины дубильные вещества. В новых бочках извлечение дубильных веществ протекает более быстро, а в старых этот процесс несколько замедляется. При значительном обогащении спиртов дубильными веществами в первом периоде выдержки (в течение 1—2 лет) такие спирты обычно бывают грубыми и имеют специфический, так называемый дубовой привкус. Чтобы избежать этого порока, для долголетней выдержки спиртов используют только такие бочки, в которых 2—3 года хранился молодой спирт.

Грубость спиртов объясняется не количественным содержанием в них дубильных веществ, а их качественным составом. Э. М. Шприцман и Д. А. Новохатка показали, что в старых спиртах содержится больше дубильных веществ, чем в молодых.

Срок выдержки спиртов, годы	1	2	5	7	10
Содержание дубильных веществ, г/л . .	0,042	0,232	0,359	0,307	0,338

Однако повышенное содержание дубильных веществ почти не ощущается на вкус, и они придают спиртам приятную полноту и легкую бархатистость.

Под действием кислорода воздуха дубильные вещества окисляются и в зависимости от продолжительности выдержки коньячного спирта могут находиться в различной степени окисленности.

При выдержке молодых коньячных спиртов экстрагирование дубильных веществ из клепки протекает наиболее интенсивно в первые три-четыре года. Эти дубильные вещества находятся еще в малоокисленной форме и поэтому придают спиртам грубый вкус, а иногда и горечь. При выдержке спиртов в течение 5—10 лет извлечение дубильных веществ замедляется и начинают преобладать окислительные процессы. К этому времени дубильные вещества успевают окислиться в достаточной степени и придают спиртам мягкий вкус. Таким образом, в процессе созревания коньячных спиртов дубильные вещества могут играть роль промежуточных окислителей — переносчиков кислорода.

Продукты окисления дубильных веществ обуславливают не только вкусовые особенности коньяка, но и участвуют в образовании его янтарно-золотистой окраски. Последнее обстоятельство навело Э. М. Шприцмана на мысль о возможности замены колера продуктами окисления дубильных веществ.

Как известно, при подщелачивании раствора и высоком значении pH дубильные вещества темнеют и приобретают красноватый или темно-коричневый цвет. Установлено, что при окислении дубильных веществ в щелочной среде темная окраска их сохраняется и после снижения величины pH. Эта особенность дубильных веществ использована при изготовлении заменителя колера. Предварительные испытания заменителя колера показали его достаточную окрашивающую способность.

Дубильные вещества коньячного спирта существуют в двух формах: водо- и спирторастворимой. А. Д. Лашхи показал, что при старении коньяка количество водорастворимой фракции уменьшается, а спирторастворимой — увеличивается, в результате чего улучшаются вкус и цвет коньяка.

Лигнин является существенной частью одревесневшей оболочки клетки; в старой древесине его содержится от 15 до 23%. По сравнению с клетчаткой лигнин представляет собой более сложное вещество, состоящее главным образом из ароматических соединений.

Как отмечает И. М. Скурихин, основная часть лигнина связана с углеводами и главным образом с гемицеллюлозами. При извлечении лигнина растворителями в растворе обнаруживается лигнинуглеродный комплекс. В нем содержится 63,75% углерода и 5,97% водорода; содержание метоксильных групп колеблется от 13 до 22%.

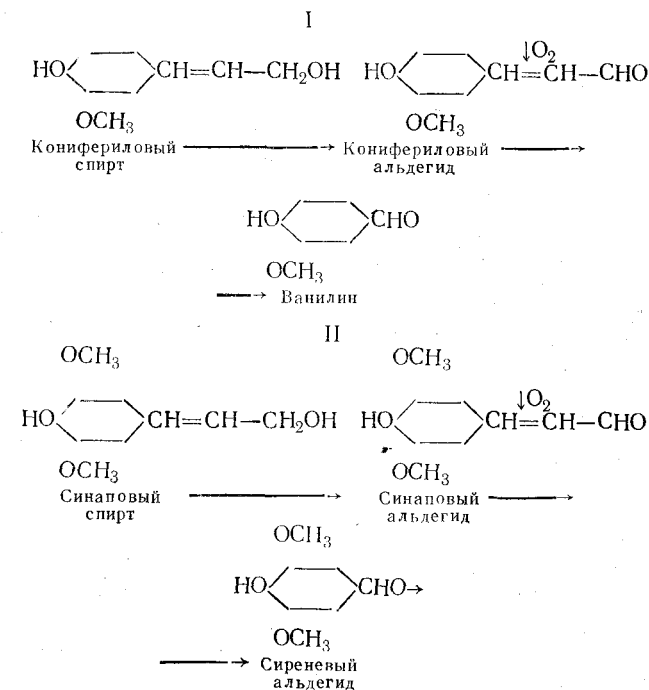
Известно несколько методов выделения лигнина, приводимых И. М. Скурихиным. Основным из них является метод Бьёркмана, который основан на измельчении древесины дуба в вибрационной мельнице в толуоле, в котором древесина не набухает, с последующей экстракцией диоксаном.

Можно также выделить лигнин экстракцией опилок древесины нейтральным этанолом. Выход лигнина составляет около 3%. Выделение лигнина из древесины усиливается в спиртовой среде при добавлении неболь-

ших количеств кислот и нагревании. Этот способ известен под названием этанолиз, а полученный продукт называется этаноллигнином. Лигнин также может быть выделен при нагревании с различными спиртами, щелочами и некоторыми кислотами. Под действием спирта и кислот происходит распад лигнина, и в этом состоянии он становится более доступным окислению.

В результате медленного процесса этанолиза из лигнина выделяется конифериловый и синаповый спирт, которые легко могут быть окислены ферментом пероксидазой или неорганическими катализаторами в ароматические альдегиды — ванилин и сиреневый альдегид.

В общих чертах превращение структурных единиц лигнина дубовой древесины при выдержке коньячного спирта с образованием ванилина и сиреневого альдегида может быть представлено следующей схемой (по И. М. Скурихину).



ды исследования — спектрофотометрирование в ультрафиолете и распределительную хроматографию на бумаге, — установили природу некоторых веществ, образующихся в процессе выдержки коньячных спиртов. Этими веществами оказались ароматические альдегиды. При этом была выявлена зависимость между содержанием в спиртах обнаруженных альдегидов и их качеством. Были выделены и идентифицированы ванилин и этилванилин (ванилаль). Оба эти компонента обладают приятным ароматом, гармонирующим с букетом коньяка. Поэтому вполне вероятно их участие в формировании коньяков. Следует отметить, что в работе И. А. Егорова и Н. Б. Борисовой приводятся данные, подтверждающие наличие ванилина, сиреневого альдегида, кониферилового альдегида и параоксибензальдегида не только в коньячных спиртах, но и в спиртовых экстрактах древесины дуба. Из сказанного видно, что образования букета коньяка нельзя представить без участия лигнина и продуктов его превращений. В сложном процессе букетообразования лигнину отводится определенная роль.

Гемицеллюлозы и полиурониды. Гемицеллюлозы представляют собой углеводы с пятью и шестью углеродными атомами в основном звене (первые называются пентозанами, вторые — гексозанами). При гидролизе из пентозанов получают пентозы (ксилозу и арабинозу), а из гексозанов — гексозы (галактозу, маннозу, фруктозу). Характерной особенностью гемицеллюлоз является их способность растворяться в слабых растворах щелочей и легко гидролизоваться под действием кислот. При водном гидролизе древесины дуба без применения каких-либо катализаторов гемицеллюлозы легко удаляются из тканей древесины.

Рассматривая значение этих веществ в формировании качества коньячного спирта, можно отметить, что при выдержке спиртов под влиянием все возрастающей кислотности может происходить гидролиз гемицеллюлоз с образованием простых сахаров.

И. М. Скурихиным установлен качественный состав моносахаров коньячного спирта. Для исследования был взят спирт пятнадцатилетней выдержки Ереванского завода и пятилетней Дербентского завода.

В первом образце спирта были обнаружены моносахара и в меньшем количестве декстрины, а во втором

найлены ксилоза, арабиноза и глюкоза. В пятнадцатилетнем спирте основным сахаром оказалась глюкоза, обнаружена также арабиноза. Указанные сахара придают спиртам некоторую сладость и мягкость вкуса.

Гемицеллюлозы играют и другую роль в формировании коньяка. Из входящих в их состав пентозанов при дегидратации образуется фурфурол, который обладает тонами хлебной корочки и принимает участие в сложении аромата коньяка.

Полиурониды являются аморфными веществами. Они не растворимы в крепком спирте, но многие из них растворяются в воде или щелочах. Присутствие полиуроновых кислот в древесине дуба доказано многими исследованиями, однако участие их в преобразовании вкуса коньяка не уточнено.

О влиянии смолистых веществ на качество коньяка еще нет определенных данных, но можно полагать, что они входят в состав его ароматического комплекса, так как обладают своеобразным ароматом, который обнаруживается в спиртах многолетней выдержки.

И. М. Скурихин отмечает, что в древесине также содержится 2—3% уксусной кислоты, молочной кислоты, азотистых веществ 1,28% (считая на белок), небольшое количество пектина. Зола составляет от 0,3 до 1% от массы абсолютно сухой древесины. Состав золы (в %) следующий: K_2O 0,05; Na_2O 0,02; MgO 0,02; CaO 0,37; P_2O_5 0,03; SO_3 0,01; SiO_2 0,01.

Резюмируя сказанное, следует отметить, что отдельные составные части дубовой древесины имеют важное значение в сложении качества коньяка; если бы не было превращений, которые претерпевают компоненты спирта совместно с составными частями древесины, нельзя было бы получить такую сложную гамму вкусовых и ароматических оттенков, какими обладают натуральные коньяки.

ОКИСЛИТЕЛЬНО-ВОССТАНОВИТЕЛЬНЫЕ ПРОЦЕССЫ ПРИ СОЗРЕВАНИИ КОНЬЯЧНЫХ СПИРТОВ

В созревании коньячных спиртов окислительно-восстановительные процессы играют очень важную роль, поэтому им всегда придавалось большое значение. Ос-

новным фактором, регулирующим величину ОВ-потенциала, является кислород и фенольные вещества — таниды и лигнин, а также продукты их распада. Кислород также имеет большое значение в окислительных процессах летучих компонентов коньячных спиртов.

Воздействие кислорода на древесину дуба выяснено в опытах Л. М. Жанполадяна и Е. Л. Минджояна, показавших, что при выдержке коньячного спирта в бочке образуется углекислота, являющаяся продуктом окисления. Количество выделяющегося газа зависит от концентрации спирта, температуры среды и присутствия коньячного спирта в древесине и продолжительности выдержки (табл. 29).

Таблица 29

Выделение углекислоты из древесины дуба, экстракта и лигнина
(в мг на 200 мл спирта и 20 г древесины)

Среда	Твердая среда	Выделилось CO_2 , мг/л, по дням выдержки						Химический состав жидкости в конце опыта, г/л			
		20	39	85	106	142	всего за 142	экстрактивные вещества	дубильные вещества	зола	
Коньячный спирт	Древесина дуба	11,1	12,3	23,3	17,2	9,0	72,9	10,4	1,60	0,08	
	То же, после удаления экстракта	8,1	18,0	6,3	7,9	6,7	47,0	2,18	0,37	0,06	
То же	Экстракт из той же древесины	13,4	27,7	25,4	24,3	14,3	105	9,14	1,32	0,08	
Пары	Древесина дуба	5,4	8,1	9,4	11,7	9,4	43,6	6,02	0,83	0,06	
То же	Этаноллигнин	4,3	5,5	2,9	—	4,7	17,4	5,0	—	0,07	
	Контроль	1,0	1,8	2,3	2,1	2,2	11,1	—	—	—	

Из данных табл. 29 видно, что в присутствии экстракта древесины дуба в значительной степени увеличивается выделение углекислоты — 105 мг против 47.

Значительную роль в образовании углекислоты играют углеводы и дубильные вещества, но еще больше ее выделяется из сахаров — глюкозы и сахарозы (табл. 30).

Выделение CO_2 из танина, сахаров и коньячного экстракта
(по Л. М. Джанполадяну и Е. Л. Мнджояну)

Жидкая среда	Твердая среда	Определено CO_2 , мг/л		
		через первые 30 дней	через вторые 30 дней	всего
Коньячный спирт (200 мл)	Танин (2,5 г)	14,3	15,4	29,7
	Глюкозы (5,0 г)	22,0	10,7	32,7
	Сахароза (5,0 г)	50,6	28,5	79,1
	Коньячный экстракт без дубильных веществ (1 г сухих веществ)	6,5	7,1	13,6
	Коньячный экстракт (1 г сухих веществ)	12,1	20,2	32,3

Приведенные данные также показывают, что дубильные вещества и углеводы легко окисляются и этот процесс протекает настолько глубоко, что продуктом окисления также является углекислота. В том случае, когда в опытах спирт и древесина выдерживались в атмосфере азота, выделения углекислоты не наблюдалось. Следовательно, образование углекислоты связано с кислородом воздуха, в присутствии которого протекают превращения веществ дубовой древесины.

Однако значение кислорода воздуха этим не ограничивается. Л. М. Джанполадян и Ц. Л. Петросян, рассматривая окислительные процессы в спиртах, связанных с древесиной дуба, приходят к следующей схеме процесса.

На первом этапе коньячный спирт обогащается кислородом, проникающим через древесину бочки и растворяющимся в спирте. Растворимость кислорода зависит от концентрации спирта и содержания экстрактивных веществ, что видно из данных табл. 31.

Э. М. Шприцман показал, что при 25°C суточное поглощение кислорода свежеперегнанным коньячным спиртом равно $0,26 \text{ мг/л}$. В случае добавления $0,3 \text{ г/л}$ дубильных веществ поглощение кислорода увеличивается до $0,4 \text{ мг/л}$, а при $0,6 \text{ г/л}$ — до $0,53 \text{ мг/л}$. Им же установлено, что при двухлетней выдержке спирта количество растворенного в нем кислорода уменьшается с $11,4$ до $3,1$ — $4,3 \text{ мг/л}$, а перекисное число, наоборот, увеличивается

Растворимость кислорода в коньячном спирте (в мг/л)

Спирт, % об.	Растворимость кислорода			
	без добавле- ния экстракта	с добавлением экстракта, г/л		
		1	5	10
65	9,49	9,67	12,81	—
55	8,85	8,97	9,10	9,72
40	6,98	—	7,02	7,47

с 0 до $3,4$ — $4,0 \text{ мг/л}$. ОВ-потенциал при этом заметно уменьшается — от 444 до 344 — 374 мв . А. Л. Сирбиладзе установил, что при выдержке спирта в дубовых бочках ОВ-потенциал колеблется от 378 до 450 мв .

По данным Л. Н. Кислицыной о выдержке коньячных спиртов в эмалированных цистернах с дубовой клепкой скорость потребления кислорода зависит от его концентрации. При содержании кислорода 14 мг/л поглощалось кислорода $0,4 \text{ мг/л}$ в сутки, при 18 — $0,5$; при 24 — $0,6$ и при 30 — $0,7 \text{ мг/л}$.

В дальнейшем под воздействием древесины и ее экстракта кислород переходит в перекисную форму. Эта форма кислорода обнаруживается преимущественно у стенок бочки. Для проверки этого факта были проведены анализы коньячного спирта после перемешивания его в бочке. При этом кислородное и перекисное числа были во всех слоях одинаковы, но после трехмесячной выдержки спирта в нижних слоях у стенок бочек перекисей стало больше, чем в верхних, а растворенного кислорода оказалось больше в верхних слоях (табл. 32).

Это объясняется неодинаковым проникновением кислорода в бочку. Как было установлено М. А. Герасимовым для вина, через шпунтовое отверстие кислорода проникает больше (51%), чем через поры клепки (только $8,6\%$). Остальное количество кислорода попадает в вино при переливах.

Образование перекисей при выдержке спиртов является вторым этапом в схеме окислительных процессов. На третьем этапе в результате наличия перекисей отщепляется активный кислород, кото-

**Содержание перекисного и растворенного кислорода
в различных слоях коньячного спирта
(по данным Л. М. Джанполадяна и Ц. Л. Петросян)**

Характеристика спирта	Слой, из которого отобрана проба	Кислород, мг/л		
		общий	перекисный	растворенный
Спирт 10-летней выдержки через 3 месяца после перемешивания	Верхний	15,89	2,00	13,89
	Нижний	13,83	3,25	10,58
Спирт 6-летней выдержки через 3 месяца после перемешивания	Верхний	13,10	2,88	10,22
	Нижний	12,16	3,38	8,78

рый впоследствии расходуется на окисление компонентов древесины дуба.

На основании изложенного Л. М. Джанполадяном предложена следующая схема взаимодействия кислорода воздуха с компонентами древесины дуба.

1. Кислород воздуха → коньячный спирт → растворенный кислород

2. Растворенный кислород $\xrightarrow[\text{экстракт}]{\text{древесина}}$ перекиси

3. Перекиси $\xrightarrow[\text{экстракт, коньячный спирт}]{\text{древесина}}$ окисленные продукты

Указанная схема недостаточно полна, так как она не затрагивает окислительные процессы летучей части коньячных спиртов, которые, несомненно, имеют место при выдержке.

Энергичному протеканию ОВ-процессов способствуют также катализаторы: медь и железо. А. Д. Лашхи указывает, что медь является лучшим катализатором и при сохранении ее в коньячном спирте до 8 мг/л катализ окисления проходит энергично.

**ХИМИЧЕСКИЕ ИЗМЕНЕНИЯ ПРИ ВЫДЕРЖКЕ
КОНЬЯЧНЫХ СПИРТОВ**

Под воздействием кислорода на многокомпонентную систему, какой является коньячный спирт, и сложного

состава древесины дуба в летучей части коньячного спирта за период выдержки протекает ряд химических превращений.

Кислотность и рН. Кислоты выдержанного коньячного спирта представлены в двух видах: летучие и нелетучие. Свежеперегнанный коньячный спирт имеет небольшую кислотность, которая обуславливается летучими кислотами, в основном уксусной, а также масляной и пропионовой (последние содержатся в спирте в очень малом количестве).

Процесс накопления летучих кислот происходит не только вследствие окисления этилового спирта, но и экстрагирования их из дубовой древесины. На это, в частности, указывает Иедник (приводится Гнаммом Г.). Он обнаружил в водяных экстрактах древесины дуба муравьиную и уксусную кислоты, содержание которых не превышает 0,3%.

Нелетучие кислоты представлены главным образом уроновыми кислотами, экстрагируемыми из древесины дуба, а также имеющими кислотный характер, дубильными веществами, в состав которых входят галловая и элалловые кислоты. На нейтрализацию 1 г танина расходуется 41,3—58,8 мл 0,1 н раствора щелочи, а для дубильных веществ дуба, как установлено Э. М. Шприцманом — 38 мл. Это значит, что если в коньячном спирте присутствует 1 г дубильных веществ, то общая кислотность его возрастает на 220 мг/л (в пересчете на уксусную кислоту).

В табл. 33 приводятся данные Джослина и Америна о содержании кислот в коньячных спиртах различных сроков выдержки.

Таблица 33
Изменение кислотности в спиртах во время выдержки

Возраст коньячных спиртов, годы	Содержание кислот, мг/100 мл безводного спирта		
	общая кислотность	нелетучие кислоты	летучие кислоты
1—3	22,6—84,0	3,5—18,8	19,8—65,1
5—11	32,3—100,3	5,6—36,20	21,1—72,3
16—21	70,3—142,0	17,7—58,2	47,5—104,2
22—39	110,9—9,300	29,6—126,8	82,3—173,2
44—80	126,9—9,393	51,2—174,2	60,0—265,5

Данные Блярева показывают, что коньячные спирты в возрасте до 1 года содержат титруемых кислот от 0,21 до 0,36 г/л, а в более старых по возрасту спиртах (от 3 до 5 лет) их количество возрастает до 0,65 г/л. В очень старых коньячных спиртах содержание кислот колеблется от 1,5 до 3,9 г/л.

Несмотря на такое высокое содержание кислот, они не ощущаются во вкусе коньяка. В то же время повышение содержания летучих кислот в результате перехода их из виноматериала при перегонке больных виноматериалов резко изменяет вкус спирта даже при значительно меньшем количестве их.

Следовательно, наличие кислот в коньячном спирте в указанных формах связано с образованием коньяка, и они являются его составной частью.

Кислоты придают коньякам определенную вкусовую гармонию, способствуют также гидролизу гемицеллюлоз и переходу в раствор моносахаров, распаду лигнина и окислению танидов.

При выдержке коньячных спиртов изменяется и pH. Если в молодых спиртах величина pH находится на уровне 3,8—4,4, то в выдержанных она снижается до 3,28. Изменение значения pH в сильной степени зависит от качества древесины бочек, способа ее обработки, продолжительности выдержки спиртов и от емкости бочек. В бочках большой емкости (500—600 л) pH снижается медленнее, чем в бочках малой емкости. В связи с большой удельной поверхностью в малых бочках наблюдается более интенсивное экстрагирование веществ дубовой древесины (дубильных веществ, урсонных кислот), имеющих кислый характер, что, несомненно, влияет на величину pH. Кроме того в бочках меньшей емкости ускоряются окислительные процессы, а следовательно, усиливается образование летучих кислот и перекисей, что также оказывает влияние на величину pH.

По данным В. Личева, при выдержке коньячного спирта в дубовых бочках значение pH снижается в результате накопления дубильных веществ.

Исследования болгарских коньячных дистиллятов показали, что в молодых спиртах pH изменяется от 4,5 до 5,0, а в выдержанных — от 4,1 до 4,8.

Альдегиды и ацетали. В процессе выдержки коньячных спиртов вследствие окисления этилового спирта кис-

лородом воздуха образуется альдегиды, а в результате связывания альдегидов со спиртом — ацетали.

Альдегиды и ацетали придают спиртам определенные ароматические оттенки. Чем продолжительнее процесс выдержки спиртов, тем больше прирост указанных компонентов, что видно из данных табл. 34, составленной по средним данным анализа отечественных спиртов.

Таблица 34
Изменение содержания альдегидов
и ацеталей в процессе выдержки спиртов

Возраст спиртов, годы	Содержание, мг/л	
	альдегидов	ацеталей
1	10—40	6—13
5	17—65	20—35
10	40—76	25—43

Л. М. Джанполадян и Ц. Л. Петросян склонны считать, что в коньячных спиртах имеются летучие и нелетучие ацетали и что между нелетучими ацеталами и возрастом спиртов существует определенная зависимость: в молодых спиртах их содержится меньше, чем в старых.

Многие исследователи, и особенно Люссон, обобщая аналитические данные о составе коньячных спиртов, обращают внимание на зависимость между возрастом спиртов и содержанием продуктов окисления. На этом основании Люссон предложил ввести понятие коэффициента окисления спиртов, выражающий сумму кислот и альдегидов, содержащихся в 100 частях неалкоголей.

Коэффициент окисления спиртов (по Люссону)

Возраст спиртов, годы	0	4	19	22	37	52	57
Коэффициент окисления	8,8	18,1	29,0	30,0	34,2	35,0	36,0

Как видно из приведенных данных, по этому коэффициенту можно судить о возрасте коньячных спиртов: с увеличением продолжительности выдержки коэффициент окисления возрастает.

Эфиры входят в группу ароматических веществ и в зависимости от их содержания оказывают влияние на вкусовую гармонию коньяка. Различают два вида эфиров: средние (летучие) и кислые (нелетучие). Исследованиями показано, что в процессе выдержки спиртов содержание эфиров мало изменяется.

Болле на протяжении более чем 20 лет проводил анализы шарантского коньячного спирта урожая 1910 г. и установил, что общее содержание эфиров (в пересчете на уксусноэтиловый) осталось в основном неизменным, что видно из приводимых ниже данных.

Изменение общего содержания эфиров
при выдержке коньячных спиртов

Возраст спиртов, годы	3	12	16	20	24
Содержание эфиров, мг/100 мл безводного спирта	112	108	114	112	116

Однако если общее количество эфиров почти не изменилось, то природа их была различна: так, спирт, подвергнутый перегонке на четыре фракции, содержал следующее количество эфиров (табл. 35).

Таблица 35

Изменение состава эфиров при выдержке спиртов

Возраст коньячного спирта, годы	Содержание эфиров, мг/100 мл безводного спирта			
	I фракция	II фракция	III фракция	IV фракция
3	16	22	31	45
12	28	22	31	23
24	46	26	23	19

Из данных табл. 35 видно, что за период выдержки содержание эфиров в первой фракции увеличилось, в четвертой снизилось, в третьей произошли незначительные изменения, а во второй количество их осталось почти на одном уровне.

Энантовый эфир, или, как его еще называют, **масло винных дрожжей**, является нормальной составной частью вина (0,001—0,003%) и содержится главным образом в винных дрожжах, которые и служат исходным материалом для его получения. Энантовый эфир состоит из смеси различных эфиров жирных кислот, главным образом эфиров каприновой и каприловой кислот и этилового и изоамилового спиртов. Он хорошо растворяется в крепком спирте, в воде совершенно нерастворим, обладает резким мыльным вкусом и запахом, улетучивается при 225—230°С и легко возгоняется при перегонке вина с большим разбавлением. Энантовый эфир обладает приятным ароматом и благодаря его присутствию в коньяках выделяются ценные дегустаторами мыльные тона во вкусе и аромате.

По данным Б. В. Липса, В. М. Малтабара и З. А. Мамаковой, наличие энантового эфира в пределах 50—60 мг/л свойственно французским коньякам, чем они в основном и отличаются от наших коньяков, в которых содержание его в 2—3 раза меньше.

Этим же авторами установлено, что в состав энантового эфира входят следующие компоненты: этилкаприлат, этилкапринат, этиллаурат, этилмиристат, а также некоторые неидентифицированные вещества.

Высшие спирты. К ним относится группа веществ, обладающих различными ароматическими свойствами. Так, пропиловый, изопропиловый, бутиловый и изобутиловый спирты имеют довольно приятный запах и несколько острый вкус, а изоамиловый спирт, являющийся частью сивушных масел, обладает неприятным удушливым запахом.

При выдержке происходит очень медленное окисление высших спиртов и их вкусовая ассимиляция. В молодых спиртах четко различаются сивушные тона, но уже после пяти-семилетней выдержки они в достаточной степени гармонируют с общим вкусом спиртов и даже дополняют аромат свойственными им оттенками. Попытки получить коньяк из спирта-ректификата, в котором содержание

примесей, в том числе и высших спиртов, сведено к минимуму, успеха не имели.

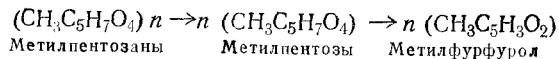
Химизм превращения высших сортов полностью еще не вскрыт, однако установлено, что суммарное количество их при выдержке почти не изменяется, хотя наблюдается некоторая тенденция прироста. Нужно полагать, что это вызвано не новообразованием, а изменением концентрации этилового спирта: высшие спирты испаряются медленнее, чем легколетучие компоненты — этиловый спирт и др.

Анализ многочисленных образцов коньячных спиртов показал, что в них меньше всего изменяется содержание эфиров и высших спиртов. Если рассматривать сумму эфиров и высших спиртов, то эти изменения будут еще менее заметными.

В 83 образцах свежих спиртов, проанализированных Жираром, эта сумма составляла от 235 до 470 мг/100 мл безводного спирта.

В большинстве коньячных спиртов суммарное содержание эфиров и высших спиртов колеблется от 250 до 350, а в выдержанных спиртах — от 245 до 431 мг/100 мл безводного спирта. В связи с незначительным изменением содержания эфиров и высших спиртов их отношение принято считать показателем качества коньячных спиртов. Это отношение (высшие спирты: эфиры) равно 1:1 или 1:2, но нередко составляет 1:3 или 1:4. В отечественных коньячных спиртах содержание высших спиртов во многих случаях в 2—3 раза превосходит содержание эфиров.

Фурфурол образуется при дегидратации пентоз (ксилозы, арабинозы). Во французских коньяках (по Равазу) содержится от 1,26 до 2,1 мг фурфурола в 100 мл безводного спирта, в армянских коньячных спиртах в возрасте от 1 до 47 лет количество фурфурола составляет от 0,17 до 1,43 мг/100 мл безводного спирта. При выдержке спиртов в бочках содержание фурфурола увеличивается. Работы Л. М. Джанполадяна и Ц. Л. Петросян показали, что в коньячных спиртах содержится не только фурфурол, но и метилфурфурол, количество которого составляет 5,4—16,0 мг/л. Он образуется из метилпентозанов через метилпентозы по следующей схеме:



Содержание фурфурола в коньячных спиртах при выдержке увеличивается, что видно из табл. 36, в которой приведены результаты анализа спиртов Ереванского коньячного завода.

Таблица 36

Изменение содержания фурфурола в коньячном спирте при выдержке

Возраст коньячного спирта, годы	Содержание фурфурола, мг/100 мл безводного спирта	Возраст коньячного спирта, годы	Содержание фурфурола, мг/100 мл безводного спирта
1	0,17	13	0,59
4	0,33	32	0,47
10	0,43	47	0,73

Содержание метилфурфурола колеблется от 5,4 мг/л в молодых спиртах до 16 мг/л в старых выдержанных спиртах.

Л. М. Джанполадян и Р. С. Джаназян в 1963 г. обнаружили в старых отечественных и французских коньяках оксиметилфурфурол, содержание которого колеблется от 81 до 160 мг/л. Он образуется при дегидратации гексоз.

Указанные альдегиды фуранового ряда участвуют в сложении качества коньяка и придают ему тона выдержки.

Кроме основных веществ Ц. Л. Петросян определила в коньячных спиртах содержание азотистых веществ. В период выдержки количество общего азота и азота аминокислот значительно увеличивается. Азотистые вещества экстрагируются из древесины дуба и составляют до 1,28% от массы древесины.

Ц. Л. Петросян были идентифицированы глютаминовая кислота, пролин, фенилаланин и гликокол.

Минеральные вещества. Помимо органических веществ в коньячных спиртах и коньяках содержатся также минеральные вещества. В 1966 г. В. Личевым и другими был применен спектральный анализ и выявлены компоненты, которые в основном переходят в спирты из дубовой древесины и оборудования (в котором получают и обрабатывают спирты и коньяки). Авторы считают, что такие компоненты, как медь и другие, играют большую

роль в химических превращениях в спиртах за период выдержки.

И. М. Скурихиным в коньячных спиртах обнаружено 37 микроэлементов. При выдержке содержание магния, железа и меди уменьшается, а калия и натрия увеличивается. В спиртах содержатся и такие активные микроэлементы, как марганец, стронций, цинк, титан, никель, хром, олово.

ФИЗИЧЕСКИЕ ИЗМЕНЕНИЯ ПРИ ВЫДЕРЖКЕ КОНЬЯЧНЫХ СПИРТОВ

Во время долголетнего хранения коньячных спиртов в дубовой таре протекают не только химические, но и физические изменения: изменяется цвет, уменьшается объем, понижается крепость, изменяются относительная плотность, вязкость и поверхностное натяжение.

Изменение цвета. Как известно, молодые коньячные спирты бесцветны. При выдержке в дубовых бочках они приобретают вначале светло-золотистый цвет (до 5 лет), а впоследствии — золотистый (до 10 лет) и чайный (более 10 лет). Очень старые спирты имеют тона крепко настоянного чая. Изменение цвета спиртов зависит только от состава дубовой древесины и в первую очередь от дубильных веществ. Дубильные вещества сами по себе слабо влияют на цвет спиртов, но по мере их окисления образуются продукты в виде пурпурогаллина и другие, которые придают спиртам золотистые тона. Наблюдается некоторая связь между накоплением дубильных веществ и окраской спиртов: чем больше их содержится в среде и чем сильнее они окислены, тем интенсивнее окраска.

При выдержке в условиях повышенной температуры (25—30°С) спирты приобретают интенсивно золотистые тона уже на второй год выдержки, а в случае хранения при пониженной температуре (8—10°С) окраска и экстрактивность спиртов изменяются очень медленно. Нормальное изменение окраски и экстрактивности является показателем правильности технологического режима выдержки спиртов. Опытный мастер в течение всего времени выдержки должен следить за развитием окраски и содержанием экстракта в спиртах и принимать меры к их регулированию.

Изменение объема и понижение крепости спирта зависят от двух основных факторов: впитывания и испарения. В свою очередь, размер впитывания зависит от пористости древесины, температуры хранения, крепости спирта и удельной поверхности бочек. На интенсивность испарения оказывают влияние температура, вязкость, относительная плотность спирта, влажность воздуха. Спирт испаряется через поры клепки, щели в стыках клепки, шпунтовые отверстия. А. В. Лыков отмечает, что древесина относится к коллоидным капиллярнопористым телам, в которых жидкость перемещается в результате диффузионно-осмотических явлений и действия капиллярных сил. Этот процесс может быть охарактеризован в общем виде формулой, аналогичной формуле закона Фика:

$$Q = \frac{Ddw}{d\chi},$$

где Q — количество влаги, проходящее через поперечное сечение образца в единицу времени;

χ — толщина образца;

D — коэффициент влагопроводности;

w — влажность образца.

Из закона Фика следует, что скорость перемещения жидкости прямо пропорциональна градиенту влажности образца. В зависимости от влажности древесины перемещаться будет либо жидкость, либо пар. Л. М. Джанполадян отмечает, что на глубине 8—11 мм в клепке толщиной 30 мм спирт находится в виде жидкости, а в более глубоких слоях (19—22 мм) — в виде пара.

Процесс впитывания спирта в древесину протекает по закону капиллярного поднятия жидкости и может быть выражен уравнением Пуазейля:

$$v = \frac{n\pi r^4 p}{8\eta l},$$

где v — скорость потока жидкости;

n — число действующих капилляров;

r — средний радиус капилляров;

p — давление;

η — вязкость жидкости;

l — средняя длина капилляров.

Из этой формулы следует, что скорость перемещения жидкости прямо пропорциональна давлению и обратно пропорциональна вязкости.

Как указывает И. М. Скурихин, ссылаясь на данные А. Я. Лапко, в практике выдержки коньячных спиртов наблюдается, что с повышением температуры спиртов, выдерживаемых в бочках с плотно закрытыми шпунтовыми отверстиями, возрастает давление до 22 мм рт. ст., что приводит к утечке спиртов в стыках клепки и в подбutorниках, а следовательно и к увеличению потерь. Поэтому при резком повышении температуры в хранилищах следует ослаблять плотность укупорки шпунтовых отверстий.

Что касается вязкости спиртов (см. табл. 38), то в процессе продолжительной выдержки она повышается, а следовательно влагоперемещение снижается. Поэтому при выдержке старых экстрактивных спиртов впитывание в древесину меньше, чем при выдержке молодых спиртов.

Температурные условия хранения также оказывают большое влияние на испарение и изменение объема коньячного спирта. В зависимости от температуры хранения испарение спирта может протекать с различной интенсивностью.

При стационарном режиме интенсивность испарения выражается следующим уравнением:

$$I = \frac{t}{r},$$

где I — интенсивность испарения;

t — температура воздуха, °C;

r — скрытая теплота испарения, ккал/кг.

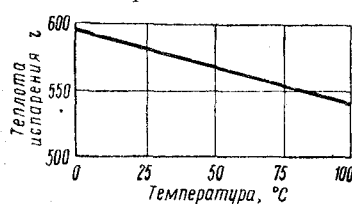


Рис. 42. Зависимость между теплотой испарения и температурой (по А. В. Лыкову).

Из уравнения видно, что интенсивность испарения возрастает по мере повышения температуры среды и снижения скрытой теплоты испарения. Между скрытой теплотой испарения среды и температурой существует обратная зависимость, что видно из рис. 42.

В свою очередь влажность помещения может также различно влиять на изменение объема и крепости спирта. Согласно закону Сабо при относительной влажности воздуха 70% между скоростью испарения спирта и воды наступает равновесие. В этих условиях спирт и вода могут оставаться по

отношению друг к другу в постоянных концентрациях. При относительной влажности ниже 70% скорость испарения воды выше скорости испарения спирта. В этих условиях крепость спирта будет повышаться. При относительной влажности выше 70% процесс пойдет в обратном направлении.

Известны случаи, когда при хранении спирта в условиях пониженной влажности крепость его не снижается, а, наоборот, повышается на 2—3% об.

И. М. Скурихин и О. М. Посецельская изучили влияние воздухообмена, температуры и относительной влажности воздуха на величину потерь. Полученные ими данные показывают, что потери спирта в значительной степени зависят от движения воздуха в цехах выдержки. При обмене воздуха соответственно 0,8 и 4,2 объема в сутки при одинаковой влажности потери спирта за год в первом помещении были равны 0,9% безводного спирта, в то время как во втором помещении (в обычном) потери достигли 2,5% безводного спирта.

Авторы считают, что для нормального созревания спиртов и снижения потерь в помещении необходимо поддерживать следующие параметры: температура 20°С, относительная влажность воздуха до 90% и скорость воздухообмена до 1 объема в сутки. Предельно допустимые параметры: температура 15—20°С, относительная влажность воздуха не ниже 80% и воздухообмен не более 5 объемов в сутки.

Объем тары также может оказывать влияние на величину впитывания спирта и его испарения. С увеличением удельной поверхности бочки на единицу объема спирта увеличиваются впитывание его в клепку и испарение.

Испарение коньячного спирта в отдельных частях бочки протекает неравномерно: наибольшая течь наблюдается в уторах бочек, а между клепками боковины она значительно меньше.

И. М. Скурихин установил, что при размещении бочек по ярусам около 65% от общего количества текущих бочек приходится на бочки, расположенные в первом ярусе. Во втором ярусе около 20% текущих бочек и в третьем — 15%. Повышенный процент текущих бочек в нижних ярусах объясняется давлением вышележащих бочек, вследствие чего наблюдается деформация клепки и уменьшение плотности их прилегания.

При опытном хранении спирта в бочках, установленных в обычный ярус и на стеллаже, среднегодовые потери в первом случае составили 3,47% безводного спирта, а во втором 1,98%.

Исходя из изложенного, И. М. Скурихиным предложен стеллажный метод хранения бочек, который давно себя оправдал в практике выдержки виски и бренди в США, Англии и других странах.

Помимо приведенных выше причин снижение крепости спирта и уменьшение его объема происходит также и в результате новообразования таких веществ, как летучие кислоты, альдегиды, ацетали и т. д., на которые расходуется некоторое количество этилового спирта. Многие специалисты полагают, что во время испарения спирта в известной степени снижается содержание легколетучих веществ, но вместе с тем концентрируются вещества, обуславливающие букет коньяка. Поэтому уменьшение объема спирта считается вполне закономерным явлением.

Насколько это правильно, судить трудно, ибо прямые опыты по данному вопросу не ставились. По-видимому, необходимо, чтобы изменение концентрации отдельных веществ проходило не вследствие уменьшения объема спирта, а за счет более продолжительной выдержки.

Несомненно, что указанные факторы, от которых зависит изменение объема и крепости, т. е. величина производственных потерь, оказывают влияние не изолированно, а совокупно.

Приведем некоторые данные о потерях спирта при выдержке. В зависимости от условий выдержки в Советском Союзе узаконены следующие нормы убыли спиртов. В южных районах (Армении, Таджикистане, Узбекистане, Туркмении) потери колеблются от 3,9 до 5,6% годовых, а в остальных районах — 3,3—4,4% в расчете на безводный спирт (при емкости тары до 70 дал). На третьем году выдержки размеры потерь снижаются на 5%, а в последующие годы на 10% от общей нормы потерь.

По данным Джекстона, цитируемым в монографии Джослина и Америна, в очень старых французских коньячных спиртах при длительной выдержке крепость снижается до 39% об. Раваз также указывает, основываясь на опыте коньячного производства в Шаранте, что крепость коньячного спирта в процессе выдержки постепенно уменьшается.

По исследованиям Рокка, коньячный спирт крепостью 65% об. теряет крепость в следующих размерах (табл. 37).

Таблица 37

Снижение крепости коньячного спирта
в процессе выдержки

Продолжительность выдержки, годы	Крепость, % об.	Снижение крепости, % об.
—	65	—
1	63	2
6	61	4

Изменение относительной плотности, экстрактивности, вязкости и поверхностного натяжения. В связи со снижением крепости коньячных спиртов увеличивается их относительная плотность (табл. 38).

Таблица 38

Изменение показателей коньячного спирта при выдержке

Год закладки спирта на выдержку	Относительная плотность, d_{20}^{20}	Экстракт, г/л	Вязкость при 20° С, спз	Поверхностное натяжение, дин/см ²
1902	0,9287	18,65	2,075	31,2
1917	0,9195	11,30	2,078	30,0
1937	0,9073	3,70	1,913	29,7
1948	0,8993	2,40	1,865	29,2

На величину относительной плотности оказывает влияние также концентрация экстракта, которая в старых спиртах повышается до 18,65 г/л. С возрастанием экстрактивности спиртов увеличиваются их вязкость и поверхностное натяжение. Старые коньячные спирты, в которых крепость ниже, а экстрактивность выше, имеют наибольшую вязкость и поверхностное натяжение.

Расслоение спиртов. Если отвлечься от незначительных в количественном отношении характерных примесей, обуславливающих вкус и букет коньяков, то основными компонентами последних остаются вода и спирт.

Однородные смеси из этих трех веществ, во всяком случае в тех пределах, которые встречаются в коньячном производстве, должны рассматриваться как истинные растворы. Тем не менее, может происходить постепенное расслоение таких растворов.

Вальтером были приготовлены два коньяка, один из которых отличался малым, а другой — большим содержанием экстрактивных веществ. Оба коньяка после тщательного перемешивания были подвергнуты анализу и затем выдерживались в продолжение года при температуре $15-20^{\circ}\text{C}$ и в условиях, исключающих возможность испарения. Было также сделано все возможное для устранения каких-либо механических нарушений состояния обоих коньяков. После этого были отобраны образцы коньяка из нижней и верхней части бочки и подвергнуты химическому анализу. Результаты анализа показывают, что в составе коньяков произошли следующие изменения по сравнению с первоначальным состоянием.

В нижнем слое уменьшилось содержание спирта на $0,44-0,59\%$ об. и увеличилось содержание экстрактивных веществ на $0,16-0,36\%$.

В верхнем слое увеличилось содержание спирта на $0,15-0,39\%$ об. и уменьшилось содержание экстрактивных веществ на $0,24-0,44\%$.

Для сравнения приведем аналитические данные спирта-ректификата, полученные нами в 1952 г.

В первом случае спирт хранился в буте емкостью 600 дал, высотой 3,9 м. Крепость спирта в верхнем слое была 95,25, в среднем 95,25 и в нижнем — 92,05% об.; в среднем крепость была равна 93,5% об.

Во втором случае спирт хранился в буте емкостью 300 дал, высотой 3 м. Крепость спирта в верхнем слое 94,5, в среднем 93,25 и в нижнем — 92,7% об.; в среднем крепость составила 94,2% об.

Из приведенных данных видно, что расслоение спиртов и коньяков имеет место и с этим фактором необходимо считаться при инвентаризации, практикуя перемешивание их перед отбором проб.

Несмотря на многочисленные исследования, результаты которых приведены выше, следует отметить, что многие вопросы, связанные со старением коньячного спирта, остаются еще невыясненными. Перед наукой и практикой стоят еще большие задачи в области выяснения химиче-

ских превращений и физических изменений, протекающих в коньячных спиртах при долголетней выдержке. Только при выяснении этих вопросов мы сможем более всесторонне объяснить процессы созревания спиртов.

ВЫДЕРЖКА И УХОД ЗА КОНЬЯЧНЫМИ СПИРТАМИ

Помещение цеха выдержки. Выдержку спиртов проводят в специальных наземных или полуподземных помещениях при температуре $18-20\pm 3^{\circ}\text{C}$ и относительной влажности воздуха 75—85%. Следует избегать повышенной влажности, так как при этом происходит разбавление спирта и созревание его замедляется. При низкой влажности и нормальной температуре повышаются потери спирта.

Температура и влажность можно регулировать путем кондиционирования воздуха. Этот дорогой и сложный прием может быть частично заменен протиркой полов и бочек влажными щетками, открытием дверей в дождливые дни и в ночное время. В помещениях спиртохранилищ ежедневно ведут наблюдение за температурой и влажностью воздуха и показатели фиксируют в специальном журнале.

Особое внимание следует обращать на поддержание постоянного температурного режима в хранилищах в течение всего периода выдержки. При резком колебании температуры в связи с высоким коэффициентом объемного расширения спирта изменяется объем воздушной камеры в бочках. Вследствие этого в бочку сквозь щели шпунтового отверстия всасывается воздух или выталкивается из нее с парами спирта, в результате чего увеличиваются потери.

На некоторых коньячных заводах и в хранилищах отсутствуют обогревательные устройства и в зимне-весеннее и осеннее время температура в них снижается до минус $2-5^{\circ}\text{C}$. Такой перепад температур отрицательно сказывается на развитии спиртов, и их качество не соответствует продолжительности выдержки.

В хранилищах должно быть рассеянное освещение. Окна устраиваются выше средней части по высоте помещения. Они должны быть узкими, чтобы на 1 м^2 приходилось до 30 лк света. В помещениях не должно быть сквозняков, так как при усиленном обмене воздуха за-

метно повышаются потери. Воздух в помещении должен быть чистым, без посторонних запахов, с наличием легких коньячных тонов.

Технологические операции при выдержке. Свежий коньячный спирт обычно бывает бесцветным, недостаточно ароматичным и жгучим на вкус. При выдержке в дубовых бочках в нем происходят значительные изменения, которые сопровождаются описанными выше химическими превращениями и улучшением качества спиртов. Многолетний опыт показывает, что для получения высококачественных спиртов во время выдержки следует соблюдать все условия, от которых зависит вкус и аромат коньяка.

Спирты, как правило, выдерживают в неполных бочках (не долитых на 1,5—2%). Это необходимо во избежание потерь спирта при колебании температуры, а также для усиления окислительных процессов, связанных с созреванием.

Доливку находящихся на выдержке коньячных спиртов проводят при инвентаризации, используя спирты того же года выдержки.

По усмотрению главного технолога применяется ступенчатая доливка, метод которой испытан и рекомендуется Л. М. Джанполадяном. При этом каждая партия в пределах не более 10% доливается более молодым спиртом. Для спиртов, выдержанных менее 10 лет, интервал в возрасте не должен превышать 1—2 года, для более старых спиртов 3—5 лет.

Один раз в год, учитывая возможное расширение объема при максимальной температуре, проводят отъем спирта из бочек.

Основываясь на многолетнем производственном опыте, М. С. Седракан показал, что при хранении коньячных спиртов особое внимание следует уделять поэтажной выдержке. Им рекомендуется на третьем этаже выдерживать до 3 лет молодые спирты, более зрелые — на втором этаже и марочные коньяки — на первом этаже или в полуподземном помещении. Такое распределение спиртов по возрасту дает возможность (в зависимости от температурных условий) ускорить созревание молодых спиртов и способствует нормальному развитию старых.

Наполненные бочки забивают шпунтами и устанавливают в 2—4 яруса. Для снижения потерь после 1—2

лет выдержки шпунты и шпунтовые отверстия бочек парафинируют.

Во время выдержки за спиртами все время нужно вести наблюдения: просматривать их окраску, определять аромат и вкус. Особенно тщательно проверяют спирты во время ежегодной инвентаризации. В это время отбирают пробы коньячного спирта и дают им дегустационную оценку, а также определяют содержание этилового спирта, общую кислотность, pH, общий экстракт, содержание дубильных веществ и окраску. При обнаружении отклонений от нормального развития сразу принимают меры к их устранению. Особенно часто приходится встречаться с дефектами окраски и появлением дубового привкуса. В большинстве случаев это объясняется выдержкой спиртов в плохо обработанных бочках. Если в молодом возрасте в спирте появилась грубоватость, то его подвергают оклейке, после чего продолжают выдержку, а бочки, в которых хранился спирт, снимают с ярусов и подвергают вторичной обработке, после чего выдерживают в них спиртованные воды.

Во время хранения спиртов одновременно проверяют состояние бочек. Бочки с поврежденными обручами или течью в уторах и стыке клепок немедленно исправляют. Наблюдения показывают, что в бочках с незначительными подтеками потери спирта в 1,5—2 раза больше, чем в исправных полноценных бочках. По данным И. М. Скурихина, только одна средней величины течь вызывает дополнительные потери до 3,4% в год.

При выдержке спирты периодически подвергают сортировке: через 2,5—3 года при пятилетнем хранении и через 5 лет — при десятилетнем. При сортировке отбирают более качественные спирты, которые идут на дальнейшую выдержку для марочных коньяков, а менее качественные выделяют в отдельные партии для выработки ординарных коньяков. Как те, так и другие коньячные спирты эгализируют в однородные крупные партии. Номера эгализаций заносят в книгу и отмечают в ней химический состав и органолептическую характеристику спиртов. Для марочных коньяков записывают сорта винограда и микрорайоны их произрастания.

Продолжительность выдержки обуславливается назначением спиртов и их составом. Чем длительнее процесс выдержки, тем лучше качество спиртов.

Бочки для выдержки коньячных спиртов. Выше уже отмечалось, что развитие вкусовых и ароматических свойств коньячных спиртов в значительной степени связано с качеством дубовой клепки. Никакая древесная порода в коньячном производстве не может заменить дуб, от свойств древесины которого во многом зависит качество коньяка.

Бочки, изготовленные из легких пород, непригодны для выдержки спиртов, так как они слишком пористы, что приводит к большим потерям и, кроме того, придает спиртам несвойственный им вкус и аромат.

Дубовая клепка различается по составу в зависимости от возраста дерева и места его произрастания, а также от технологии ее заготовки.

Молодой дуб мягкий, довольно редкослойный, из него экстрагируется значительное количество веществ, ухудшающих вкус спирта. Кроме того при выдержке спирта в бочке из молодого дуба наблюдаются значительные потери. Дубы в возрасте 70—80 и 100 лет дают густослойную древесину, богатую полезными веществами, необходимыми для формирования коньяка.

Лучшими местами для заготовки дубовой клепки являются районы Юго-Западной Украины, Татарской и Марийской АССР. Менее качественные дубы произрастают вблизи Майкопа, в Донбассе и некоторых других местах.

Клепка, заготавливаемая для коньячных бочек, колется из распиленных брусьев (тюльки), соответствующих по длине и толщине размерам стандартной бочки (табл. 39).

Размер клепки, мм

Таблица 39

Для бочек емкостью, дал	Боковая клепка			Донник		
	длина	ширина	толщина	длина	ширина	толщина
35	900	70—140	45—50	600	70—150	45—50
40	950	70—140	45—50	650	70—150	45—50
45	1000	70—140	45—50	700	70—150	45—50
55	1050	70—140	45—50	750	70—150	45—50

Пиленая клепка в коньячном производстве не применяется. Пороками клепки является сучковатость, косо-

слой, кривизна, наличие плесени, гнили, червоточины, синевы, краснины, белых полос. Сучки нарушают однородность клепки, затрудняют ее обработку и ухудшают механические свойства. Поэтому древесина со сквозными сучками не может быть использована для изготовления коньячных бочек.

Свежезаготовленная клепка содержит много влаги и непригодна для изготовления бочек. Поэтому ее укладывают в штабеля и просушивают на открытой площадке или под навесом; применяют также и искусственную сушку. Клепка, оставленная на воздухе, теряет влагу, пока не достигнет равновесной влажности, зависящей от температуры и влажности окружающего воздуха. Вначале испаряется свободная влага, а затем гигроскопическая. Во время сушки в продольном направлении через торцы влага удаляется в 10—15 раз быстрее, чем в тангенциальном, и несколько медленнее, чем в радиальном.

Практически доказано, что интенсивный подогрев клепки дает меньшую усушку. Считают, что при этом происходит неравномерное удаление влаги из волокон, вследствие чего усушка сухих волокон задерживается еще влажными волокнами; в результате полная усадка клепки при быстрой сушке не достигается. Это отрицательно сказывается на состоянии тары, которая со временем может деформироваться и даже вызывать разрыв обрuchей. Поэтому клепку нужно просушивать медленно, в течение 3—5 лет, что способствует улучшению качества древесины: клепка получается без трещин, и в ней полнее происходит ферментация составных частей древесины. Процесс сушки древесины дуба (клепки) следует рассматривать не как простой процесс удаления влаги, а как совокупность глубоко идущих химических реакций.

Плохо просушенная клепка придает спирту грубые тона во вкусе и несвойственную ему окраску.

На коньячных заводах Советского Союза чаще всего применяют бочки емкостью 30, 40, 50 дал, в то время как во Франции, Испании и Италии пользуются и более мелкой тарой (25—30 дал).

Клепки бочек должны быть тщательно пригнаны, хорошо выстроганы с обеих сторон, не должны иметь раковин и шероховатостей. Бочка должна иметь соответствующую форму и положенное количество обрuchей: для

бочки емкостью 50 дал 10 обручей, 40 дал — 8, 30 дал и менее — 6. Толщина уторных и пучковых обручей должна быть до 3 мм и остальных не менее 2—2,5 мм.

Следует заметить, что при сборке бочек ставят деревянные ригели, так как от железных ригелей в спиртах может образоваться касс и они приобретут темноватые тона.

Обработка бочек. Новые бочки, предназначенные для выдержки коньячного спирта, подвергают предварительной обработке для удаления части легко растворимых в воде экстрактивных веществ дубовой древесины. Если эти вещества не удалить, коньячный спирт приобретает грубые тона и горьковатый привкус. Поэтому главная цель, которая преследуется при обработке бочек, состоит в извлечении из клепки излишних дубильных веществ. Для этого бочки предварительно вымачивают в чистой воде в течение 10—12 суток. Воду в первые 3—4 суток сменяют через сутки, а в последующее время — через 2—3 суток. После этого в бочку наливают 4—5 дал кипятка, плотно забивают шпунт и тщательно споласкивают, поворачивая ее из стороны в сторону. После 15—20-минутного ополаскивания бочки оставляют с водой до следующего дня. На следующий день эту операцию повторяют. Пропаривание проводят до тех пор, пока вода, вытекающая из бочки, не станет бесцветной. После горячей мойки бочку ополаскивают два-три раза свежей холодной водой и ставят на сток.

В тех случаях, когда производство располагает паровой установкой, обработка бочек значительно упрощается. После вымочки в холодной воде бочку ставят шпунтовым отверстием на штуцер паровой коммуникации и под избыточным давлением 1—2 атм в течение 5—7 мин проводят пропарку. Спустя полчаса пропарку повторяют и снова дают бочке постоять в горячем состоянии. Пропарку повторяют один-два раза, после чего бочку ополаскивают сначала горячей, потом холодной водой и ставят на сток.

Пакотте и Гитанно указывают, что новые бочки после предварительной обработки их кипятком и паром можно обрабатывать также углекислой содой. Соду берут в количестве 10 г на 1 л воды. Затем бочки промывают сначала горячей, а потом холодной водой и используют под залив малых (экстрактивных) вод. Однако опыты,

проведенные Джослином и Америном, не подтвердили положительного эффекта такой мойки.

После обработки и проверки на отсутствие течи определяют емкость бочки и на лицевой стороне одного из доньев записывают год изготовления, инвентарный номер бочки и ее объем. Приуторники по всей окружности дна красят белилами. Обручи во избежание порчи покрывают сверху асфальтовым лаком или другими антикоррозийными покрытиями.

Определение емкости бочек. Емкость бочек чаще всего определяют путем взвешивания их в заполненном водой состоянии с последующим нахождением веса нетто и, следовательно, объема воды. Этот способ измерения объема не вполне точен ввиду недостаточной чувствительности товарных весов большой грузоподъемности, на которых обычно проводят взвешивание.

Измерение объема бочек, бывших в употреблении, путем заполнения водой влечет за собой повышенные потери спирта из-за впитывания его во влажную клепку (согласно существующим нормам эти потери составляют до 0,5%). Поэтому следует отдать предпочтение использованию коньячного спирта. Спирт отмеряют мерником первого класса точности и заполняют им бочку.

При отсутствии мерников для измерения емкости можно воспользоваться взвешиванием бочек, заполненных коньячным спиртом, с нахождением объема спирта по показателю относительной плотности (удельного веса) водно-спиртовых растворов при различной температуре. В табл. I приложения приведены рассчитанные Г. И. Фертманом величины относительной плотности водно-спиртовых растворов для интервала крепостей 50—75% об. при температурах от +30 до —25° С.

В данном случае объем спирта находится путем деления веса спирта (нетто) на относительную плотность соответствующего водно-спиртового раствора при температуре, которую коньячный спирт имел в бочке.

Этот способ по точности уступает измерению объема бочки с использованием спиртовых мерников первого класса, поскольку определение объема проводится косвенным путем, исходя из веса и относительной плотности коньячного спирта. По сравнению со способом измерения емкости бочек, заполненных водой, взвешиванием этот способ имеет технологическое преимущество, так как ис-

ключается возможность впитывания спирта во влажную клепку. Кроме того, как показал опыт Одесского коньячного завода, на котором по инициативе А. И. Духовного внедрен такой способ, измерение бочек возможно совместить с технологическими операциями, связанными с заполнением бочек коньячным спиртом, например, при закладке на выдержку. Но в то же время этот способ предъявляет высокие требования к отбору средней пробы и ее анализу и требует выполнения дополнительных расчетов, связанных с применением таблицы относительных плотностей водно-спиртовых растворов.

Пример. Измерение емкости проводится путем взвешивания бочки, заполненной коньячным спиртом крепостью 65% об., его температура в бочке 10°С. Вес спирта, заполнившего бочку, составил 605 кг.

Согласно таблице I приложения относительная плотность водно-спиртового раствора крепостью 65% об. при 10°С равна 0,90582.

Значит, емкость бочки будет:

$$V = \frac{605}{0,90582} = 667,9 \text{ л.}$$

В тех случаях, если в таблице имеются промежуточные значения крепости спирта и температуры, следует прибегнуть к интерполяции табличных данных.

Пример. Измерение емкости бочки проведено путем взвешивания бочки, заполненной коньячным спиртом крепостью 72,5% об.; температура спирта 15,5°С. Вес спирта, заполнившего бочку, 650 кг.

Согласно таблице I приложения при —15°С относительная плотность водно-спиртового раствора крепостью 72% об. равна 0,9086, а крепостью 73% об. — 0,9061. Следовательно, при —15°С относительная плотность водно-спиртового раствора крепостью 72,5% об. составит

$$d = \frac{0,9086 + 0,9061}{2} = 0,9074.$$

Соответственно при —16°С относительная плотность 72%-ного водно-спиртового раствора равна 0,9093, а 73%-ного раствора 0,9069, отсюда относительная плотность водно-спиртового раствора крепостью 72,5% об. при —16°С составляет

$$d = \frac{0,9093 + 0,9069}{2} = 0,9081.$$

Значит, при —15,5°С относительная плотность водно-спиртового раствора крепостью 72,5% об. будет

$$d = \frac{0,9074 + 0,9081}{2} = 0,90775.$$

Емкость бочки в данном случае равна

$$V = \frac{650}{0,90775} = 716 \text{ л.}$$

Сведения об относительной плотности водно-спиртовых смесей при различной температуре позволяют выявить влияние степени точности определения крепости коньячного спирта и его температуры на результаты измерения емкости коньячных бочек.

Воспользовавшись данными последнего примера, можно рассчитать емкость бочки при различных условиях (табл. 40).

Таблица 40

Расчет емкости коньячной бочки

Крепость спирта, % об.	Относительная плотность водно-спиртового раствора при температуре, °С			Емкость бочки (в л) весом 650 кг при температуре, °С		
	—15	—15,5	—16,6	—15	—15,5	—16,0
72,0	0,9086	0,90895	0,9093	715,4	715,1	714,8
72,5	0,9074	0,90775	0,9081	716,3	716,0	715,8
73,0	0,9061	0,9065	0,9069	717,3	717,0	716,8

Из данных этой таблицы можно заключить, что в приведенном диапазоне крепости и температуры изменение крепости на 0,5% об. дает разницу в измерении объема примерно на 1 л, а изменение температуры на 0,5 град примерно на 0,2—0,3 л. Отсюда ясно, что этот метод установления емкости бочек требует весьма точного отбора средней пробы коньячного спирта и определения в ней крепости с высокой степенью точности.

Когда бочки полностью подготовлены для использования, в них вначале выдерживают спиртованные воды, а по истечении 1 года заливают на выдержку молодой коньячный спирт. Выдержка спиртованных вод необходима для извлечения из клепки тех экстрактивных веществ, которые не растворились в холодной и горячей воде, а также с целью снижения потерь на впитывание.

Потери спирта при выдержке в бочках различного возраста. Рокк приводит следующие данные Поль-ле-Сура о потерях спирта при выдержке в новых дубовых бочках емкостью 500—600 л.

Год выдержки	1	2	3	4	5	6
Потери за год, % . . .	8,75	5,0	5,0	3,75	3,75	2,5

В этой же книге Рокка отмечается, что французское Министерство финансов при исчислении налогов принимает потери за первый год хранения в размере 7%.

Законодательством США (Джослин и Америк, 1914 г., Труды Калифорнийского университета) установлены потери при выдержке коньячного спирта в размере: 1-й год — 7%, 2-й год — 4%, 3-й год — 4% и за последующие годы — 3%.

А. Д. Лашхи при исследовании потерь спирта в 410-литровой бочке получал следующие средние данные: за первый год потери (в % безводного спирта) составили 8,5, за второй 4,5 и за третий 4,0. По его данным, потери спирта пропорциональны крепости.

Коньячные бочки представляют большую ценность. Старая бочка, как указывает М. А. Герасимов, более ценна, чем новая, так как она не содержит излишка дубильных веществ и клепка ее пропитана ароматическими веществами.

О том, насколько изменяется состав спирта при выдержке в зависимости от возраста бочек, можно судить по данным Крюсса и Валера (табл. 41).

Несмотря на явное увеличение содержания отдельных компонентов при выдержке спиртов в новых бочках, все же спирты лучше созревают в старых бочках, и вкусовые достоинства их несомненно выше. Поэтому коньячные бочки необходимо бережно хранить и регулярно подвергать профилактическому осмотру.

В случае замены во время ремонта старых клепок новыми, последние следует тщательно обрабатывать. При замене 1—3 клепок бочку можно использовать для выдержки спиртов 6—7-летнего возраста. В тех случаях, когда в бочке заменено более 5—6 клепок, ее можно применять только для выдержки молодых спиртов.

Коньячные бочки ни в коем случае нельзя использовать для других целей: под хранение спирта-сырца, вина, воды и других продуктов коньячного производства.

Изменение состава спирта при выдержке в разных бочках

Продолжительность выдержки, годы	Состав спиртов, мг/100 мл					
	титруемая кислотность	сложные эфиры	высшие спирты	альдегиды	фурфурол	экстракт

В бочках, бывших в употреблении

До выдержки	3,6	24,6	75,2	58	2,0	0,0
2	19,2	26,3	79,2	72	3,4	0,16
4	27,6	31,7	84,5	94	3,7	0,40

В новых бочках

2	69,6	59,8	88,9	194	7,8	—
4	79,2	71,3	104,5	230	11,2	—

МЕТОДЫ УСКОРЕННОГО СОЗРЕВАНИЯ
КОНЬЯЧНЫХ СПИРТОВ

Долголетняя выдержка коньячных спиртов сопровождается большими потерями, которые приводят к удорожанию готового продукта. Поэтому издавна прибегали к фальсификации коньяков, для чего применяли специальные эссенции, чайный настой, настой из миндальных косточек, ванилин и пр., а также изыскивали различные приемы воздействия на спирт с целью ускорить его созревание.

Чаще всего применяли методы термической обработки спиртов — теплом, а в последнее время и холодом. Испытывалась также обработка кислородом и озоном; спирты подвергали воздействию электрического тока, применяли органические и неорганические катализаторы, экстракты из дубовой древесины.

В связи с тем что кислород имеет большое значение в формировании свойств коньяка, в 10—30-х годах текущего столетия для искусственного старения начали пользоваться методами, усиливающими окисление спирта. Для этой цели были разработаны сложные установки, в которых насыщение спирта кислородом достигалось аэрацией, введением в спирт кислорода или озона.

В настоящее время обработка коньячных спиртов и коньяков кислородом и озоном не практикуется, так как этот метод не дал положительных результатов. Отрицательное действие его может быть объяснено быстрым окислением летучей и нелетучей части спиртов.

Согласно теории Баха, только медленно протекающие окислительно-восстановительные процессы способствуют развитию вкуса и букета вина. Очевидно, это положение в полной мере относится к созреванию коньячных спиртов, богатый и сложный аромат которых развивается только после не менее чем семи-десятилетней выдержки.

При рассмотрении теоретических вопросов созревания спиртов обращалось внимание на выдвинутое С. М. Манской и М. П. Емельяновой положение о роли пероксидазы в созревании спиртов. Указанными авторами были проведены опыты ускоренного созревания коньячных спиртов путем добавления пероксидазы (0,02 г чистого препарата на 1 л) к молодому, разлитому в бутылки коньячному спирту, настоенному на дубовой стружке. По мнению авторов, вкус спирта смягчался, исчезал неприятный запах сивушных масел, появлялся пряный аромат, связанный в основном с возросшим содержанием ванилина.

Обработка теплом. Этот метод, основанный на действии тепла на спирт, начал применяться еще в конце прошлого столетия, получив наибольшее распространение в коньячном производстве. При температуре 60—70°С в течение нескольких часов или даже недель спирт подогревается в закрытом сосуде (без доступа воздуха), а затем медленно охлаждается.

По данным М. А. Герасимова, обработка коньячных спиртов и коньяков нагреванием, хотя и не дает результатов, которые достигаются многолетней выдержкой в бочках, но оказывает благоприятное действие на его вкусовые качества.

Детальные исследования тепловой обработки коньячных спиртов проведены Д. М. Гаджиевым. Он показал, что нагревание смягчает вкус молодых коньячных спиртов, а также улучшает ассимиляцию высших спиртов. Подвергнутые воздействию повышенной температуры спирты обладают более гармоничным вкусом и ароматом. Эффект от нагревания получается тем заметнее, чем длительнее этот процесс. В «Основных правилах произ-

водства коньяков» разрешается подвергать тепловой обработке коньячные спирты при температуре 42—45°С в течение 45—90 дней.

Как указывает М. А. Герасимов, очень заметное улучшение качества коньячных спиртов наблюдалось после шестимесячной выдержки в бутылках при 60°С.

Были попытки ускорить процесс созревания спиртов выдержкой их на открытых солнечных площадках, однако производственная проверка этого метода (В. М. Малтабар) дала отрицательные результаты. Повышенные потери не оправдали достигнутого улучшения качества.

Предложены и другие способы ускорения созревания коньячных спиртов, из которых можно указать на способ использования экстрактов из дубовой древесины. Экстракты получают путем извлечения водой, а также спиртом растворенных веществ древесины, которые затем концентрируют под вакуумом до порошкообразного состояния и в определенных количествах вносят в молодой спирт. Такие порошки выпускаются во Франции под названием Quegus.

И. М. Скурихин, Н. Т. Семененко и В. И. Личев исследовали эти порошки. Основными их компонентами являются дубильные вещества, лигнин, ароматические альдегиды — главным образом синаповый и кониферилловый, в небольшом количестве содержатся ванилин и сиреневый альдегид. При добавлении порошка в коньячный спирт изменялся главным образом вкус, а букет был слабо развит.

Ни один из перечисленных выше методов ускорения процесса созревания еще не дал вполне удовлетворительных результатов и не нашел производственного признания (за исключением тепловой обработки молодых спиртов). Причина неудачи заключается в недооценке сущности процессов, протекающих при выдержке спиртов, и неудачного их воспроизводства в условиях ускоренного созревания.

Исследования советских ученых дают возможность более правильно подойти к решению вопросов, связанных с ускорением процесса созревания спиртов.

По мнению Г. Г. Агабальянца, полноценный коньячный спирт может быть получен лишь в том случае, если старение его будет проходить в условиях, близких к тем, которые имеют место при выдержке спиртов в бочках,

т. е. будет создан такой же, как и в бочках, контакт спирта с дубовой клепкой неизменной структуры. Автор разработал способ выдержки спирта, почти исключаящий потери от испарения. Этот способ в настоящее время известен под названием способа Краснодарского политехнического института. Коньячный спирт выдерживают в металлических эмалированных резервуарах, загруженных дубовой клепкой, при температуре в хранилище 20—25° С.

Резервуары для выдержки коньячного спирта (рис. 43) загружают дубовой клепкой длиной 60—115, шири-

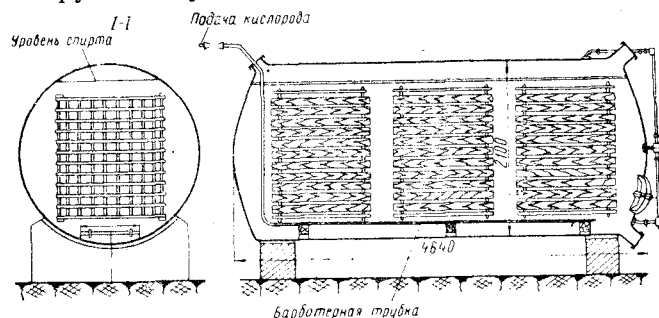


Рис. 43. Резервуар для выдержки коньячного спирта.

ной 6—15 и толщиной 1,8—3,6 см, обработанной таким же методом, как и новые бочки, из расчета удельной поверхности 80—100 см² на 1 л находящегося в цистерне спирта, одним из следующих методов.

1. Большую часть клепок укладывают на ребро, чтобы не препятствовать конвекционным токам жидкости. Штабель жестко закрепляют, продевая 4 деревянных штыря через просверленные отверстия в горизонтально уложенных клепках.

2. Клепки устанавливают на брусках, расположенных поперек цистерны на расстоянии 60—115 см. Первый ряд клепок располагают поперек брусков на расстоянии 3—5 см одну от другой, второй ряд — вдоль. Далее последовательность сохраняется (рис. 44).

После укладки клепки цистерны промывают водой, а затем полностью заливают умягченной водой. После слива воды резервуар заполняют спиртом, оставляя газовую камеру (до 5% от общей вместимости). Спирт насыщают кислородом 1—2 раза в год.

В. И. Ниловым и И. М. Скурихиным также предложен резервуарный метод выдержки спирта на дубовой клепке. В настоящее время эта технология известна как технология института «Магарач». Метод заключается в предварительной обработке древесины дуба (реек

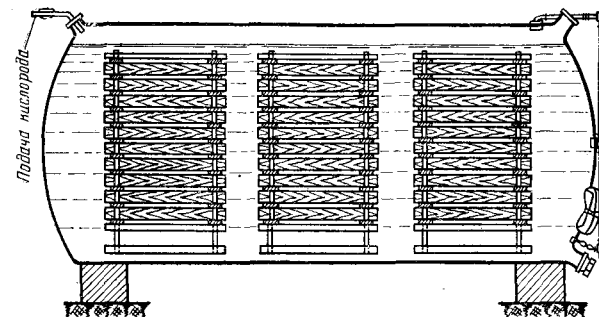


Рис. 44. Расположение штабелей клепки в цистерне по методу КПИ.

толщиной 10—12 мм) раствором едкой щелочи (0,5%) при температуре 10—15° С в течение 2—6 суток при гидромодуле 1:5.

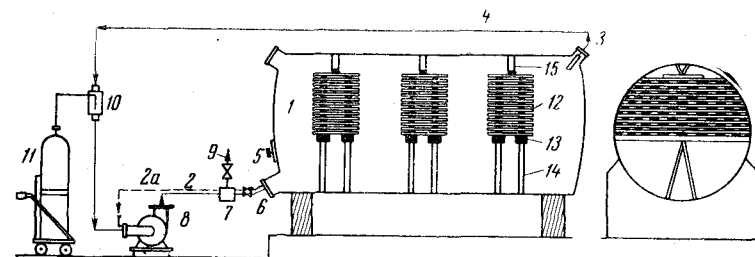


Рис. 45. Расположение штабелей дубовых брусков в цистерне по методу ВНИИВиВ «Магарач».

Затем клепку промывают чистой водой, просушивают и размещают в цистерне (рис. 45) из расчета обеспечения удельной поверхности 100 см²/л. При толщине клепки 10 мм на цистерну емкостью 1500 дал требуется 141 кг клепки.

Обработка щелочью имеет целью ускорить процессы гидролитического распада лигнина до ароматических альдегидов и мягкого окисления дубильных веществ.

Древесину 12 через люк 5 размещают в верхней части цистерны 1 на брусках 13 с таким расчетом, чтобы обеспечить диффузию экстрагируемых из клепки веществ в коньячный спирт; чтобы штабеля не всплывали, их закрепляют снизу и сверху клепками 14,15. Во время выдержки 1—2 раза в год в спирт вводят кислород из баллона 11, одновременно перекачивают спирт насосом 8 через дозатор 10 по линии 2—3—4 до концентрации кислорода 10—15 мг/л. Аналогичным путем вводится кислород и при Краснодарском методе резервуарной выдержки. Выдержанный спирт через штуцер 6 по линии 20 перекачивается насосом 8 через мерник 7 в приемник 9.

Авторы считают, что применение тонкой клепки по сравнению с обычной имеет ряд преимуществ: такие клепки дешевле; потребность в них для загрузки цистерны в несколько раз меньше, чем стандартной, для создания равной удельной поверхности; потери на впитывание также ниже, чем при использовании стандартных клепок.

Однако имеются убедительные доводы и в пользу применения стандартных клепок, которые после 3—4 заливок спиртов (трехлетнего хранения) можно вновь использовать. При этом из клепки выпаривают спирт, снимают слой древесины 4—5 мм и вновь загружают их в цистерны. При хранении спиртов на клепке с обновленной поверхностью созревание их проходит несколько интенсивнее и спирты получаются улучшенного качества.

Л. М. Джанполадян рекомендовал обработку клепки термическим методом. При этом термической обработке подвергают половину необходимого количества дубовых клепок, а остальные обрабатывают обычным методом. В течение 5—7 дней при свободном доступе воздуха клепки выдерживают в сушилке при температуре 105—125° С до появления легкой коричневой окраски, затем их обрабатывают холодной и горячей водой. В остальном выдержка спирта и укладка клепки аналогичны вышеописанным методам.

Влияние температуры и химической обработки на состав древесины можно видеть из графика (рис. 46).

Л. М. Джанполадян и Ц. Л. Петросян предложили метод ступенчатых доливок в потоке. Этот метод, как и доливка бочек в стационарных условиях, обоснован тем, что в старых коньячных спиртах содержится большое

количество веществ, обладающих пероксидазной активностью, которые ускоряют процессы созревания доливаемых спиртов.

Сущность этого метода заключается в том, что выдержанный коньячный спирт доливают в пределах потерь молодым спиртом, который в свою очередь доливают еще более молодым, а в последней ступени доливок бочки с коньячным спиртом, выдержанным 1—2 года, заполняют свежеперегнанным спиртом.

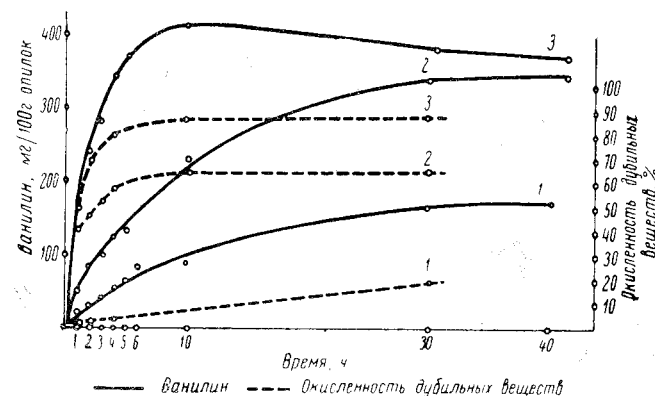


Рис. 46. Влияние температуры и химической обработки на состав древесины:

1 — термическая обработка при 130° С, 2 — обработка 0,5%-ной соляной кислотой, 1%-ным аммиаком и нагревом при 130° С, 3 — обработка 0,5%-ной соляной кислотой, 1%-ным аммиаком и нагревом при 160° С.

Используя этот метод, авторы рекомендуют через определенные промежутки времени создавать поток спирта от более молодого к старому.

Так, например, от спирта 1962 г. из трех резервуаров, заложенных на выдержку в 1958 г. (из первого звена) отбирают 1/3 часть и передают для купажа коньяка. Непополненный резервуар пополняется спиртом из последующих трех резервуаров 1959 г. (второго звена). Резервуары второго звена пополняют спиртом 1960 г. (из резервуара третьего звена). Последний доливают из резервуара со спиртом 1961 г., который при этом полностью используется, а освободившаяся емкость заполняется свежеперегнанным спиртом. В дальнейшем через каждые 4 месяца проводятся аналогичные переливки.

В результате переливок за 2 года был получен коньячный спирт для коньяка «Три звездочки», причем 80% его обновлено и 20% осталось в резервуарах. Спирт был высокого качества. Состав коньячного спирта между потоками (ноябрь 1963 г. и апрель 1965 г.) мало отличался по содержанию альдегидов и ацеталей, а количество таинидов и перекисей увеличилось.

Авторы рекомендуют при созревании коньячного спирта использовать герметические резервуары, которые могут быть соединены между собой для создания потока. В случае организации потока следует применять спирт различного возраста, помня, что в более зрелой среде процесс созревания протекает интенсивнее.

Эта технологическая схема рекомендуется правилами приготовления коньяка, и ее целесообразно применять для накопления фондов старых спиртов.

Рассмотренные технологические схемы выдержки спиртов по своей основе значительно ближе к классическим методам процесса созревания спиртов, поэтому следует считать целесообразным применением их для получения ординарных коньяков «три звездочки», тем не менее долговременная выдержка в дубовых бочках остается единственным методом, обеспечивающим выработку высококачественных марочных коньяков.

УЧЕТ КОНЬЯЧНЫХ СПИРТОВ ПРИ ВЫДЕРЖКЕ

При выдержке коньячных спиртов их движение записывают в шнуровую книгу, куда заносят следующие показатели: год перегонки, номера эгализажей, происхождение спирта и количество его, дегустационную характеристику. Кроме этого вносят аналитические данные: содержание спирта в объемных процентах, содержание летучих кислот, альдегидов, эфиров (общих), высших спиртов, фурфурола, дубильных веществ и тяжелых металлов, а также величину рН.

Ежегодно перед инвентаризацией в каждой партии определяют относительную плотность и содержание спирта, остальные анализы проводят только при очередной эгализации. Ежегодно проводится также дегустация, при которой обращают особое внимание на ход созревания спиртов; в случае обнаружения каких-либо пороков при-

нимают меры для выделения этих спиртов и исправления обнаруженных дефектов.

По данным записей в шнуровой книге коньячный мастер отбирает спирты для купажей, делает соответствующие выводы о целесообразности дальнейшей выдержки, получает необходимые сведения о качестве тех или иных сортов винограда и особенности микрорайонов их произрастания, создает новые марки коньяков.

Учет коньячных спиртов ведется по эгализациям по двум измерениям: объему (в дал) и содержанию безводного спирта при 20°С.

Для определения крепости спирта представитель лаборатории в присутствии начальника цеха отбирает пробы для анализа. В связи с тем что в бочках наблюдается расслоение спирта, пробы отбирают после шлагерования (перемешивания) их и одновременно измеряют температуру. При этом учитывают объем тары, пропорционально которому отбирают пробы. Пробы сливают в стеклянную бутылку, перемешивают и наливают из нее две поллитровые бутылки. Бутылки укупоривают и одну из них передают в лабораторию для анализа, а другую опечатывают сургучной печатью и хранят у начальника цеха. На бутылки наклеивают этикетки с указанием номера эгализажа, года получения (перегонки) спирта и числа бочек. При анализе определяется крепость спирта, а для установления безводного спирта принимается в расчет температура спирта в бочках в момент отбора проб. Таким образом определяется фактическое наличие спиртов на выдержке, выявляется разница в количестве спирта по сравнению с ранее определенным, что и составляет потерю при хранении.

При учете коньячных спиртов часто приходится переходить от объемного измерения спирта к весовому (массовому), например, при приеме — сдаче коньячных спиртов и коньяка, а также при измерении емкости тары. Для этого следует пользоваться таблицей VI спиртомерных таблиц Комитета стандартов, мер и измерительных приборов. Эта таблица позволяет определить наличие безводного спирта (в литрах) в 1 кг водно-спиртового раствора при взвешивании в воздухе при температуре 20°С и атмосферном давлении 760 мм рт. ст.

В том случае, если коньячный спирт окрашен, непосредственное определение в нем спирта спиртомером

невозможно, поэтому прибегают к предварительной перегонке пробы и находят содержание спирта в дистилляте.

Проще и точнее всего (точность до $2 \cdot 10^{-5}$) проводить определение содержания спирта в дистилляте стеклянным спиртомером типа А с ценой деления 0,1% об., пользуясь соответствующей спиртомерной таблицей. В этом случае нет необходимости доводить пробу до нормальной температуры (20°C) и проводить ее термостатирование, так как имеются официальные спиртомерные таблицы для определения содержания спирта в водно-спиртовых растворах (в % об.) при температурах от плюс 40°C до минус 25°C .

Однако в большинстве случаев, стремясь сократить продолжительность выполнения анализа и, в частности, время отгонки, ограничиваются получением небольшого объема дистиллята. Тогда находят плотность дистиллята пикнометрическим методом, основанным на определении отношения массы исследуемой жидкости к массе дистиллированной воды в том же объеме.

При использовании весового метода определения емкости бочек, а также при измерении находящегося в них вина или коньячного спирта и, следовательно, при переходе от весовых единиц измерения количества жидкости к объемным обычно не принимают во внимание то, что на практике в одном случае учет ведут по «видимому» весу, а в другом по «истинным» объемам, что приводит к расхождениям.

Как известно, основная единица веса — килограмм — равняется весу в пустоте 1 л воды при температуре наибольшей ее плотности 4°C . Отсюда разница между истинным и видимым весом с достаточной для практических целей точностью при взвешивании тел на десятичных или сотенных весах, когда можно пренебречь потерей веса гирь в воздухе, может быть выражена уравнением

$$\Delta g = Vd,$$

где Δg — разница между видимым и истинным весом, кг;
 V — объем взвешиваемого тела, л;
 d — вес 1 л воздуха, кг.

В соответствии с этим «истинный» объем жидкости или «литраж» бочек по ее видимому весу G может быть найден по уравнению

$$V_{\text{ист}} = \frac{G}{n - d},$$

где $V_{\text{ист}}$ — истинный объем жидкости;
 n — истинный вес 1 л жидкости.

Вес 1 л воздуха в условиях, при которых в СССР проводят взвешивание бочек с водой и коньячным спиртом, не постоянен. Соответствующие значения этого показателя при крайних отклонениях факторов, определяющих плотность воздуха (высота над уровнем моря при барометрическом давлении от 700 до 770 мм рт. ст. и температуре воздуха от минус 10 до плюс 30°C) представлены в табл. 42.

Таблица 42

Вес 1 л воздуха (в г) при различной температуре и барометрическом давлении¹

Температура, $^\circ\text{C}$	Вес при давлении, мм рт. ст.							
	700	710	720	730	740	750	760	770
-10	—	—	—	—	—	—	1,342	—
0	1,191	1,208	1,226	1,242	1,259	1,276	1,293	1,310
+10	1,149	1,165	1,182	1,198	1,215	1,231	1,249	1,264
+20	1,110	1,126	1,141	1,157	1,173	1,189	1,206	1,221
+30	1,073	1,088	1,104	1,119	1,134	1,150	1,165	1,180

¹ Краткий технический справочник. Т. 1. М. — Л., Гостехтеоретиздат. 1949, стр. 138.

Пренебрежение разницей между истинным и видимым весом приводит к погрешностям, недопустимым при учете коньячного спирта. Влияние колебания плотности воздуха сравнительно мало сказывается на изменении величины погрешностей. Поэтому для практических целей при расчетах объема жидкости, находящейся в бочках, можно ограничиться только тремя значениями плотности воздуха: 1,1; 1,2; 1,3 г/л.

В соответствии с изложенным выше методика измерения емкости бочек сводится к следующим операциям. Бочка после полного слива спиртовой жидкости взвешивается на клейменных госповерителях весах. Вес пустой бочки со шпунтом (тара) фиксируется соответственно

минимальному делению весов. Одновременно отбирается проба коньячного спирта (или другой спиртовой жидкости, находящейся в бочке), и при температуре взвешивания с минимальным разрывом во времени определяется его крепость и плотность. Крепость определяется стеклянным спиртомером типа А. Вес 1 л спирта по показаниям спиртомера находится по табл. III приложения.

При взвешивании бочек с водой вес 1 л воды при данной температуре находят по табл. II приложения. Для удобства в этой таблице приведены значения как истинного, так и видимого веса воды с поправкой на взвешивание в воздухе при разных значениях плотности воздуха. Таблица составлена с расчетом на то, что взвешивание проводится на десятичных или сотенных весах и поэтому поправка на потери веса гирь в воздухе в ней не учитывается.

Во время взвешивания бочек фиксируется температура воздуха в помещении и барометрическое давление. По этим величинам, пользуясь табл. 42, находят округленные показатели значений веса 1 л воздуха.

Расчет емкости (литраж) бочки или нахождение объема жидкости в ней проводят по формуле с точностью до 0,1 л:

$$Л = \frac{B_б - B_т}{\rho_л - \rho_в},$$

где $Л$ — литраж бочки, или объем находящейся в ней жидкости;

$B_б$ — вес бочки с жидкостью (брутто);

$B_т$ — вес порожней бочки (тара);

$\rho_л$ — истинный вес 1 л жидкости (по плотности);

$\rho_в$ — вес 1 л воздуха.

При литражировании бочек водой и пользовании для нахождения веса 1 л воды таблицей II приложения формула принимает вид:

$$Л = \frac{B_б - B_т}{B_{л.в}},$$

где $B_{л.в}$ — вес 1 л воды при данной температуре (при взвешивании в воздухе).

Примерные расчеты

1. Бочка литражруется водой. Вес нетто 402,2 кг, температура воды 27° С, барометрическое давление 735 мм рт. ст., температура

воздуха 30° С. Из табл. 42 вес 1 л воздуха (с округлением) 1,1 г. По таблице II приложения для этих условий вес 1 л воды с поправкой на взвешивание в воздухе — 995,2 г. Отсюда литраж бочки

$$Л = \frac{482,2}{0,9952} = 484,5.$$

2. Определяется количество коньячного спирта в бочке. Вес нетто 378,3 кг, температура спирта 17° С, показание спиртомера в пробе спирта при этой температуре 66,4% об. По таблице III приложения вес 1 л спирта для этих условий составляет 894,3 г. Температура воздуха 18° С, барометрическое давление 745 мм рт. ст. По табл. 42 вес 1 л воздуха с округлением 1,2 г. Отсюда литраж

$$Л = \frac{378,3}{0,8943 - 0,0012} = 483,5 \text{ л.}$$

Описанная методика при условии даже наличия неопределенных факторов, как, например, колебание веса тары вследствие различной влажности клепки, способствует повышению точности учета в коньячном производстве.

**Содержание спирта и сахара в коньяках
различных типов и марок**

Наименование коньяка	Содержа- ние спир- та, % об.	Содержа- ние саха- ра, %	Наименование коньяка	Содержа- ние спир- та, % об.	Содержа- ние саха- ра, %
----------------------	------------------------------------	--------------------------------	----------------------	------------------------------------	--------------------------------

ГЛАВА VIII

ПРИГОТОВЛЕНИЕ КОНЬЯКА

Несмотря на продолжительную выдержку и происходящие при этом физико-химические изменения, коньячные спирты в конечном счете все же являются только полупродуктом. В дальнейшем из них путем снижения крепости и в необходимых случаях введения отдельных материалов (сахарного сиропа, колера) готовят коньяки различных марок.

В зависимости от возраста и качества спиртов, идущих в купаж, коньяки делятся на обычные и марочные. Целью получения обычных коньяков является стремление дать потребителю дешевый напиток и выпустить его в более короткий срок.

МАРКИ КОНЬЯКОВ

Коньяки по качеству делятся на обычные, марочные и коллекционные.

Обычные коньяки готовят из коньячных спиртов, выдержанных от трех до пяти лет:

а) коньяки «Три звездочки» — из коньячных спиртов, выдержанных не менее трех лет;

б) коньяки «Четыре звездочки» — из коньячных спиртов, выдержанных не менее четырех лет;

в) коньяки «Пять звездочек» — из коньячных спиртов, выдержанных не менее пяти лет.

Коньяки марочные готовят из выдержанных спиртов среднего возраста (более пяти лет):

а) коньяк выдержанный КВ — из выдержанных коньячных спиртов среднего возраста — от 6 до 7 лет;

б) коньяк выдержанный высшего качества КВВК — из выдержанных коньячных спиртов среднего возраста — от 8 до 10 лет;

Обычные коньяки

«Три звездочки» . . .	40	1,5	«Пять звездочек» . . .	42	1,5
«Четыре звездочки» . . .	41	1,5			

Марочные коньяки

РСФСР			Армянская ССР		
«Дагестан»	44	1,0	«50 лет»	40	0,7
«Кизляр»	43	1,2	«Праздничный»	42	1,2
«Юбилейный»	45	0,7	«Наири»	41	0,7
«Дербент»	42	1,2	«Армения»	45	0,7
Украинская ССР			«Ереван»	57	2,0
«Киев»	42	1,2	«Ахтамар»	42	1,0
«Украина»	43	0,7	«Отборный»	42	1,2
«Одесса»	43	1,2	«Двин»	50	0,7
«Черноморский»	43	1,5	«Юбилейный»	43	0,7
«Юбилейный»	42	1,2	Грузинская ССР		
«Тисса»	42	1,2	«50 лет»	43	0,7
КС	45	0,7	«Вардзия»	43	0,7
КВВК	45	0,7	«Тбилиси»	43	0,7
КВ	42	1,2	ОС	43	0,7
«Таврия»	42	1,2	«Енисели»	43	0,7
«Коктебель»	42	1,2	«Варцхе»	42	1,2
Молдавская ССР			«Греми»	43	0,7
«Солнечный»	45	1,0	КС	45	0,7
«Праздничный»	44	0,9	«Юбилейный»	43	0,7
«Юбилейный»	43	1,5	«Абхазия»	42	1,2
«Сюрпризный»	44	1,5	Азербайджанская ССР		
«Кишинев»	43	0,7	«Азербайджан»	45	0,7
КВ	42	1,2	«Москва»	45	0,7
«Букурия»	43	0,7	«Баки»	43	1,2
«Дойна»	45	0,7	«Гек-Гель»	42	1,2
«Нистру»	43	2,5	«Юбилейный»	45	0,7
КВВК	45	0,7			
«Молдова»	43	1,2			

в) коньяк старый КС — из выдержанных коньячных спиртов среднего возраста — более 10 лет.

Коньяки коллекционные выпускаются из марочных коньяков, выдержанных не менее 5 лет в дубовых бочках.

Марочные коньяки вырабатываются в отдельных винодельческих районах из коньячных спиртов собственного производства (кроме марки группы КВ) с различными наименованиями.

При производстве коньяков КВ, КВВК и КС разрешается введение в купаже более молодых коньячных спиртов: для коньяков группы КВ — не моложе четырех лет; для коньяков группы КВВК — не моложе пяти лет; для коньяков группы КС — не моложе семи лет.

Содержание спирта в коньяках колеблется от 40 до 45% об. Только в отдельных марочных образцах крепость выше, например, коньяка «Ереван» 57% об. Сахаристость коньяков находится в пределах 0,7—1,5% и только в отдельных образцах она больше: «Нистру» 2,5%, «Ереван» 2% (табл. 43).

КУПАЖ КОНЬЯКОВ

Для получения купажей коньяка нужно умело подбирать спирты и различать в них тонкие нюансы в аромате и вкусе. При тщательном подборе спиртов можно в известной степени сгладить недостатки одних спиртов за счет преимуществ других.

Кроме этого при купажировании коньяков следует обращать серьезное внимание на приготовление вспомогательных материалов. Как известно, крепость коньячных спиртов почти всегда бывает выше той, которую должны иметь ординарные и марочные коньяки. Исключение составляет только коньяк марки «Ереван», для которого используют спирты, по крепости близкие к кондициям готового коньяка. В отдельных случаях крепость спиртов снижают разбавлением их дистиллированной водой. Однако практика показала, что это ухудшает качество коньяков, они теряют гармоничность вкуса и аромат, который впоследствии очень медленно восстанавливается. Поэтому для купажа коньяков пользуются экстрактивными или спиртованными водами крепостью 22—25% об. Они содержат также повышенное количество дубильных и других веществ древесины дуба, которые придают коньякам полноту вкуса и золотистую окраску.

Опыт показывает, что при добавлении экстрактивных или спиртованных вод ассимиляция их со спиртом про-

текает быстрее и уже через несколько недель восстанавливаются нормальный вкус и букет коньяка.

Для смягчения вкуса и придания сладости коньякам при купаже вводится сахар в виде сиропа. Кроме того, в ординарные коньяки для придания окраски добавляется колер. Считается, что марочные коньяки имеют достаточную естественную окраску, которая создается долголетней выдержкой спиртов, поэтому в купажи их добавление колера может быть самым незначительным.

ТЕХНОЛОГИЯ ПРИГОТОВЛЕНИЯ ВСПОМОГАТЕЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Экстрактивные или спиртованные воды готовятся из спиртов в возрасте, равном среднему возрасту спиртов, идущих в купажи коньяка. Спирты обычно разбавляют дистиллированной водой до крепости 22—26% об. Для обогащения экстрактивных вод дубильными веществами в спирто-водный раствор вносят дубовую стружку из расчета 15—16 кг сухой стружки на одну бочку емкостью 50 дал.

Предварительно стружку обрабатывают и извлекают из нее водорастворимые вещества дубовой древесины. Для этого ее помещают в чан, запаривают водой и оставляют настаиваться в течение 16—18 ч. На следующий день эту операцию повторяют, после чего стружку промывают холодной водой, слегка просушивают и вносят в бочку. Настаивание спирта на стружке проводится в течение года.

Для получения экстрактивных вод ускоренным способом бочки со стружкой помещают в тепловую камеру или выставляют в летний период на солнечную площадку. Чтобы не было потерь спирта от расширения, бочки не доливают на 1—2 дал.

Обычно в тепловой камере поддерживается температура на уровне 55—65°С и процесс экстракции длится от одного до трех месяцев. По истечении этого срока настой сливают, а стружку вновь заливают разведенным коньячным спиртом. После второго настаивания стружка считается непригодной для дальнейшего использования. Поэтому ее вынимают и помещают в перегонные кубы для извлечения спирта, а в бочке хранят вначале молодой, а впоследствии выдержанный спирт.

Полученные таким способом экстрактивные воды хранят до 1 года и расходуют по мере надобности для купажа коньяка. Перед купажированием экстрактивные воды эгализируют, оклеивают и фильтруют.

За последние годы в Советском Союзе отказались от экстрактивных вод и перешли на приготовление **спиртованных вод**. Для этой цели коньячный спирт разбавляют дистиллированной или умягченной водопроводной водой до крепости 20—25% об. Спиртованные воды выдерживают в дубовых бочках не менее 2 месяцев и готовят их из коньячных спиртов, возраст которых равен среднему возрасту спиртов, идущих для приготовления данной марки коньяка.

Ориентировочное количество спирта, необходимое для получения 1000 дал спиртованной воды, рассчитывают по формуле:

$$V_k = \frac{1000 q_{с.в.}}{q_k},$$

где $q_{с.в.}$ — крепость спиртованной воды;
 q_k — крепость коньячного спирта.

Пример. Крепость коньячного спирта 60% об., а крепость спиртованной воды 25% об. Тогда

$$V_k = \frac{1000 \cdot 25}{60} = 416,6 \text{ дал.}$$

Значит, чтобы приготовить 1000 дал спиртованной воды, надо взять 416,6 дал спирта и $1000 - 416,6 = 583,4$ дал воды.

Приведенный выше ориентировочный расчет не учитывает, что при смешении спирта с водой происходит сжатие, т. е. сокращение объема смеси, называемое контракцией. Объем приготовленной водно-спиртовой смеси всегда меньше суммарного объема взятых для приготовления компонентов — этилового спирта и воды. Вследствие этого количество добавляемой для разбавления коньячного спирта дистиллированной воды всегда больше, чем это требуется по приведенному расчету.

В табл. 44, вычисленной Г. И. Фертманом, приведена величина уменьшения объема жидкости при смешении спирта с водой при 20° С.

Таблица 44

Величина уменьшения объема при смешении спирта с водой при температуре 20° С

Содержание, л/100 л смеси		Сжатие смеси, л	Содержание, л/100 л смеси		Сжатие смеси, л
спирта	воды		спирта	воды	
0	100,000	0,000	40	63,347	3,347
1	99,060	0,060	41	62,395	3,395
2	98,123	0,123	42	61,439	3,439
3	97,189	0,189	43	60,476	3,476
4	96,257	0,257	44	59,511	3,511
5	95,328	0,328	45	58,542	3,542
6	94,405	0,405	46	57,570	3,570
7	93,485	0,485	47	56,496	3,496
8	92,568	0,568	48	55,617	3,617
9	91,654	0,654	49	54,635	3,635
10	90,744	0,744	50	53,650	3,650
11	89,833	0,833	51	52,662	3,662
12	88,925	0,925	52	51,670	3,670
13	88,018	1,018	53	50,676	3,676
14	87,114	1,114	54	49,679	3,679
15	86,210	1,210	55	48,679	3,679
16	85,308	1,308	56	47,679	3,679
17	84,409	1,409	57	46,670	3,670
18	83,511	1,511	58	45,661	3,661
19	82,615	1,615	59	44,650	3,650
20	81,719	1,719	60	43,637	3,637
21	80,821	1,821	61	42,620	3,620
22	79,923	1,934	62	41,601	3,601
23	79,022	2,022	63	40,579	3,579
24	78,120	2,120	64	39,555	3,555
25	77,217	2,217	65	38,529	3,529
26	76,312	2,318	66	37,500	3,500
27	75,406	2,406	67	36,469	3,469
28	74,499	2,499	68	35,436	3,436
29	73,587	2,587	69	34,399	3,399
30	72,674	2,674	70	33,360	3,360
31	71,759	2,759	71	32,320	3,320
32	70,841	2,841	72	31,278	3,278
33	69,917	2,917	73	30,233	3,233
34	68,991	2,991	74	29,183	3,183
35	68,059	3,059	75	28,132	3,132
36	67,124	3,124	76	27,079	3,079
37	66,185	3,185	77	26,022	3,022
38	65,242	3,242	78	24,961	2,961
39	64,295	3,295	79	23,897	2,897

Содержание, л/100 л смеси		Сжатие смеси, л	Содержание, л/100 л смеси		Сжатие смеси, л
спирта	воды		спирта	воды	
80	22,830	2,830	91	10,786	1,786
81	21,760	2,760	92	9,651	1,651
82	20,687	2,687	93	8,506	1,506
83	19,608	2,608	94	7,348	1,348
84	18,525	2,525	95	6,173	1,173
85	17,437	2,437	96	4,985	0,985
86	16,345	2,345	97	3,780	0,780
87	15,247	2,247	98	2,552	0,552
88	14,143	2,143	99	1,293	0,293
89	13,032	2,032	100	0,000	0,000
90	11,912	1,912			

Из данных этой таблицы видно, что если бы не происходило сокращения объема, то, смешивая 40 л спирта с 60 л воды при 20° С, получили бы 100 л водно-спиртовой смеси крепостью 40% об. Фактически же для получения 100 л смеси крепостью 40% об. необходимо добавить не 60 л воды, а 63,347 л. Сжатие смеси в данном случае составит $(40 + 63,347 - 100) = 3,347$ л.

Если через $V_{см}$ обозначить объем водно-спиртовой смеси (в дал), $V_{сп}$ — объем спирта (в дал), $V_{в}$ — объем добавляемой воды, то, пренебрегая сокращением объема жидкости при смешении, получим

$$V_{в} = V_{см} - V_{сп}.$$

С учетом сжатия следует вносить больший объем воды, а именно $V_{в}'$; количество дополнительно вносимой воды будет составлять

$$V_{в}' - V_{в}.$$

Величина сжатия зависит от соотношения между количествами воды и спирта, содержащимися в водно-спиртовой смеси.

Количества коньячного спирта крепостью 60—70% об. и воды, которые надо взять, чтобы получить 1000 дал спиртованной воды крепостью 20—25% об., можно найти непосредственно по табл. 45, рассчитанной Г. И. Фертманом.

Расход спирта и воды (в дал) на 1000 дал спиртованной воды

Крепость спиртованной воды, % об.	Расход компонентов при крепости коньячного спирта, % об.											
	70		69		68		67		66		65	
	спирт	вода	спирт	вода	спирт	вода	спирт	вода	спирт	вода	спирт	вода
20	286	722	290	718	294	713	299	708	303	703	308	698
21	300	708	304	703	309	699	313	694	318	689	323	684
22	314	695	319	690	324	684	328	679	333	674	338	669
23	329	680	333	676	338	671	343	665	348	659	354	654
24	343	667	348	661	353	656	358	651	364	645	369	639
25	357	653	362	648	368	642	373	636	379	630	385	624
26	371	639	377	634	382	628	388	622	394	615	400	609

Крепость спиртованной воды, % об.	Расход компонентов при крепости коньячного спирта, % об.									
	64		63		62		61		60	
	спирт	вода	спирт	вода	спирт	вода	спирт	вода	спирт	вода
20	313	693	317	689	323	683	328	678	333	672
21	328	678	333	673	339	667	344	662	350	656
22	344	664	349	658	355	652	361	645	367	639
23	359	648	365	643	371	636	377	630	383	623
24	375	633	381	626	387	620	393	614	400	607
25	391	618	397	611	403	604	410	597	417	591
26	406	603	413	596	419	589	426	581	433	574

Пример. Если крепость коньячного спирта 60% об., для получения 1000 дал спиртованной воды крепостью 25% об. надо взять 417 дал спирта и 591 дал воды (вместо 416,6 дал спирта и 583,4 дал воды, если не учитывать сжатия).

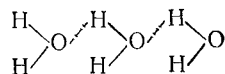
Явление сжатия объема водно-спиртовых растворов наряду с его практическим значением представляет большой теоретический интерес. А. Г. Дорошевский, основываясь на трудах Д. И. Менделеева, объясняет это явление процессами образования соединений (гидратов) в водно-спиртовой смеси, а также физическими явлениями — сжатием объема частиц воды и спирта как простых, так и сложных молекул.

Совокупность указанных процессов ведет к образованию в смеси сложных и простых молекул спирта и воды, сжатию их объемов и, как следствие, приводит к сниже-

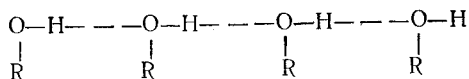
нию объема смеси. При этом также выделяется некоторое количество тепла. Во время смешения равных объемов воды и спирта при температуре 15°С температура смеси повышается на 7,3 град.

Теплота смешения также имеет максимум при содержании спирта 30% масс. Наличие максимумов наблюдается также для вязкости водно-спиртовых смесей, коэффициента преломления света и других физических констант.

Характер взаимодействия между молекулами воды и этилового спирта весьма сложен. При этом важную роль играет водородная связь — полярная связь, образуемая атомом водорода и другими, наиболее отрицательными атомами, например кислородом. Вследствие наличия водородной связи молекулы воды, ориентируясь по отношению одна к другой, образуют комплексы:



В этиловом спирте водородная связь образует комплексы такого вида:



Следовательно, как вода, так и спирт являются жидкостями, внутренне связанными водородом. При смешивании спирта и воды водородные связи между отдельными молекулами ослабевают, так как расстояние между ними увеличивается. Наряду с этим могут возникать также новые водородные связи между молекулами воды и спирта.

Таким образом, в растворе имеют место процессы диссоциации (ослабления связей) и ассоциации (возникновения новых связей), что влияет на величину физических констант. Современные представления о природе водно-спиртовых растворов подтверждают представления Д. И. Менделеева о строении водно-спиртовых растворов.

После корректировки купажа и тщательного перемешивания спиртованные воды наливают в новые, предварительно обработанные бочки и выдерживают их в мадернике или на открытой солнечной площадке в течение 1—2 месяцев.

Вопрос о том, какой из указанных разбавителей лучше, еще не решен. По-видимому, для производства ординарных коньяков «Три звездочки» и «Четыре звездочки» целесообразно применять малые (экстрактивные) воды, а для разбавления более выдержанных спиртов могут быть использованы спиртованные воды. Такой подход к подбору разбавителя позволит повысить качество ординарных коньяков, спирты для которых за короткий период выдержки (3—4 года) не успевают извлечь из клепки достаточного количества дубильных и красящих веществ. Поэтому во вкусе ординарных коньяков нередко ощущается пустота.

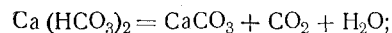
Производственная вода. В состав готовой продукции входит вода, которую вносят в процессе приготовления коньяка — при приготовлении экстрактивных и спиртованных вод. Таким образом, она является одним из видов сырых материалов. Вода применяется также для мойки аппаратуры, бутылок и бочек.

Производственная вода должна удовлетворять требованиям, предъявляемым ГОСТом к питьевой воде. Она должна быть чистой от механических примесей, бесцветной, не иметь постороннего привкуса или запаха, не должна быть заражена микроорганизмами. Большое значение имеет химический состав воды. Растворенные в ней соли влияют на вкус воды, а следовательно и напитков.

В состав воды входят следующие ионы: катионы H^+ , Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Mn^{2+} , Al^{3+} , NH_4^+ , Fe^{2+} и Fe^{3+} , анионы OH^- , Cl^- , HCO_3^- , CO_3^{2-} , NO_3^- , NO_2^- , SO_4^{2-} , PO_4^{3-} , Si_3^{3-} .

В воде содержатся также органические вещества и газы (O_2 , CO_2 , N_2 и др.).

Указанные ионы образуют соли кальция, магния, щелочные соли, аммонийные, соли железа. Растворенные в воде соли обуславливают жесткость воды. Жесткость воды бывает временная и постоянная. Временная, или устранимая, жесткость обусловлена бикарбонатами кальция и магния. При кипячении эти соли разлагаются и переходят в труднорастворимые карбонаты:



Постоянная жесткость обуславливается средними солями кальция и магния (сульфатами, хлоридами, нитратами), которые при кипячении не изменяются. Для уст-

ранения постоянной жесткости применяется химическая обработка воды. Сумма временной и постоянной жесткости дает общую жесткость воды.

Жесткость воды выражают в градусах или по ГОСТу в миллиграмм-эквивалентах. Один градус жесткости соответствует 10 мг СаО или 14 мг MgO в 1 л воды. Один миллиграмм-эквивалент соответствует 20,04 мг Са или 12,16 мг Mg в 1 л воды.

По степени жесткости природная вода подразделяется на следующие категории.

	Градус жесткости	мг-экв/л
Очень мягкая	0,0	1,4
Мягкая	1,4	2,8
Среднежесткая	2,8	4,2
Вышесредней жесткости	4,2	6,4
Жесткая	6,4	10,7
Очень жесткая	более 6,4	10,7

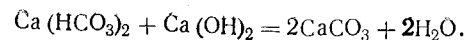
Соли, обуславливающие жесткость воды, вступая во взаимодействие с фосфатами и органическими кислотами экстрактивных и спиртованных вод, изменяют кислотность среды, что отражается на составе купажа. Значительное влияние оказывает солевой состав производственной воды и на качество коньяка.

Качество напитков зависит не только от химического состава воды, но и от ее бактериальной чистоты. Показателем бактериальной чистоты воды является коли-титр или коли-индекс. Коли-титр численно равен наименьшему числу миллилитров воды, в котором обнаружена одна кишечная палочка (*Escherichia coli*), а коли-индекс — количеству кишечных палочек, найденных в 1 л воды.

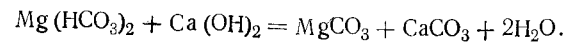
Наличие в воде кишечной палочки свидетельствует о возможном присутствии болезнетворных бактерий. Вода считается чистой и пригодной для питьевых целей, если коли-титр ее равен не менее 300, а коли-индекс не более 3. При большем содержании кишечных палочек или меньшем коли-титре вода требует предварительного обеззараживания.

Умягчение производственной воды. Наиболее распространенными методам умягчения воды являются известковый, известково-содовый и ионообмен.

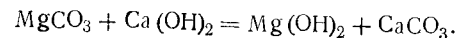
Известковый метод заключается в том, что к воде добавляют известковое молоко и при этом бикарбонаты переходят в нерастворимые монокарбонаты:



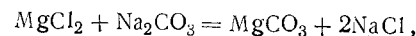
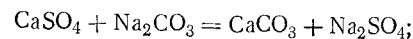
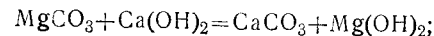
Реакция с бикарбонатом магния протекает в две стадии:



Углекислый магний растворим в воде. Он вновь реагирует с $\text{Ca}(\text{OH})_2$ и образует нерастворимый гидрат окиси магния



Известково-содовый способ заключается в обработке воды содой и известью. Под действием извести устраняется временная жесткость, а кальцинированная сода устраняет постоянную жесткость:

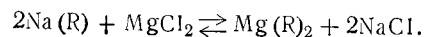
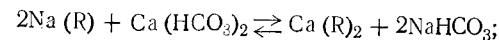


Ионообменный метод основан на том, что некоторые вещества поглощают из растворов одни анионы или катионы и отдают другие. Такие вещества называют ионитами.

Иониты подразделяются на катиониты (глауконит, цеолиты, синтетические смолы — КУ-1 и др., сульфированные угли), заменяющие в растворе катионы ионами водорода или другими катионами, и аниониты (ЭДЭ-10П и др.), заменяющие анионы ионами гидроксидов.

Умягчение воды заключается в том, что воду пропускают через ионитовый фильтр, происходит обмен ионов, в результате которого изменяется солевой состав воды.

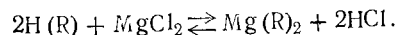
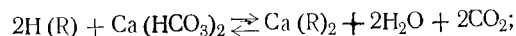
Если фильтр заряжен Na-катионитом, то при пропускании через него воды катионы кальция и магния замещаются катионом натрия, а натриевые соли хорошо растворимы в воде. Обозначим комплекс катионита через R, тогда реакции замещения будут иметь следующий вид:



При Na-катионитовом умягчении повышается щелочность воды, поэтому этот способ может применяться в тех производствах, где допускается вода с более высокой остаточной щелочностью. Установка для умягчения воды

Na-катионированием имеется на Бельцком винно-коньячном заводе МССР.

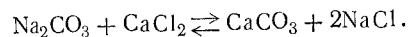
Катиониты могут быть также заряжены ионами водорода. При обработке воды таким ионитом катион водорода вытесняет из воды катионы кальция и магния. Реакция H-катионирования воды протекает по следующим уравнениям:



Вследствие образования кислот щелочность воды при H-катионитовом умягчении снижается.

Умягчение воды может быть и комбинированным. При этом воду катионируют ионами натрия и ионами водорода.

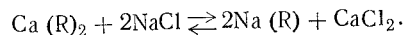
Если вода содержит большое количество Na_2CO_3 , ее можно улучшить добавлением хлористого кальция:



Образующийся при этом карбонат кальция выпадает в осадок.

Аниониты заряжаются ионами OH^- и применяются для удаления из воды кислот и кислотных остатков.

Иониты можно регенерировать. Для восстановления отработавшего Na-катионита через него пропускают 10%-ный раствор поваренной соли. При этом происходит реакции, обратные реакциям Na-катионирования воды:



Регенерация H-катионита проводится кислотой, а OH^- -анионита — щелочью.

До недавнего времени предпочтение без должных обоснований отдавали дистиллированной воде, не обладающей хорошим вкусом. Лишь последними правилами производства коньяков разрешено использование умягченной воды, причем к ней предъявляется только требование в отношении общей жесткости ($3,5^\circ$) и отсутствие содержания железа. Указанная регламентация жесткости заимствована из технологии водки, где она обусловлена опасением выпадения осадка солей, но в настоящее время и там нельзя считать ее достаточно обоснованной.

Следует предпочесть использование природной мягкой воды с хорошими дегустационными свойствами. Так, на заводе в г. Ереване используют для купажа водопроводную воду, поступающую из горных рек. Эта вода имеет низкую жесткость и не требует дополнительного умягчения.

Дистиллированная вода, полностью лишенная солей, неприемлема для получения коньяков с высокими дегустационными качествами.

Содержащиеся в воде соли оказывают различное влияние на технологические процессы, и при оценке качества производственной воды не достаточно базироваться на показателе жесткости (постоянной и временной). Нельзя сводить процесс подготовки воды только к умягчению и исправлению, не учитывая при этом способа водоумягчения.

Исследование водоподготовки и практика использования воды в бродильных отраслях промышленности и в первую очередь в ликеро-водочной показывают, что операция умягчения производственной воды должна быть заменена процессом кондиционирования, включающим все технологические операции, связанные с доведением воды до кондиций, полностью удовлетворяющих данное производство. В результате кондиционирования вода должна содержать лишь определенные соли в количествах, благоприятно сказывающихся на проведении технологических процессов и позволяющих добиться высокого качества готовой продукции. В зависимости от кондиций производственной воды и оптимального солевого состава ее должны выбираться методы обработки, в том числе и умягчения.

В ряде случаев при водоподготовке нельзя ограничиваться Na-катионированием исходной воды, а следует включать в производственный цикл также обработку воды анионитом (ЭДЭ-10П и др.) или иным приемом обработки для устранения ненужной и для накопления желаемой соли. Лишь с учетом оптимального солевого состава должен применяться метод ионообмена для обработки воды, включая выбор ионообменных смол.

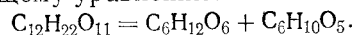
Используя обработку воды подобранными ионитами, можно добиться такого состава воды, употребляемой при купажировании, который положительно скажется на качестве коньяка.

В тех случаях, когда пользуются дистиллированной водой, ее обычно получают на шарантских кубовых аппаратах или перегонкой на аппаратах непрерывного действия. Для того чтобы дистиллят был чистого и нейтрального вкуса, следует котлы и тарелки колонны, дефлегматоры, конденсаторы тщательно промыть от накипи и осадков, после чего проводить перегонку. Рекомендуются получать из каждых 100 л воды до 60—70 л дистиллированной воды, так как повышенная концентрация солей в кубе отрицательно сказывается на качестве дистиллята. Чем выше жесткость воды, тем меньший процент дистиллированной воды следует отбирать при перегонке.

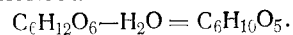
Применение для приготовления купажей дистиллированной воды иногда отрицательно сказывается на качестве коньяка, также и потому, что с паром ей передаются тона «накипи».

Колер и сахарный сироп. Колер используют в коньячном производстве для придания коньякам определенного цвета и для усиления его окраски. Имеются указания, что колер не только усиливает окраску коньяка, но смягчает его вкус и придает напитку тона выдержанного. Колер готовят по различным технологическим схемам, в результате чего качество его сильно варьирует. Недостатками колера считается заметно горьковатый привкус или сильная окраска, что является следствием неправильного температурного режима варки сахара, во время которой происходит карамелизация его. В процессе карамелизации протекают следующие превращения сахара.

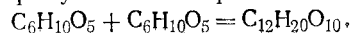
Вначале при температуре 160°С сахароза плавится и распадается на глюкозу и ангидрид фруктозу — левулозан по следующему уравнению:



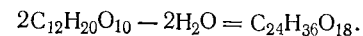
При дальнейшем нагревании и повышении температуры от глюкозы отщепляется молекула воды и образуется ангидрид — глюкозан:



При более продолжительном нагревании и температуре 180—185°С левулозан и глюкозан вступают во взаимодействие и образуют изосахарозан:

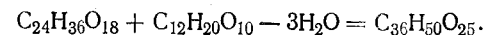


К этому времени масса приобретает золотистый оттенок и начинает слегка вспучиваться. При дальнейшем нагревании происходит конденсация изосахарозана с одновременным отщеплением двух молекул воды, в результате чего образуется карамелан:



В данном состоянии масса колера сгущается и приобретает светло-вишневый или вишневый цвет.

При дальнейшем нагревании до 190—200°С карамелан присоединяет молекулу изосахарозана; одновременно отщепляются три молекулы воды с образованием карамелена:



На этом процесс карамелизации сахара заканчивается. При более длительном нагревании и поддержании температуры выше 200°С начинается подгорание и обугливание колера. В этот период масса интенсивно вспенивается, образуется большое количество гуминовых веществ и газов, которые обладают удушливым запахом и придают колеру горький привкус.

Колер лучше готовить из сахара-рафинада. Для уваривания сахара пользуются специальными котлами, изготовленными из меди и лужеными оловом, с паровым или электрическим обогревом. Может быть применен и обогрев газом, жидким топливом или дровами. Наиболее удобны котлы, получившие широкое применение в ликеро-водочном производстве, с электрическим обогревом, при котором можно легко регулировать температуру в нужных пределах.

Приготовление колера сводится к следующему. В котел отмеривают необходимое количество сахара и добавляют от 5 до 6% дистиллированной воды (к весу сахара). Так как при варке масса сильно вспучивается и разбрызгивается, котел наполняют на 40—50% емкости. После загрузки приводят в движение мешалку и при непрерывном перемешивании массы начинают подогрев котла. Вначале подогрев ведут ускоренно, а когда масса приобретет золотистую окраску, его замедляют и поддерживают температуру в пределах 180—190°С. К концу варки, когда масса приобретет вишневый цвет, температуру повышают до 195—200°С. Выше 200°С подогревать не ре-

комендуется, так как при этом может произойти обугливание колера и в нем появятся горьковатые тона.

При варке колера периодически отбирают пробы деревянной палочкой и наносят тонким слоем мазки на чистое стекло. Колер считают готовым, если при просмотре мазков на свет устанавливается темно-вишневая окраска. Для более объективной оценки готовности колера пользуются сравнением его окраски с эталоном — окрашенными в темно-вишневый цвет полосками бумаги.

После того как готовность колера установлена, сразу прекращают нагревание; когда масса остынет до 60—70°С, в котел добавляют дистиллированную воду и тщательно перемешивают массу. Разбавление сгущенной массы водой контролируют по относительной плотности, которая должна быть равна 1,3—1,34. Готовый колер хранят в бочках или стеклянных баллонах.

Правильно приготовленный колер хорошо растворяется в спиртовых растворах без помутнений. При содержании спирта более 70% об. растворимость колера в спирто-водных средах заметно снижается и уменьшается его окрашивающая способность. Во вкусе колер имеет легкие бекмесные тона. Он содержит от 35 до 50% сахара.

В зависимости от требуемой окраски коньяка вносят от 2 до 4 л колера на 100 дал купажа. Колер также следует спиртовать коньячным спиртом, выдержанным не менее 5 лет, до 30% об. и хранить в эмалированных емкостях.

Проверка качества колера

Показатели	Способы испытания
Устойчивость к помутнению	1-й способ. Колер, растворенный в спирте крепостью 40—60% об., не должен давать помутнений 2-й способ. При внесении колера в раствор серной кислоты 1:4 не должно появляться помутнений в течение двух суток
Красящая способность	Окраска раствора колера (1 мл в 1 л дистиллированной воды) должна быть равна по интенсивности окраске раствора йода (10 мл 0,1 н. раствора йода в 1 л воды)

Одним из показателей качества колера является его вязкость, которая зависит от концентрации сухих веществ и температуры (табл. 46, 47).

Таблица 46

Влияние концентрации сухих веществ на вязкость колера при температуре 20°С (по Смирнову и Григорюк)

Концентрация сухих веществ, %	Вязкость, спз	Концентрация сухих веществ, %	Вязкость, спз
0	1,0	30	5,3
5	1,1	35	7,6
10	1,3	40	11,3
15	1,7	45	17,1
20	2,4	50	25,4
25	3,6		

Таблица 47

Влияние температуры на вязкость 50%-ного раствора колера (по Смирнову и Григорюк)

Температура, °С	Вязкость, спз	Температура, °С	Вязкость, спз
16	38,2	50	7,8
18	30,7	55	6,9
20	25,4	60	6,0
25	19,2	65	5,3
30	15,3	70	4,7
35	12,6	75	4,2
40	10,6	80	3,7
45	9,0	85	3,5

Сахарный сироп готовят также из сахара-рафинада и используют для придания коньякам сладости и мягкости. Растворяют сахар в горячей дистиллированной воде, которую подогревают в луженых или эмалированных котлах. Когда вода нагреется до кипения, в котел осторожно насыпают сахар и все время перемешивают. На 10 кг сахара берут 7—9 л воды. Сахарный сироп хранят в дубовых бочках и перед употреблением тщательно перемешивают. Во избежание кристаллизации сахара рекомендуется подкислять сироп лимонной кислотой (0,33%). Варка сиропа продолжается 20—30 мин. Горячий сироп процеживают через сито.

Для производства коньяков высоких марок к сиропу добавляют коньячный спирт до 25% об. и хранят его в течение 1—2 лет. Сахарный сироп рекомендуется спиртовать выдержанным не менее 5 лет коньячным спиртом до 30% об. и хранить не менее года в эмалированных емкостях.

ПРОВЕДЕНИЕ КУПАЖА

Этот технологический прием является весьма важной операцией, от правильного выполнения которой зависит качество будущего коньяка. Купажирование проводится в купажном цехе.

Коньячный мастер должен знать полную характеристику (вкусовую и химический состав) основных и вспомогательных материалов. Прежде чем приступить к выполнению массовых купажей, следует провести пробные купажи в различных вариантах в малых количествах. Для этой цели, как и при купаже вин, берут градуированный цилиндр или другой какой-либо мерный сосуд и наливают в него сначала спирт различных партий и годов выдержки, перемешивают его и определяют вкус и аромат.

В коньячные спирты лучшего из вариантов купажа добавляют по расчету спиртованные воды, сахарный сироп и колер. Купаж тщательно перемешивают и оставляют в покое на 1—2 дня. Это время необходимо для установления некоторого равновесия между составными частями купажа и правильной его вкусовой оценки. После этого коньяк пробуют и еще раз окончательно уточняют его вкусовую характеристику, обращая также внимание на полноту и окраску коньяка.

При технологической обработке может частично снизиться содержание дубильных веществ и уменьшиться интенсивность окраски; это необходимо учитывать при проведении купажа. Если пробный купаж признан удовлетворительным, приступают к расчету и выполнению основного производственного купажа.

Расчет купажа. Приготовлению купажа предшествует расчет его. Купажными материалами для коньяков являются спирты различного возраста и партий выдержки, спиртованные воды, сахарный сироп и колер. При расчете следует руководствоваться практическим правилом, что со спиртованными водами в купаж вводится около

30% спирта, считая на безводный, а количество колера не должно превышать 4 л на 1000 дал коньяка. Содержание сахара в колере колеблется в пределах 35—50%.

Приведем примерный расчет купажа ординарных и марочных коньяков. Расчет ведем на 1000 дал готового коньяка.

Ординарные коньяки. Вначале рассчитывают сахаросодержащие материалы: колер и сахарный сироп. Необходимое количество колера определяют пробным купажем. Допустим, что для получения требуемой окраски в коньяк «Три звездочки» нужно на 1000 дал коньяка внести 3 л колера с содержанием сахара 50%.

Объем задаваемого сахарного сиропа V_c определится по следующей формуле:

$$V_c = \frac{1000K - AC_v}{C_c}, \quad (1)$$

где K — содержание сахара в коньяке, %;

A — необходимое количество колера, определенное пробным купажем, дал/1000 дал коньяка;

C_k — содержание сахара в колере, %;

C_c — содержание сахара в сиропе, %.

Если сахаристость сиропа равна 75%, то необходимый объем его будет равен

$$V_c = \frac{1000 \cdot 1,5 - 3 \cdot 50}{75} = 18 \text{ дал.}$$

Учитывая, что для купажа используются спирты различных эгализаций и возраста, имеющие различную крепость, необходимо определить средневзвешенную крепость коньячного спирта, направляемого в купаж, по следующей формуле:

$$K = \frac{K_1a + K_2b + K_3c + \dots + K_nk}{100}, \quad (2)$$

Здесь $K_1, K_2, K_3, \dots, K_n$ — крепость коньячных спиртов, $a, b, c, \dots, k$ — их процентное соотношение, определенное пробным купажем.

Пример. Для купажа «Четыре звездочки» отобраны спирты.

Возраст спиртов, годы	Номер эгализации	Крепость коньячного спирта, % об.	Содержание коньячного спирта в смеси, %
4	8	65	75
3	14	63	10
3	12	62	15
			100

Средневзвешенная крепость равна

$$K = \frac{65 \cdot 75 + 63 \cdot 10 + 62 \cdot 15}{100} = 64,35 \% \text{ об.}$$

Пример. Для изготовления коньяка «Три звездочки» отобраны спирты.

Возраст спиртов, годы	Номер эгализации	Крепость коньячного спирта, % об.	Содержание коньячного спирта в смеси, %
3	7	68,1	50
3	11	64,0	25
4	12	64,0	25
			100

Средневзвешенная крепость коньячного спирта

$$K = \frac{68,1 \cdot 50 + 64 \cdot 25 + 64 \cdot 25}{100} = 66,0 \% \text{ об.}$$

Необходимый объем коньячного спирта (без учета сжатия, происходящего при смешивании) ориентировочно рассчитывается по формуле

$$V_K = \frac{K \cdot 1000 - K_2 [1000 - (V_c + V_{c1})]}{K_1 - K_2}, \quad (3)$$

где V_K — объем коньячного спирта, дал;

K — крепость коньяка, % об.;

K_1 — средняя крепость коньячного спирта, % об. [рассчитывается по формуле (2)];

K_2 — крепость спиртованных вод, % об.;

V_c — объем сиропа [рассчитанный по формуле (1)];

V_{c1} — объем колера по пробному купажу.

Объем спиртованных вод ориентировочно определяют по формуле

$$V_{c,v} = 1000 - (V_K + V_c + V_{c1}), \quad (4)$$

где $V_{c,v}$ — объем спиртованных вод, дал.

Пример. Рассчитать купаж объемом 1000 дал для коньяка «Три звездочки». Как было установлено выше, необходимое количество

задаваемого сахарного сиропа составляет 18 дал, колера 3 дал. Крепость коньячного спирта 66% об., спиртованных вод 25% об. Крепость коньяка 40% об.

Тогда ориентировочно количество вносимого коньячного спирта составит

$$V_K = \frac{40 \cdot 1000 - 25 \cdot [1000 - (18 + 3)]}{66 - 25} = 378,66 \text{ дал},$$

спиртованных вод

$$V_{c,v} = 1000 - (378,66 + 18 + 3) = 600,34 \text{ дал}.$$

Чтобы убедиться в правильности выполненного расчета, необходимо провести его проверку.

Для этого все полученные нами данные сводим в таблицу (расчет ведется на 1000 дал).

Компоненты	Объем, дал	Содержание сахара, %	Крепость, % об.	Внесено сахара, кг	Внесено спирта, л, %
Сахарный сироп	18	75	—	135	—
Колер	3	50	—	15	—
Коньячный спирт . . .	378,66	—	66	—	2498,76
Спиртованные воды . .	600,34	—	25	—	1508
Всего	1000,0	—	—	150	4006,76

Содержание сахара в купаже составляет:

$$\frac{150 \cdot 100}{1000 \cdot 10} = 1,5 \%.$$

Содержание спирта

$$\frac{4006,76 \cdot 100}{1000 \cdot 10} = 40,06 \approx 40 \% \text{ об.}$$

Таким образом, купаж соответствует кондициям.

Марочные коньяки. Для марочных коньяков, которые готовят без колера, расчет купажа упрощается.

Объем сахарного сиропа определяется по формуле

$$V_c = \frac{1000K}{C_c}, \quad (1a)$$

где K — содержание сахара в коньяке, %;

C_c — содержание сахара в сиропе, %.

Допустим, что готовится коньяк КВВК с содержанием сахара 0,7%; содержание сахара в сиропе 82%.

Тогда объем сиропа на 1000 дал коньяка будет равен

$$V_c' = \frac{0,7 \cdot 1000}{82} = 8,53 \text{ дал.}$$

Объем коньячного спирта находится по формуле

$$V_k = \frac{K \cdot 1000 - K_2 (1000 - C_c)}{K_1 - K_2} \quad (3a)$$

Объем спиртованных вод определяют по формуле

$$V_{c,v} = 1000 - (V_k + V_c). \quad (4a)$$

Обозначения в этих формулах те же, что и в формулах (1, 3 и 4).

Пример. Рассчитать купаж коньяка КВВК крепостью 45% об. с содержанием сахара 0,7%. Для купажа взят коньячный спирт крепостью 60% об. и спиртованные воды крепостью 26% об. Выше было рассчитано, что на 1000 дал коньяка нужно израсходовать сахарного сиропа 8,53 дал.

Тогда объем необходимого коньячного спирта будет равен

$$V_k = \frac{45 \cdot 1000 - 26 (1000 - 8,53)}{60 - 26} = 565,4 \text{ дал,}$$

а объем спиртованных вод

$$V_{c,v} = 1000 - (565,4 + 8,53) = 426,07 \text{ дал.}$$

Проверка расчета купажа (на 1000 дал)

Компоненты	Объем, дал	Содержание сахара, %	Крепость, % об.	Внесено сахара, %	Внесено спирта, %
Сахарный сироп . . .	8,53	82,0	—	69,9	—
Коньячный спирт . .	565,4	—	60	—	3392,40
Спиртованные воды .	426,07	—	26	—	1107,78
Всего . . .	1000,00	—	—	69,9	4500,18

Содержание сахара в купаже

$$\frac{69,9 \cdot 100}{1000 \cdot 10} = 0,699 \approx 0,7\%$$

Содержание спирта

$$\frac{4500,18 \cdot 100}{1000 \cdot 10} = 45\% \text{ об.}$$

Таким образом, купаж соответствует кондициям и, следовательно, расчет выполнен правильно.

Аналогично можно провести расчет любого купажа. Для того чтобы не нарушились кондиции коньяка после технологической обработки, необходимо учитывать потери спирта при купажировании и принимать их во внимание при расчете купажа. Для корректировки купажа добавляется дистиллированная вода.

Приведенный выше ориентировочный расчет купажа коньяка сделан без учета сокращения объема (контракции). Однако точный расчет объема купажа требует внесения поправки на сжатие.

Величина сжатия зависит от количественного соотношения между водой и спиртом в водно-спиртовой смеси (см. табл. 44, стр. 208). Методика внесения поправки на сжатие и способ пользования этой таблицей при купажах поясним следующим примером.

Возьмем приведенный выше случай приготовления коньяка КВВК. Расчеты показывают, что в купаж необходимо задать (в дал):

Спирт коньячный крепостью 60% об.	565,4
Спиртованные воды крепостью 26% об.	426,07
Сахарный сироп с содержанием сахара 82% . . .	8,53

Всего . . . 1000

По табл. 44 находим, что в 100 л водно-спиртовой смеси содержится воды (в л):

При конечной крепости коньяка 45% об.	58,542
При исходной крепости коньячного спирта 60% об.	43,637
При крепости спиртованных вод 26% об.	76,312

Таким образом, содержание воды в приготовленной купажной смеси будет

$$V_v = \frac{565,4 \cdot 43,637 + 426,07 \cdot 76,312}{100} + 8,53 = 580,39 \text{ дал,}$$

а в 1000 дал коньяка крепостью 45% об. ее должно содержаться $V_v' = 585,42 \text{ дал.}$ Следовательно, необходимо

дополнительно добавить в купаж с учетом контракции
 $V'_B - V_B = 585,42 - 580,39 = 5,03$ дал воды.

Таблица 48

Соотношение между объемными процентами при 20° С
и массовыми процентами, а также плотность водно-спиртовых
растворов

Крепость		Плотность d_4^{20}	Крепость		Плотность d_4^{20}
% об.	% масс.		% об.	% масс.	
20,0	16,21	0,97360	50,0	42,43	0,93019
20,5	16,63	0,97307	50,5	42,90	0,92921
21,0	17,04	0,97253	56,5	48,64	0,91683
21,5	17,46	0,97199	57,0	49,13	0,91597
22,0	17,87	0,97145	57,5	49,62	0,91489
22,5	18,29	0,97091	59,5	51,59	0,91027
23,0	18,71	0,97036	60,0	52,09	0,90916
23,5	19,13	0,96981	60,5	52,59	0,90804
24,0	19,54	0,96925	61,0	53,09	0,90691
24,5	19,96	0,96869	61,5	53,59	0,90577
25,0	20,38	0,96812	62,0	54,09	0,90462
25,5	20,80	0,96755	62,5	54,60	0,90347
26,0	21,22	0,96698	63,0	55,11	0,90231
40,0	33,30	0,94806	63,5	55,62	0,90115
40,5	33,75	0,94726	64,0	56,13	0,89999
41,0	34,19	0,94644	64,5	56,64	0,89882
41,5	34,64	0,94662	65,00	57,15	0,89764
42,0	35,09	0,94479	65,5	57,67	0,89645
42,5	35,54	0,94394	66,0	58,19	0,89526
43,0	35,99	0,94308	66,5	58,71	0,89406
43,5	36,44	0,94221	67,0	59,23	0,89286
44,0	36,89	0,94134	67,5	59,75	0,89165
44,5	37,35	0,94046	68,0	60,27	0,89044
45,0	37,80	0,93956	68,5	60,80	0,88922
45,5	38,26	0,93866	69,0	61,33	0,88799
46,0	38,72	0,93775	69,5	61,86	0,88675
46,5	39,20	0,93683	70,0	62,39	0,88551
47,0	39,69	0,93591	70,5	62,93	0,88427
47,5	40,03	0,93498	71,0	63,46	0,88302
48,0	40,56	0,93404	71,5	64,00	0,88177
48,5	41,02	0,93309	72,0	64,54	0,88051
49,0	41,49	0,93213	72,5	65,08	0,87924
49,5	41,96	0,93116	73,0	65,63	0,87796

Примечание. Более подробный чересчет объемных процен-
тов в массовые и соответствующие плотности приведен в книге
Г. И. Фертмана «Справочные таблицы по контролю спиртового про-
изводства», Пищепромиздат, 1940, стр. 9—27.

Можно провести непосредственный расчет количеств
коньячного спирта и спиртованной воды, которые надо
взять, чтобы получить купаж заданной крепости.

Расчет следует вести по формуле, учитывающей со-
кращение объема:

$$V_{c.v} = \frac{(p - p_1) D_{q_1}}{(p_2 - p) D_{q_2}} \cdot 100,$$

где $V_{c.v}$ — объем спиртованной воды в л, крепостью
 q_1 , % об. (или p_1 % масс.), которую
нужно добавить к 100 л раствора кре-
постью q_2 % об. (или p_2 % масс.), т. е.
к коньячному спирту, чтобы получить
купаж крепостью q % об. (или p %
масс.);

p, p_1, p_2 — соответствующие % масс.;
 D_{q_1} и D_{q_2} — плотности водно-спиртовых растворов
крепостью q_1 и q_2 , которые берутся из
табл. 48.

Пример. Для приготовления купажа крепостью 45% об. (или
37,8% масс.) взяты коньячный спирт крепостью 60,0% об.
(52,09% масс.) и спиртованные воды крепостью 26% об. (21,22%
масс.). Подставляя числовые значения, получим:

$$V_{c.v} = \frac{(37,8 - 21,22) 0,96698}{(52,09 - 37,8) 0,90916} \cdot 100 = 123,4 \text{ л.}$$

Таким образом, на 100 л коньячного спирта следует добавить 123,4 л
спиртованных вод, чтобы получить купаж заданной (45% об.) кре-
пости.

Объем коньячного спирта, который нужно прибавить
для укрепления купажа, приготовленного с пониженной
крепостью, определяется по формуле

$$V_k = \frac{V_{куп} (x - x_1)}{x_2 - x_1} \text{ дал,}$$

где V_k — объем спирта, который необходимо добавить
к смеси для корректирования ее крепости до
требуемой, дал;

$V_{куп}$ — объем приготовленного купажа, дал;

x — требуемая крепость купажа, % об.;

x_1 — крепость приготовленного купажа, % об.;

x_2 — крепость коньячного спирта, % об.

Пример. Объем купажа 1000 дал, требуемая крепость 40% об.; фактическая крепость 39,5% об.; крепость добавленного коньячного спирта 60%.

$$V_k = \frac{1000(40 - 39,5)}{60 - 39,5} = 24,39 \text{ дал.}$$

Таким образом, надо добавить 24,39 дал коньячного спирта, чтобы довести крепость до заданной.

Объем дистиллированной воды, необходимой для разбавления смеси, приготовленной с повышенной крепостью, вычисляется по формуле

$$V_v = \frac{V_{куп}(x_1 - x)}{x} \text{ дал,}$$

где $V_{куп}$, x , x_1 имеют те же значения, что и в предыдущей формуле.

Пример. Объем купажа 1000 дал; требуемая крепость 45%; фактическая крепость 46%.

$$V_v = \frac{1000(46 - 45)}{45} = 22,2 \text{ дал.}$$

Следовательно, требуется внести в купаж для снижения крепости 20,2 дал воды.

ОБРАБОТКА И ВЫДЕРЖКА КОНЬЯКА

После расчета приступают к непосредственному выполнению купажа, который проводят в купажном цехе. Для этого указанные выше материалы с целью их лучшего перемешивания задают в купажные чаны в следующей последовательности. Сначала в чан перекачивают

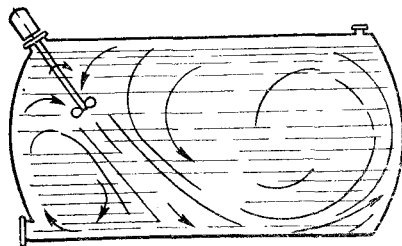


Рис. 47. Схема движения жидкости при перемешивании ее пропеллерной мешалкой.

материалы меньшей плотности — коньячный спирт, потом спиртованные воды и дистиллированную воду; после этого задают материалы с большей плотностью — колер и сахарный сироп.

Для получения однородного купажа проводят тщательное пе-

ремешивание его механизированным способом (рис. 47) жидкости при перемешивании ее пропеллерной мешалкой. Окончание перемешивания устанавливается лабораторной проверкой крепости, сахаристости и окраски коньяка. В случае необходимости в купаж вносится корректировка.

Для улучшения качества коньяка МНИПП выполнены исследования техники проведения купажа. Обычно при раскупажировке спиртов вводятся компоненты в один прием (спиртованные воды, спирты разного возраста, вода). Проведенные опыты показали, что снижение крепости — это процесс, обратный повышению ее. Последним приемом чаще пользуются в виноделии при креплении вин. Если спирт в нужном количестве вводится в один прием, то его ассимиляция проходит медленно и во вкусе вина ощущается повышенная крепость. Поэтому в виноделии практикуют медленное крепление (постепенное) и нужную дозу спирта вливают 3—5 раз в течение 2—3 дней. Тогда вино получается мягким и гармоничного сложения.

В коньячном производстве также следует разбавлять спирты в 3—5 приемов в течение 2—3 дней. Это значительно повысит качество коньяка.

После купажа в коньяке ощущается некоторая дисгармония между его составными компонентами. Для луч-

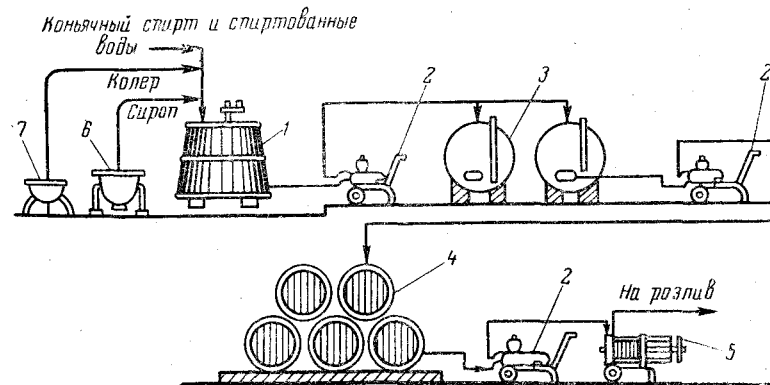


Рис. 48. Схема размещения оборудования в цехе выдержки и обработки коньяка:

1 — купажный чан, 2 — насос, 3 — цистерны, 4 — бочки, 5 — фильтр, 6 — котел для приготовления сиропа, 7 — котел для варки колера.

шей ассимиляции спиртсодержащих и других материалов коньяк обычно выдерживают не менее 3 месяцев. В этот период его оклеивают, фильтруют, а в случае необходимости для снижения содержания железа обрабатывают желтой кровяной солью по схеме табл. 49.

На рис. 48 дана схема размещения оборудования в цехе выдержки и обработки коньяка.

Оклейка коньяка. Оклеивка заключается во введении в коньяк веществ, способных коагулировать и осаждать, увлекая с собой взвешенные частицы. Такими веществами служат рыбий клей, желатин, яичный белок.

В винодельческой литературе в настоящее время принята абсорбционная теория взаимодействия белков с танидами. Однако, как указывает Г. Д. Ратушный, танаты не являются продуктом абсорбции танида коллоидными частицами белка, а представляют собой химическое соединение белка с танидами. Молекулы танина соединяются с белковым веществом в результате ионного

Таблица 49

Технологические схемы обработки коньяка (в сутках)

Технологические операции	Ординарные	Марочные
Купаж	1	1
Оклеивка	1	1
Выдержка на клею	15	15
Снятие с клея	1	1
Фильтрация *	1	1
Выдержка	70	160
Фильтрация	1	1
	90	180

* При необходимости.

взаимодействия между частицами танина, несущими отрицательный заряд, и положительно заряженными группами структуры белка, а также вследствие образования водородных связей.

В то время как в винодельческой практике в значительной степени разрешены вопросы оклейки вин, этого

нельзя сказать в отношении осветления коньяка. Между тем качество коньяка наряду с другими показателями определяется его прозрачностью, достигаемой различными способами обработки, среди которых оклейка занимает одно из ведущих мест.

Осветление коньяка введено в практику коньячного производства издавна, однако еще и до настоящего времени наши знания о проведении этого процесса весьма ограничены. Применяемые методы оклейки были перенесены из винодельческой промышленности в коньячное производство без учета физико-химического состава коньяка. В результате этого при технологической обработке наблюдались случаи плохого осветления коньяка до розлива и помутнения готовой продукции в экспедиции. Это снижает товарные качества коньяка и вызывает дополнительные затраты на вторичную обработку его.

Техника оклейки. Оклеивку коньяка в большинстве случаев проводят рыбьим клеем, но в последнее время усиленно применяется и желатин.

Как известно, рыбий клей представляет собой коллаген, который получается из плавательных пузырей рыб, преимущественно осетровых. Рыбий клей очень медленно набухает в воде. Для ускорения процесса воду слегка подкисляют соляной кислотой. Во время набухания, которое длится двое суток, воду меняют два-три раза для удаления рыбного запаха. Набухший клей пропускают через волосяное сито, а образовавшиеся комки продавливают через сито щеткой. Когда весь клей переведен в студнеобразную массу, из него готовят 1%-ный раствор, для чего добавляют дистиллированную воду (на 1 кг сухого клея 100 л воды). Раствор тщательно перемешивают и задают в коньяк из расчета 3—4 кг сухого клея на 1000 дал.

Рыбьим клеем осветляются коньяки, которые содержат небольшое количество дубильных веществ. Если же во вкусе коньяка явно ощущается дубовый привкус, то целесообразно проводить оклейку желатином, так как рыбий клей очень незначительно снижает содержание дубильных веществ и дубовый привкус может остаться и после оклейки.

При обработке коньяка рыбьим клеем получаются очень легкие хлопья буроватого оттенка. Часто хлопья могут оставаться во всей толще осветляемого коньяка,

где их трудно разглядеть, или осесть на стенки посуды. Наблюдались случаи, когда при внесении клея в дозах 0,2; 0,3 и 0,4 г на 1 дал танаты не образовывались и коньяк не осветлялся.

Неудачная оклейка рыбим клеем может быть вызвана многими причинами, но основные из них — это высокое содержание дубильных веществ в коньяке, отсутствие катионов поливалентных металлов и пониженные температурные условия.

В тех случаях, когда температура в хранилищах ниже 10° С, оклейка протекает медленно и не дает хороших результатов. Лучшей для оклейки является температура выше 12° С. Оклейка желатином при температуре выше 21° С не допускается, так как при этом происходит переоклейка. Яичный белок переоклейки не дает.

Желатин готовят путем вываривания веществ животного происхождения (кости, хрящ, кожа), содержащих глютин (клеевое вещество). Он поступает в продажу в виде прозрачных тонких пластинок или мелких квадратных плиточек светло-соломенного цвета. Промышленность выпускает желатин с различным содержанием глютина, поэтому и применение его для оклейки должно быть дифференцированным.

Исследования показывают, что в тех случаях, когда осветление коньяка рыбим клеем не удастся, можно добиться хороших результатов применением желатина.

Обычно желатин легко растворяется в воде, нагретой до 35—40° С. При оклейке его вносят в коньяк в виде 2—5%-ного раствора.

Для нормального процесса оклейки коньяков желатином необходимо соблюдать следующие условия.

Очень важно проводить предварительную пробную оклейку. На многих предприятиях вносят одинаковое количество желатина (2—3 г на 1 гл) для оклейки коньяков различного состава. Между тем опыт показывает, что такая доза в большинстве случаев не дает должного эффекта. При оклейке ординарных и марочных коньяков Молдавии дозы желатина колебались в пределах 3—6 г на 1 гл.

Не менее важное значение имеет степень разбавления желатина перед внесением его в коньяк. При этом существенное влияние оказывает температура оклеиваемой среды. Так, если температура коньяка в хранилище 14—

15° С, то можно пользоваться 2—4%-ным раствором желатина; при 9—10° С концентрация должна снижаться до 1—2% и при 3—5° С — до 1%. При оклейке растворами более высокой концентрации, особенно при пониженной температуре, наблюдается быстрое свертывание желатина и оклеивающая способность его значительно снижается.

Для растворения желатина нужно пользоваться дистиллированной водой, количество которой следует учитывать при купаже. В коньяке желатин растворяется очень медленно и хуже образует танаты.

Следует отметить, что желатин частично обесцвечивает коньяк. Это — нежелательное явление, с которым нужно считаться, особенно в случае оклейки старых коньяков.

Дозу оклеивающего материала устанавливают в лаборатории, для чего пользуются бутылками емкостью 0,5 л или цилиндрами из белого стекла. В коньяк вносят различные дозы заранее приготовленных (по указанной выше технологии) оклеивающих материалов (из расчета от 1 до 5 г на 1 гл). После этого содержимое бутылки тщательно взбалтывают и оставляют для осветления в том же помещении, в котором хранится коньяк для оклейки. Через 4—5 ч наблюдают за характером образования танатов и ходом осветления. Обычно в конце первых или в начале вторых суток коньяк полностью осветляется. Тогда устанавливают, при какой минимальной дозе и каком оклеивающем материале получены лучшие результаты. После этого делают расчет (на сухой клей) необходимого количества клея на весь объем купажа и подготовляются к проведению этой важной технологической операции; проверяют чистоту посуды, отвешивают клей и т. д.

При проведении пробной оклейки обращают внимание на то, чтобы не допустить переоклейки, так как при этом в коньяке остается некоторое количество белковых веществ, которые после розлива в бутылки могут образовывать осадок.

Для успешного осветления следует вводить оклеивающие материалы постепенно и быстро распределять их по всей массе коньяка. Для этого в большинстве случаев применяют аппарат Шлейгера, которым одновременно дозируют клей и перемешивают его с коньяком. Однако

Изменение химического состава коньяков при оклейке

Название коньяка	Относительная плотность	Экстракт	Дубильные вещества	Зольность	Альдегиды	Медь	Железо
		г/л			мг/л		
«Пять звездочек»							
до оклейки . . .	0,9518	16,64	0,161	0,152	141,6	4,75	0,71
после оклейки . . .	0,9502	15,96	0,121	0,144	141,6	4,65	0,57
«Пять звездочек»							
до оклейки . . .	0,9508	17,52	0,204	0,220	86,9	1,74	0,72
после оклейки . . .	0,9468	17,46	0,162	0,180	86,9	1,70	0,64
«Четыре звездочки»							
до оклейки . . .	0,9530	19,90	0,121	0,152	87,5	—	0,64
после оклейки через 7 суток после оклейки . . .	0,9546	19,42	0,103	0,144	87,4	—	0,50
«Три звездочки»							
до оклейки . . .	0,9548	20,22	0,143	0,141	73,6	—	—
после оклейки . . .	0,9538	20,16	0,122	0,080	73,6	—	—

при данном методе требуется длительное время для достижения равномерного распределения оклеивающего материала в купаже. В этом отношении нужно отдать предпочтение стационарным пропеллерным мешалкам.

После перемешивания купажа коньяк оставляют в покое на 10—15 дней, а в тех случаях когда оклейка проводится при пониженной температуре, необходимо продлить выдержку до 20—22 дней. За этот период в коньяке успевают образоваться и выпасть в осадок танаты. После этого осветленную часть снимают с осадка и в дальнейшем коньяк выдерживают в бутах или бочках. Продолжительность выдержки различна: обычные коньяки до 3 месяцев, марочные — до 6. Такая продолжительность выдержки вызывается необходимостью ассимиляции компонентов, вошедших в купаж.

Клеевые осадки группируют, заливают в бочки и спустя 3—5 суток снимают с них осветлившийся коньяк, а густую часть фильтруют на мешочном фильтре. Клеевую гущу переносят в куб, разбавляют в три-четыре раза водой и отгоняют содержащийся в ней спирт.

После выдержки коньяк фильтруют и разливают в бутылки.

В результате оклейки состав коньяка несколько изменяется, что видно из данных, приведенных Л. М. Джан-поладяном и М. Н. Аджемян (табл. 50). Как указывают авторы, больше всего снижается содержание дубильных веществ, частично уменьшается количество железа.

Осветление коньяков желтой кровяной солью. Коньячные спирты и коньяки очень чувствительны к наличию железа, небольшие дозы которого приводят к изменению окраски, вызывая железный касс.

Источником попадания железа в спирт является оборудование, которым пользуются при перегонке спирта и обработке коньяков, а также фильтрующие материалы.

Почернение в коньяке появляется вследствие образования дубильнокислой окиси железа, которая образует чернильного цвета осадок (нерастворимый танат окиси железа).

В. М. Малтабар и Г. И. Калугина показали, что при содержании железа 3 мг/л и более происходит посизнение спиртов и коньяков. Было установлено, что на изменение окраски большое влияние оказывают рН среды и концентрация дубильных веществ.

Чтобы избежать помутнения коньяков в экспедиции, необходимо во всех случаях проводить проверку содержания в них железа. Допускается наличие железа в коньяке не более 1 мг/л. При более высоком содержании железа необходимо принять меры для уменьшения его.

Обычно для этой цели применяется желтая кровяная соль (ЖКС) и обработка ею коньяков совмещается с оклейкой. Выполнение этой операции проводится в такой же последовательности, как и в виноделии. При обработке желтой кровяной солью нужно знать точный объем спирта, так как при низком содержании в коньяках железа и неточно рассчитанном объеме небольшое количество желтой кровяной соли может вызвать ее избыток в спирте.

Осадок берлинской лазури в коньячных спиртах и коньяках получается более рыхлым, чем в вине. Поэтому при снятии коньяка с осадка нужно тщательно следить, чтобы осадок не взмучивался. Для лучшего уплотнения осадка целесообразно срок выдержки на осадке продлить до 20 суток вместо обычных 14—15 суток. Осадки в производстве не используют.

Применяются и другие методы снятия железа, алюминия и меди.

Так, сотрудником МНИИПП С. Ш. Шапошником разработан метод, сущность которого заключается в образовании нерастворимых, легко отделяемых осадков при взаимодействии ортофосфорной кислоты с растворенным в спирте металлом. Преимущество метода наряду с удобством установления необходимых дозировок и простотой обработки заключается в полной безвредности реагента. Этот метод употребляется для деметаллизаций только молодых свежеперегнанных спиртов.

Ортофосфорная кислота является нормальным компонентом многих пищевых продуктов и содержится в них в сравнительно больших количествах.

В отличие от желтой кровяной соли и фитатов при использовании этой кислоты в качестве осадителя можно количественно удалить из спиртов не только железо, но и алюминий.

Обработка молодых коньячных спиртов ортофосфорной кислотой проводится следующим образом.

В лабораторных условиях колориметрическим методом определяют количество ортофосфорной кислоты, необходимое для деметаллизации спирта.

Полученный результат (в мг/л) пересчитывают на соответствующий объем обрабатываемого спирта и задают в него ортофосфорную кислоту по весу. Перед внесением в емкость осадитель разбавляют 10—15-кратным количеством обработанного спирта и вводят тонкой струей при непрерывном перемешивании. После перемешивания спирт оставляют в емкости на 10—12 дней для протекания реакции и образования осадка, который удаляют фильтрацией через пластинчатый фильтр. Обработку необходимо проводить при температуре 12—18°С. Для обработки следует применять реактив квалификации х. ч. или ч. д. а.

Комплексное удаление металлов из коньячных выдержанных спиртов с помощью катионообмена. Ионнообменные процессы приобретают все большее значение в технологии различных пищевых производств. Применение ионнообмена позволяет в ряде случаев по-новому подойти к решению многих технологических задач и расширяет возможности механизации и автоматизации производства.

Исследования, проведенные в Молдавском научно-исследовательском институте пищевой промышленности (С. Ш. Шапошников, В. В. Андреев и Г. А. Эдельман), показали, что с помощью катионообмена возможно удаление из молодых и выдержанных коньячных спиртов и

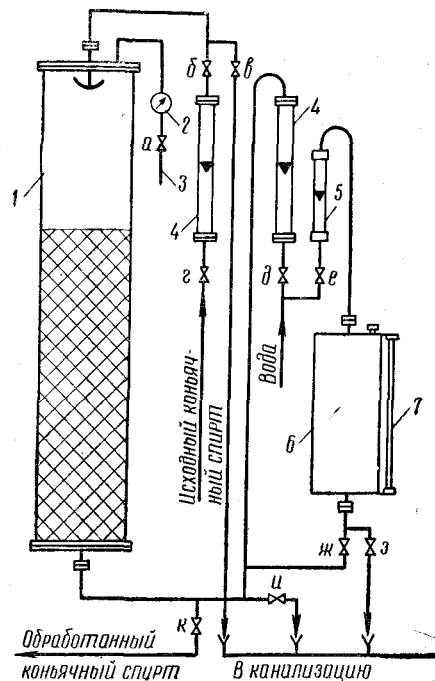


Рис. 49. Схема ионнообменной установки для деметаллизации коньячного спирта:

1 — ионнообменный фильтр, 2 — манометр, 3 — воздушник, 4 — ротаметр РС-5, 5 — ротаметр РС-3, 6 — бачок для концентрированной соляной кислоты, 7 — водомерное стекло, а, б, в, г, д, е, ж, з, и, к — вентили.

коньяков избыточного содержания таких металлов, как железо, алюминий, медь.

В разработанной промышленной установке для деметаллизации коньячных спиртов (рис. 49) применен катионит КУ-2 в Н-форме.

Эта смола представляет собой нерастворимое в воде высокомолекулярное вещество, в структуре которого имеются активные группы (сульфогруппы — SO_3H), спо-

собные выделять в окружающий их раствор подвижные ионы водорода. При контакте катионита с коньячным спиртом ионы водорода обмениваются на катионы, входящие в состав спирта или коньяка.

Количество поглощенных смолой катионов определяется ее обменной емкостью. Когда она исчерпывается, катионит подвергают регенерации, затем цикл повторяют. Регенерацию проводят раствором соляной кислоты. При этом смола вновь «заряжается» ионами водорода, а содержащиеся в ней катионы удаляются в виде солей соляной кислоты.

Практически деметаллизация состоит в пропуске коньячного спирта или коньяка через катионит, помещенный в колонку (ионообменный фильтр). Установка (рис. 49) состоит из фильтра 1 и винипластового бачка 6 для концентрированной кислоты, используемой при регенерации, и системы трубопроводов, связывающих эти узлы.

Ионообменный фильтр представляет собой цилиндрический сосуд из органического стекла.

В верхней части фильтра смонтирован ввод для обрабатываемой жидкости, а в нижней — патрубок для ее вывода и ввода регенерационного раствора. Фильтр снабжен воздушником 3 с патрубком для крепления манометра 2. Обрабатываемая жидкость поступает в ионообменный фильтр из напорной емкости через стеклянный ротаметр 4.

Обработанная жидкость отводится в приемник через вентиль к.

Приготовление регенерационного раствора осуществляется «на ходу» путем смешения концентрированной кислоты с дистиллированной водой. Основная масса воды поступает через ротаметр 4, а часть ее через ротаметр 5 подается в бачок с концентрированной кислотой, постепенно вытесняя ее в трубопровод, по которому раствор кислоты направляется в фильтр. Обработанная кислота сбрасывается из фильтра в сток.

Установка успешно эксплуатируется на заводах страны. Она проста в изготовлении и может быть смонтирована по чертежам в любой механической мастерской.

Производительность установки при диаметре колонки 320 мм и высоте слоя катиона в фильтре 100 см (на что потребуется 80 л набухшей смолы, или примерно 55 кг товарного катиона) составляет: для молодых спиртов

50—60 дал/ч, а для выдержанных до 30 дал/ч. Более низкая производительность при обработке выдержанных спиртов объясняется более длительным контактом их со смолой, необходимым для полного разрушения комплексов металлов с полифенольными веществами.

Выдержка коньяка. Купаж коньяка, прошедший полную технологическую обработку, еще не является готовым продуктом. Сам процесс купажирования, т. е. смешения компонентов различной плотности и состава, нарушает гармоничное сложение букета и вкуса коньячного спирта, приобретенные при выдержке. Такое же действие, но в меньшей степени, оказывает и технологическая обработка, особенно оклейка. Поэтому перед розливом коньяк обязательно выдерживают в дубовой таре, в результате чего с течением времени восстанавливаются его букет и вкус. Срок выдержки (отдыха) ординарных коньяков установлен до 70 суток, а марочных — не менее 160 суток со дня проведения купажа.

На некоторых французских предприятиях применяют выдержку не коньячных спиртов, а купажей коньяков. Этот метод заключается в том, что свежеперегнанный коньячный спирт сразу же смешивают с дистиллированной водой и закладывают на долговременную выдержку. Крепость купажа устанавливается из расчета ежегодного снижения крепости на 1%. Так, например, если нужно приготовить коньяк «Три звездочки» с конечной крепостью 40% об., то купаж проводят из расчета получения крепости 43% об. и закладывают его на трехлетнюю выдержку.

Этот метод имеет очень большое преимущество, так как в процессе многолетней выдержки происходит полная ассимиляция всех компонентов, входящих в состав коньяка. Недостатком метода является потребность в дополнительной площади хранилищ, т. е. уменьшении производственной мощности примерно на 30%.

Кроме указанной выше технологической обработки, применяется тепловой нагрев коньяков, разработанный ЦНИЛВП (Л. Н. Кислицына) в 1956 г. (рис. 50). Коньяк, нагретый в теплообменнике 1 до 70°, подается насосом в стальную эмалированную цистерну 2, в которой выдерживается в течение 6 ч. После этого в теплообменнике коньяк охлаждается и поступает на обработку.

Тепловая обработка смягчает вкус коньяка, лучше ассимилируются его составные части.

Фильтрация коньяка проводится независимо от оклейки. При этом преследуется цель получить полную прозрачность и отделить от коньяка оставшиеся танаты желатина или рыбьего клея. Фильтрация проводится на фильтрах различных систем. Наиболее удобными в работе и высокопроизводительными являются фильтры-прессы. Проходя через пластины, коньяк получается кристальной прозрачности и в нем устанавливается луч-

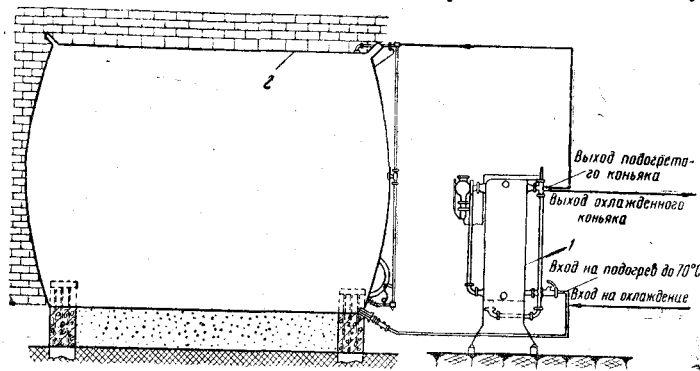


Рис. 50. Схема тепловой обработки коньяка.

шая гармоничность во вкусе. После фильтрации аромат коньяка несколько уменьшается, но спустя некоторое время полностью восстанавливается. Следует отметить, что при фильтрации частично уменьшается интенсивность окраски коньяка, которая впоследствии не восстанавливается, поэтому при проведении купажа нужно учитывать это и соответственно увеличивать дозу вносимого колера с таким расчетом, чтобы после технологической обработки цвет коньяка соответствовал стандарту.

Обработка коньяка холодом. Еще до недавнего времени обработка коньяков ограничивалась их оклейкой и фильтрацией. Однако иногда после этой обработки в ординарных и реже в марочных коньяках выпадает осадок, что снижает товарный вид продукта. Н. Т. Семенов и И. М. Скурихин установили, что помутнение коньяков может быть вызвано дубильными веществами в различной степени окисленности, наличием больших

количеств энантиового эфира и другими факторами, нарушающими равновесную систему коньяка.

Проведенные исследования показали, что помутнения больше всего проявляются при температуре ниже 15°C. Н. Т. Семенов предложил режимы обработки коньяка холодом: при -10°C выдержка коньяка продолжается в камере до 10 суток, при минус 15—20°C — до 5 суток.

После обработки холодом и фильтрации коньяк приобретает кристальную прозрачность и улучшаются его вкусовые показатели.

Для устранения помутнений во Франции также обрабатывают коньяк холодом.

РОЗЛИВ КОНЬЯКА В БУТЫЛКИ

Расфасовка коньяка в бутылки проводится в цехе розлива, в котором имеются моечные и разливные отделения. Как в первом, так и во втором отделении должно быть достаточно светло и поддерживаться высокое санитарное состояние. Пол этих помещений должен быть выложен метлахскими плитками, а панели — белым кафелем, стены выкрашены масляной краской. Для удаления паров, образующихся в моечном отделении, и газов в смолкогрейке устанавливаются вытяжные колпаки — вентиляторы.

В цехе розлива почти все операции связаны со стеклянной посудой, поэтому следует соблюдать все правила техники безопасности и осколки битой посуды собирать в ящики, установленные на всех узловых местах линии розлива.

Коньяк поступает в реализацию в коньячных бутылках емкостью 0,5 и 0,25 л. Бутылки для розлива коньяка должны соответствовать действующим ГОСТам. Они должны быть только из полубелого стекла и иметь специальную цилиндрическую удлиненную форму с вытянутыми плечиками.

Основные размеры бутылок приведены в табл. 51. Коньяк разливают также в специальные бутылки различных фасонов и размеров.

Толщина стенок бутылок может достигать 4 мм, причем для бутылок емкостью 0,5 и 0,25 л она не должна быть менее 2,5 мм.

Основные размеры бутылок

Наименование бутылок	Емкость, мл		Общая высота	Наружный диаметр	Внутрен- ний диа- метр гор- ла	Примерный вес 100 бутыл- лок, кг
	номи- нальная	полная				
Коньячная	500	540 ± 15	278 ± 3	69,5 ± 1	16 ± 0,5	46
Водочная	250	285 ± 20	200 ± 3	60,5 ± 1	16 ± 0,5	24

Бутылки не должны иметь пороков — трещин, щербин на венчике, пузырей, должны быть равноплечими и термостойкими. В новых бутылках, кроме того, не допускается наличие стеклянной пыли. Проверка наличия стеклянной пыли проводится следующим образом. В бутылки наливают теплую воду, взбалтывают и процеживают через черный шелк (стеклянная пыль на шелке выделяется в виде блесков).

Поступающую на склад завода стеклотару тщательно осматривают и всю непригодную выбраковывают.

Бывшие в употреблении бутылки (оборотная тара), кроме проверки на механические дефекты, проверяют также на наличие запахов (скипидарный, керосиновый, медикаментов и пр.); бутылки с запахом приему не подлежат. Выбраковываются также бутылки нестандартные по размеру и бутылки из-под масла и других жиров.

Для хранения порожних бутылок необходимо закрытое складское помещение. На открытом воздухе в бутылки попадает пыль, а зимой получается много боя вследствие замерзания попавшей в них воды.

Поступившие на склад бутылки направляют на обработку. Новые бутылки моют, а возвратную вначале отмачивают, а затем моют и передают по транспортеру в цех розлива, в котором их наполняют коньяком, укупоривают, наклеивают этикетку и кольеретку. Затем бутылки заворачивают в бумагу и передают на склад готовой продукции.

Укупорка бутылок. В настоящее время укупорку корковой пробкой применяют только при экспорте коньяка; для внутреннего рынка используются полиэтиленовые пробки различной формы и сверху на горловину надевают фольговый колпачок.

Этикетировка бутылок. Этикетировка бутылок проводится художественно оформленными этикетками, на которых указывается марка коньяка, завод-изготовитель, крепость коньяка и возраст спиртов, из которых изготовлен коньяк, емкость бутылки. На обороте этикетки ставится штамп с датой розлива и номером бригады.

Кроме этикетки на нижнюю часть горлышка наклеивается кольеретка (горлянка). На кольеретке для ординарных коньяков изображены звездочки, число которых соответствует марке коньяка (3, 4 или 5 звездочек); на кольеретке для марочных коньяков указывается наименование: КВ, «Армения» и др. На горлышко бутылки после укупорки надевают цветной колпачок из фольги. Колпачок закатывают на специальных закаточных машинах. В настоящее время помимо фольгового колпачка применяют также вискозные и пластмассовые.

Этикетки и кольеретки наклеивают на бутылки клеем из крахмала или декстрина. На 10 л воды расходуется в среднем 2500 г декстрина или 500 г крахмала.

Для приготовления клея размешивают декстрин и крахмал в $\frac{1}{4}$ — $\frac{1}{5}$ части холодной воды. Остальное количество воды доводят до кипения и при интенсивном размешивании доливают в холодную суспензию крахмала и декстрина. После 10 мин варки в специальных котлах (лучше — паровых) клей готов к употреблению.

В последнее время на ликеро-водочных заводах при наклеивке этикеток на бутылки с помощью автомата применяют клеи, изготовленные из полиакриламида и КМЦ (карбоксиметилцеллюлоза).

ТРАНСПОРТИРОВКА КОНЬЯКА

Коньяк, прошедший технологическую обработку и выдержку, считается готовым для реализации.

Хотя коньяк поступает в торговую сеть только разлитым в бутылки, с места изготовления в места розлива его транспортируют в бочках, так как транспортировка в бутылках обходится очень дорого. Так, в вагон можно загрузить 6000 бутылок по 0,5 л, что составляет всего 300 дал. В этот же вагон можно загрузить 1200 дал коньяка в бочках.

Значительный интерес представляет применение для транспортировки коньяка изотермических эмалирован-

ных вагонов-цистерн и контейнеров, широко используемых в винодельческой промышленности.

Для транспортировки коньяков в бочках по железной дороге используют только хорошо обработанные вагоны, лишенные посторонних запахов (нефтяных, овощных и др.).

Отгружать коньяк в коньячной таре, предназначенной для выдержки спиртов, нецелесообразно, так как при транспортировке обратно, особенно на большие расстояния, эта тара не всегда возвращается, и сама транспортировка по железной дороге значительно ускоряет износ тары.

Поэтому коньяк перевозят в небольших дубовых бочках, изготовленных из винной клепки. Чтобы избежать больших потерь коньяка, связанных с впитыванием его в клепку бочек (учитывая его значительную крепость), внутреннюю поверхность бочек перед наливом покрывают пищевым парафином. Цель парафинирования — закрыть поры клепок. Наносить парафин толстым слоем нельзя, так как он отделяется даже при небольших толчках. Поэтому, чем тоньше будет слой парафина на внутренней поверхности бочек, тем это покрытие будет прочнее.

Создание такого тонкого защитного слоя достигается следующим способом. Обработанные бочки просушивают и прогревают в камерах до температуры не ниже 50°С, после чего с помощью распылителя вводят нагретый до 120—130°С парафин. В качестве распылителя можно применять, например, опрыскиватель Автомакс. Бочку хорошо обкатывают и излишек парафина сливают. Операция продолжается около 3 мин. Парафин, применяемый для этой цели, должен быть чистым и не придавать коньяку никаких посторонних (нефтяных) тонов. Перед употреблением лучше всего парафин в расплавленном виде промыть несколько раз горячей водой. В среднем на 1 бочку емкостью 35 дал расходуются не более 120 г парафина.

При отсутствии обогревательных камер парафинирование проводится следующим образом. В бочку наливают расплавленный и нагретый до 150°С, но не доведенный до кипения парафин (1 дал). После быстрой обкатки излишек парафина сливают.

Парафинированные бочки перед наливом ополаскивают коньяком, затем заливают, оставляя небольшую камеру в 2—3 л и тщательно укупоривают поперечным (транспортным) шпунтом. Поверх шпунта набивают круглую стальную пластинку (бляшку) с рельефным оттиском завода-изготовителя. Уторы транспортных бочек должны быть окрашены белой масляной краской, чтобы не смешивать их с винными.

На днище бочек в обязательном порядке несмываемой краской наносится следующий трафарет: наименование завода-изготовителя; порядковый номер, под которым бочка числится в актах замера тары; вес брутто, тары и нетто в кг; преysкурантный номер и емкость бочки в л; наименование коньяка.

Коньячные транспортные бочки не требуют такой обработки, как винные. Они хорошо сохраняются вследствие наличия в них паров спирта. Однако необходимо следить, чтобы шпунтовые отверстия их были всегда закрыты; бочки устанавливают в ярусы, желательно в закрытом помещении.

Для транспортирования в железнодорожных вагонах применяют также контейнеры и металлические цистерны, покрытые внутри эмалью.

КОНТРОЛЬ ПРИ ПРИГОТОВЛЕНИИ КОНЬЯКА

При изготовлении коньяка необходим постоянный технологический контроль на всех этапах производства. В микробиологическом контроле коньяк не нуждается, так как вследствие высокого содержания спирта он является антисептической средой. Кроме теххимического контроля проводится также органолептический контроль цвета, прозрачности, вкуса и букета коньяка и всех входящих в его состав компонентов. При изготовлении коньяков проводятся следующие химические анализы: а) основные — определение спирта и сахара; отклонения не должны превышать по содержанию спирта $\pm 0,3\%$ об. и по содержанию сахара ± 2 г/л; б) дополнительные — определение содержания неспиртов (эфиров, альдегидов, высших спиртов, фурфурола, летучих кислот, экстракта, метилового спирта, сернистой кислоты, дубильных веществ) и окраски; в) контрольные — определение содержания вредных примесей — железа до 1 мг/л, меди — до 8 мг/л, олова — 5 мг/л и свинца —

отсутствие. Содержание метилового спирта не должно превышать 0,1% об.

Данные о химическом составе отечественных коньяков приводятся в табл. 52 и 53.

Анализы виноматериалов, коньячных спиртов и коньяков проводятся согласно ГОСТ 5666—58 «Вина и коньяки. Методы исследований» и МРТУ 18/2—64 «Спирт коньячный (молодой)».

Определения спирта и сахара проводят до и после купажа и после технологической выдержки. В случае отправки коньяка в бочках для розлива на другом предприятии эти анализы повторяют перед укупоркой бочек, причем для получения средневзвешенной пробы коньяка отбирают из каждой бочки, пропорционально емкости. При отгрузке коньяка в бочках отбирают и опечатывают три контрольные пробы. Из них одна вручается проводнику, сопровождающему вагон с коньяком, другая направляется в лабораторию для анализа и последняя остается как арбитражная на случай возникновения расхождений. Такой же порядок существует при приемке партий бочкового коньяка получателем.

На отбор контрольных проб необходимо обращать самое серьезное внимание. Кановки или черпак, а также резиновый шланг или стеклянный ливер и бутылки должны быть ополоснуты коньяком, чтобы избежать искажения результатов за счет разбавления водой. На отбор проб составляют акт, подписываемый начальником коньячного цеха, проводником или приемщиком и представителем лаборатории. Контрольные пробы опечатывают печатью лаборатории, наклеивают на них этикетки с указанием номера купажа, наименования заводов (получателя и отправителя), количества бочек и количества декалитров коньяка. Этикетки подписываются всеми участниками отбора проб.

Контрольные пробы хранят в лаборатории 2 месяца, а в случае возникновения разногласий — до окончания разбора претензий. При выявлении расхождений по крепости или сахару арбитражную пробу направляют для анализа в нейтральную лабораторию. При отгрузке коньяка в бутылочном розливе контрольные пробы не выдаются. От партии поступившего коньяка отбирают 1,5% бутылок, которые проверяют на полноту налива, а содержимое их — на прозрачность, цвет, вкус, букет, кон-

Таблица 52

Химический состав и дегустационная оценка ординарных коньяков

Завод-изготовитель	Альдегиды	Ацетали	Таниды	Экстракт	Летучие кислоты		Общий сахар, %	Дегустационная оценка, баллы
					Титруемые кислоты	Летучие кислоты		
Коньяк «Три звездочки», крепость 40% об.								
Тираспольский	71,3	50,0	169,0	16,8	0,70	0,4	1,60	8,4
Ереванский	52,8	53,1	204,1	20,0	0,60	0,30	1,53	8,30
Тбилисский	47,4	52,5	154,2	19,51	0,98	0,54	1,51	8,16
Ханларский	67,4	49,1	196,4	20,41	0,50	0,25	1,52	8,20
Самаркандский	44,8	51,0	203,3	16,38	0,68	0,36	1,37	7,74
Кизлярский	102,4	57,5	132,1	18,51	0,70	0,35	1,71	8,03
Одесский	50,2	34,0	177,4	14,93	0,68	0,30	1,26	8,03
Коньяк «Четыре звездочки», крепость 41% об.								
Ереванский	66,0	59,0	204,1	17,86	0,75	0,60	1,48	8,52
Тбилисский	57,5	58,8	160,2	16,60	0,75	0,59	1,44	8,42
Кишиневский	68,3	55,2	143,2	18,1	0,65	0,43	1,55	8,45
Коньяк «Пять звездочек», крепость 42% об.								
Ереванский	60,4	53,1	243,2	16,31	0,75	0,36	1,46	8,64
Тбилисский	63,9	58,8	181,1	17,52	0,75	0,32	1,57	8,59
Самаркандский	54,6	81,1	235,2	18,03	0,83	0,42	1,57	8,27
Кизлярский	51,7	102,0	277,1	17,72	0,70	0,36	1,47	8,37
Кишиневский	59,5	57,5	292,0	17,22	0,65	0,42	1,44	8,33
Одесский	63,4	58,1	244,2	17,53	0,61	0,44	1,51	8,44

Химический состав и дегустационные оценки марочных коньяков

Марка коньяка	Завод-изготовитель	мг/л					г/л					Общий сахар, %	Дегустационная оценка, баллы
		Альдегиды	Апегали	Танины	Экстракт	Титруемые кислоты	Летучие кислоты						
КВ отборный	Ереванский	125,4	70,1	208	17,4	1,20	0,78	1,41	9,21				
КВ	Тбилисский	81,9	51,0	222	13,7	1,06	0,60	1,26	9,14				
КВ	Одесский	25,4	54,9	284	14,4	0,83	0,42	1,23	8,75				
КВ	Кизлярский	77,0	85,0	212	20,7	0,75	0,30	1,78	8,88				
КВ	Самаркандский	54,6	54,9	284	15,9	0,91	0,42	1,42	8,68				
КВВК	Одесский	64,8	95,4	294	9,6	1,20	0,36	0,69	8,88				
КВВК	Кишиневский	69,6	67,9	243	14,6	1,06	0,54	0,75	8,77				
КС	Тбилисский	89,7	47,1	243	13,7	0,90	0,54	0,88	9,35				
«Юбилейный»	Ереванский	94,6	130,2	262	17,6	1,15	0,78	1,21	9,38				
«Праздничный»	Ереванский	136,4	94,4	312	17,5	1,21	0,78	1,20	9,64				
«Букуртия»	Бельцкий	81,3	88,0	236	18,3	1,1	0,85	0,76	9,4				
«Сюрпризный»	Тираспольский	65,5	67,4	225	20,1	1,0	0,70	1,62	9,35				

диции по спирту и сахару. В случае обнаружения отклонений от стандарта вся партия коньяка подлежит сливу и поступает на доработку.

УЧЕТ ПРИ ПРИГОТОВЛЕНИИ КОНЬЯКА

Учет при приготовлении коньяка ведется по строго установленным формам: купажи коньяков оформляют купажными листами, в которых проставляют все анализируемые компоненты, входящие в состав коньяка, их количества и кондиции, а также кондиции купажной смеси по расчету и фактические — по данным лабораторного анализа. В тех случаях, когда в состав коньяка входят спирты разных лет выдержки или даже одного года выдержки, но разных эгализаций, в купажный лист обязательно заносится каждый эгализаж отдельно. Все технологические операции по изготовлению коньяков: оклейка, фильтрация, корректировка, выдержка перед розливом в бочки — заносят в журнал учета технологических операций с указанием даты их выполнения. Купажные листы и журнал учета технологических операций ведут параллельно в цехе и заводской лаборатории.

На изготовление спиртованных и экстрактивных вод также составляют купажные листы. Приготовление сиропа и колера оформляется производственными актами. Все формы технической документации подписываются начальником коньячного цеха и представителем лаборатории, утверждаются главным инженером завода. Учет бочкового коньяка ведется в подвальной книге по маркам в двух измерениях (в декалитрах): по объему и в пересчете на безводный спирт (дробь). Учет бутылочного коньяка ведется также по маркам и по емкости бутылок.

Отпускаемый для реализации коньяк сопровождают следующими документами. На бочковую отгрузку: а) спецификация с указанием номеров по порядку, вес брутто, тара и нетто каждой бочки. В конце спецификации подводится итог, выводится вес нетто всей партии коньяка, проставляется относительная плотность и количество в декалитрах; б) сертификат на каждую однородную партию (купаж), в котором указывается наименование коньяка, количество мест, количество декалит-

ров, кондиции коньяка по спирту и сахару. Необходимо указать также содержание метилового спирта, свинца и тяжелых металлов.

Сертификат и спецификации являются бланками строгой отчетности. После заполнения спецификации подписываются начальником цеха и проводником или приемщиком, сертификат — главным инженером завода и заведующим лабораторией.

Коньяк бутылочного розлива сопровождается накладной и сертификатом.

Все расчеты по бочковому коньяку бухгалтерия ведет также в двух измерениях — по объему и по содержанию безводного спирта. Потери при изготовлении коньяков списываются в пределах утвержденных норм только по результатам инвентаризации. Начисление нормативных потерь проводится по данным купажных листов и журнала учета технологических операций.

Инвентаризация коньяков и коньячных спиртов проводится только путем измерения объема продукции в замеренных емкостях, а не путем перевешивания, которое вызывает большие потери спирта и нарушает нормальный ход выдержки продукции.

ДЕГУСТАЦИЯ КОНЬЯКА

Многие компоненты содержатся в коньяке в незначительных количествах, тем не менее некоторые из них оказывают большое влияние на вкус и аромат напитка. Поэтому исчерпывающую оценку коньяка можно получить лишь на основании органолептического анализа.

При дегустации определяют в первую очередь цвет напитка и его оттенки, прозрачность и наличие посторонних веществ. Коньяк должен быть совершенно прозрачным и обладать кристалльным блеском.

Коньяк хорошего качества не должен быть слишком темным или густоокрашенным. Лучшей окраской является светло-янтарная или светло-золотистая. Коньяки Армении и Азербайджана имеют более густую окраску, подобную окраске чая средней крепости.

Нередко можно наблюдать в коньяке легкие кирпичные тона буроватого оттенка. Этот цвет появляется в результате неправильного приготовления колера (когда его сильно пережигают).

Пороком в коньяке являются также сизоватые тона, которые вызываются повышенным содержанием железа. Для исправления этого дефекта и восстановления нормальной окраски необходимо, как уже указывалось, провести обработку коньяка.

При оценке коньяков принято отмечать только их аромат, хотя этим не вполне точно определяется качество коньячных спиртов и коньяков различных возрастов.

Целесообразнее в коньячных спиртах и коньяках различать аромат и букет. В молодом коньячном спирте и в коньяках «Три звездочки» и «Четыре звездочки» доминируют первичные ароматические вещества, перешедшие из виноматериала, но после 4 лет выдержки в спиртах начинает появляться своеобразный букет. Букет выделяется в спиртах пятилетней выдержки и в коньяках «Пять звездочек», КВ, но наиболее полно он выражен в коньячных спиртах 10-летней выдержки и более старых. В них ясно выделяются смольно-ванильные тона, сочетающиеся со сложным букетом выдержки.

Пороком в аромате являются посторонние тона: масляной краски, бензина, сивушных масел, уксусноэтилового эфира, мадеры и др.

Во вкусе коньяк должен быть мягким, гармоничным, без излишней жгучести и посторонних привкусов. Как отмечает Н. Н. Простосердов, физиологический эффект хорошего коньяка заключается в ощущении приятной теплоты. Во вкусе не должны ощущаться дубильный привкус, сладковатость, привкус колера.

Большое значение для правильной оценки коньяка имеет сама техника проведения дегустации. Дегустация должна проводиться в светлом, чистом помещении с температурой около 16—18°С. При более высокой температуре притупляется вкусовая восприимчивость. Воздух в помещении должен быть чист и свободен от каких бы то ни было запахов. Температура исследуемого изделия должна быть около 16°С, так как при более низкой или высокой температуре аромат и вкус коньяка воспринимаются не точно. Так, например, теплый коньяк кажется более крепким, а при низкой — более слабым, чем на самом деле, и с недостаточно выраженным ароматом.

Дегустация коньяков должна проводиться с соблюдением возрастной последовательности спиртов, вошедших в купаж. Вначале оцениваются ординарные коньяки (три,

четыре и пять звездочек), а затем марочные (КВ, КВВК, КС, ОС и др.).

Для дегустации в большинстве случаев используют люлянообразные бокалы с крышечками или без них, изготовленные из прозрачного белого стекла. При такой форме бокалов вращательным движением удобно взбалтывать коньяк, не расплескивая его, лучше улавливается аромат. Реже применяются бокалы другой формы.

Для полной органолептической характеристики достаточно налить в бокал 30—50 мл коньяка. Бокал берут за ножку, поворачивают в несколько наклонном положении и оценивают прозрачность и цвет коньяка. Затем определяют его аромат, букет и вкус. Для того чтобы правильно оценить букет, следует ополоснуть коньяком стенки бокала и подогреть его в ладонях 5—6 мин. За это время в бокале хорошо разовьется букет и он будет настолько ясно выражен, что без затруднений можно определить его характер.

На результатах дегустации, кроме всего прочего, сказывается также величина глотка. Чем он больше, тем сильнее и более обжигающе проявляется действие спирта при одной и той же крепости коньяка. Дегустатор должен привыкнуть при оценке вкуса набирать в переднюю часть полости рта одинаковый объем коньяка — 4—5 мл. При этом сразу же фиксируется его первое вкусовое впечатление. Затем коньяк перемещают в более глубокую полость рта и удерживают там, как бы ополаскивая им рот. В этот момент ощущается крепость, сладость, полнота коньяка и тот или иной привкус. Если общее ощущение приятно, коньяк проглатывают и тогда возникают ощущения у основания языка, на небной занавеске и ее складках.

Н. Н. Простосердов отмечает, что самым важным моментом дегустации является обонятельно-вкусовой. Вдыхание ртом вызывает испарение пахучих веществ коньяка и оживляет вкусовое ощущение. Связь вкусовых и обонятельных ощущений пока недостаточно определена, но она существует и ее следует учитывать при дегустационной оценке.

При опробовании коньяка не следует брать более 10 образцов, так как длительная дегустация высокоспиртуозного и ароматичного продукта приводит к неправильным показаниям.

Как отмечает А. И. Бронштейн, при длительном соприкосновении какого-либо вкусового вещества с поверхностью ротовой полости вкус постепенно становится менее отчетливым и в конце концов опробуемое вещество может показаться совершенно безвкусным. Понижение вкусовой чувствительности говорит о вкусовой адаптации. Явление адаптации органов чувств рассматривается как результат сочетания процессов, в результате которых снижается порог ощущения исследуемой пробы.

Во время дегустации после трех-четырех образцов рекомендуется для освежения ополаскивать рот теплым чаем; иногда для удаления из полости рта остатков ароматических веществ применяется черствый белый хлеб.

Для проведения органолептического анализа и правильной характеристики исследуемого коньяка дегустатор должен обладать хорошей памятью на различные вкусы и запахи. Он должен также помнить достоинства прототипа коньяка, к которому он приравнивает вкус исследуемой пробы. Для этого необходимо постоянно тренировать свои органы вкуса и обоняния на лучших образцах коньяка. Оценка коньячных спиртов и коньяков баллами является наиболее наглядной и легко выполняемой операцией. Для этой цели принята десятибалльная система.

Следует отметить, что при дегустации спиртов в некоторых случаях разбавляют их до 30—40% об. Однако правильная оценка спиртам может быть дана и без их разбавления. В случае же проведения этой операции ее необходимо выполнять за 2—3 дня до дегустации, чтобы после введения в спирт дистиллированной воды установилось равновесие и лучше ассимилировались составные части его.

ГЛАВА IX

АППАРАТУРА ЦЕХА ОБРАБОТКИ И РОЗЛИВА КОНЬЯКА

Цех окончательной обработки коньяка имеет два отделения: купажное, в котором одновременно проводится и обработка, и отделение выдержки.

Аппаратура купажного отделения состоит из мерников, купажных емкостей с мешалками, цистерн для оклейки, насосов, фильтров, котлов для приготовления сахарного сиропа и колера, а также мелкого вспомогательного оборудования: подстав, кановок, черпаков, воронок и др.

В отделении для выдержки коньяка находятся буты, цистерны и стационарные бочки, а также насосы и трубопроводы для перекачки коньяка.

Для соблюдения точности производства в обоих отделениях аппаратура и емкости размещаются в определенной технологической последовательности (см. рис. 48).

АППАРАТУРА КУПАЖНОГО ОТДЕЛЕНИЯ

Купажные емкости (рис. 51) изготовляют из различных материалов; наибольшее распространение получили стальные эмалированные цистерны емкостью 1,5—2,5 тыс. дал, реже применяются чаны из дубовой клепки.

К купажным емкостям подведены коммуникации от мерника для спирта. В нижней части каждая емкость оборудуется сливным краном. На передней стенке имеется водомерное стекло с мерной линейкой для определения объема жидкости.

Наиболее экономичный способ быстрого и качественного размешивания составных частей коньяка — это применение одно- или двухлопастной пропеллерной мешалки, расположенной на валу электродвигателя и уста-

новленной в емкости под определенным углом. В вертикальных купажных емкостях мешалки располагают сверху или сбоку с приводом от электродвигателя через контрпривод. Мешалки любого типа покрывают оловом или кислотоупорным лаком.

По размерам купажные емкости могут быть различными. Объем их зависит от объема проводимых купажей. В купажном цехе среднего по мощности завода целесообразно иметь одну цистерну емкостью 3 тыс. дал и 2—3 цистерны по 1,5 тыс. дал. Полезная емкость цистерн принимается равной 90% от геометрической.

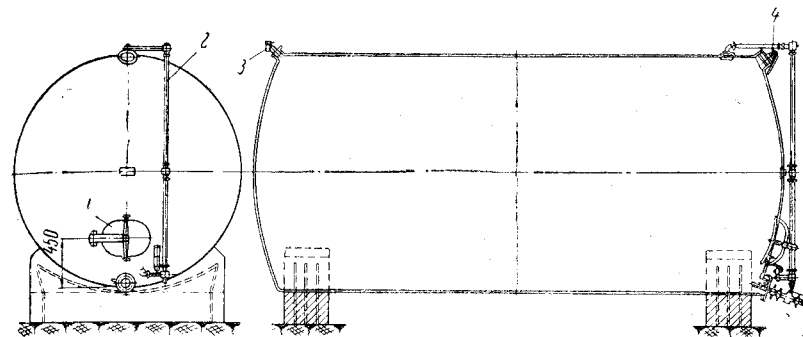


Рис. 51. Эмалированная цистерна для купажа коньяка:
1 — лаз, 2 — указатель уровня, 3 — вытяжной штуцер, 4 — арматура люка.

В последнее время металлические емкости, покрытые эмалью, с успехом применяются также для оклейки коньяка. Потери в них гораздо меньше, чем в бутах, и, кроме того, их легче мыть.

Насосы. Для перекачки коньяка из купажных емкостей на выдержку, фильтрацию или другие технологические операции применяют насосы. Наиболее широкое распространение в коньячном производстве получили поршневые и центробежные насосы.

Насосы должны обеспечить необходимую производительность и напор, равномерную подачу коньяка на фильтры и быть герметичными. Детали насосов, соприкасающиеся с коньяком, должны быть изготовлены из нержавеющей кислотоупорных сталей, бронзы или иметь защитные покрытия из пищевого олова, хрома, лаков.

Наиболее распространенный вертикальный поршневой насос Н-21 (рис. 52) состоит из следующих основных

узлов: станины 19; электродвигателя 10; шестеренчатого редуктора 4, 7; цилиндра 17 и клапанной коробки 14. Чугунная станина снабжена двумя колесами 18 и лапами 20, ручками 11. Скобы 15 предохраняют насос от опрокидывания. Электродвигатель 10 соединен с приводным валом редуктора эластичной муфтой 9.

Вращательное движение приводного вала 8 через шестеренчатые пары 4, 7 и промежуточный вал 6 передается на коленчатый вал 5 и затем с помощью камня 2 и крейцкопфа 3 преобразуется в возвратно-поступательное

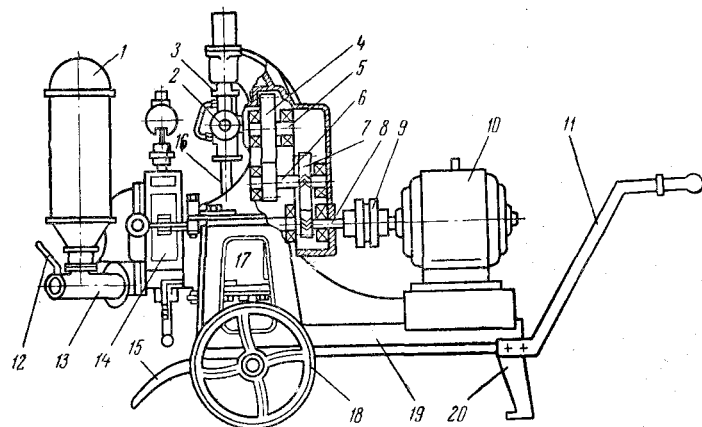


Рис. 52. Вертикальный поршневой насос Н-21.

движение штока 16 поршня. В нижней части цилиндра 17 имеется спускной краник для выпуска остатков жидкости. Цилиндр сообщается с клапанной коробкой 14, к которой крепятся всасывающий и нагнетающий патрубок 13 в виде тройника с трехходовым краном. На патрубках установлены воздушные колпаки 1. Ручкой 12 трехходового крана можно изменять направление движения жидкости на всасывание, нагнетание или отключить насос. Назначение клапанной коробки — изменять производительность и напор в зависимости от необходимости.

На клапанной коробке (рис. 53) установлен рычажный предохранительный клапан, исключающий перегрузку насоса сверх установленной. При повышении давления в нагнетательной линии и камере 9 клапан 8 приподымается и жидкость будет поступать в канал 4 и через ко-

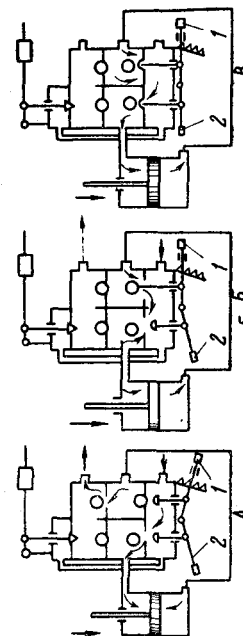
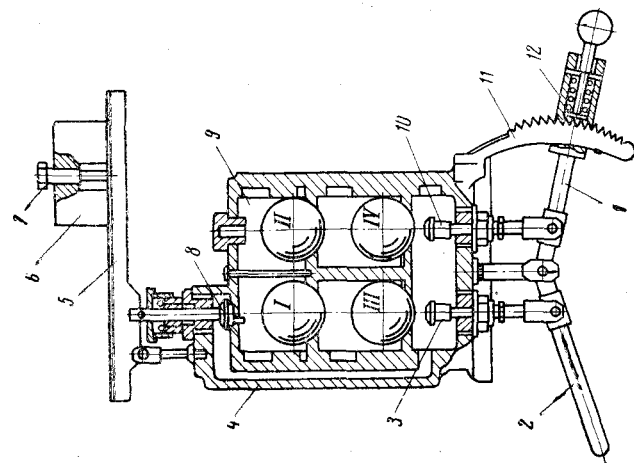


Рис. 53. Клапанная коробка (а) и схема движения жидкости в насосе (б).



робку снова в цилиндр. Максимальное давление регулируется грузом 6, перемещающимся вдоль рычага 5 и фиксируемым винтом 7. С помощью рычагов 1 и 2, шарнирно соединенных с толкателями 3 и 10, и зубчатого сектора 11 с пружинной защелкой 12 можно изменять производительность насоса. При опущенных рукоятках насос имеет максимальную производительность.

Во время движения поршня вверх (рис. 53, б) под ним создается разрежение и жидкость через всасывающий клапан IV будет засасываться в цилиндр под поршень. Над поршнем жидкость будет испытывать давление, откроет нагнетательный клапан I и поступит в нагнетательную линию. При движении поршня вниз (положение А) жидкость под поршнем, испытывая давление, откроет нагнетательный клапан II и поступит в ту же нагнетательную линию. Над поршнем создается разрежение, и жидкость, открыв всасывающий клапан III, поступает в цилиндр.

При полном подъеме рычага 1 (положение Б) толкатель откроет клапан IV и жидкость при движении поршня вниз не поднимет нагнетательного клапана II, а выйдет через отверстие открытого клапана IV и через клапан III в линию всасывания под поршень. При движении поршня вверх жидкость будет поступать так же, как и при опущенном рычаге, насос будет работать с вдвое меньшей производительностью.

Если одновременно поднять обе рукоятки рычагов 1 и 2, то подача жидкости в нагнетательную линию полностью прекратится, так как всасывающие клапаны III и IV будут полностью открыты и жидкость будет поступать из-под поршня в пространство над поршнем (положение В).

Техническая характеристика насоса Н-21

Максимальная высота нагнетания, м	20
Производительность, м ³ /ч	5—20
Мощность электродвигателя, кВт	1,7
Число двойных ходов в минуту	76,5
Ход поршня, мм	70
Диаметр, мм	
поршня	150
всасывающего и нагнетающего патрубков	48
Габариты, мм	1675×530× ×1030
Масса насоса с электродвигателем, кг	246

Так как в процессе работы насоса возможны значительные перегрузки электродвигателя, его установочную мощность принимают в 1,5—2 раза больше расчетной.

В коньячном производстве большое распространение получили также одно- или многоступенчатые передвижные центробежные насосы, смонтированные на двухколесных тележках. Представляет интерес центробежный винный насос ЦВН-10 (рис. 54). Он обладает способностью самовсасывания, имеет автоматическое регули-

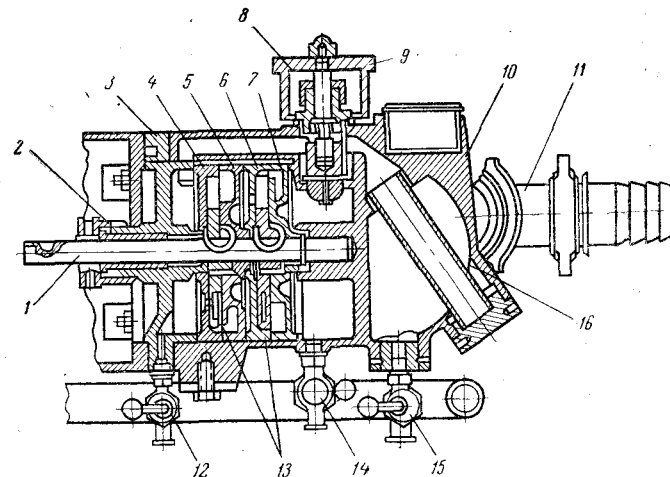


Рис. 54. Центробежный насос ЦВН-10 (разрез).

рование производительности и напора, малогабаритен. Максимальные: производительность насоса 10 м³/ч; напор 490,5 кН/м²; высота всасывания 6—7 м.

Насос состоит из корпуса 10; расположенные внутри него диски 4—7 и крыльчатка 13 насажены на вал 1, проходящий через сальники 2 и крышку 3. Производительность насоса изменяется с помощью редукционного клапана 9. Поворотом маховика 8 вправо или влево больше или меньше открывается проход между всасывающей и нагнетательной камерами и изменяется производительность насоса. Поворотом рычага, расположенного на передней части корпуса насоса, можно изменять направление движения жидкости аналогично ранее описанному принципу поршневого насоса. Для слива жидкости из

камер насоса служат краники 12, 14 и 15. Рабочим органом являются две крыльчатки 13. При их вращении в камере всасывания создается разрежение и жидкость через всасывающий патрубок и фильтр поступает к дискам. Через окно в диске 4 она поступает к лопаткам первой крыльчатки, а через окна дисков 5 и 6 нагнетается к следующей крыльчатке, которая подхватывает ее и через диск 7 подает в камеру нагнетания и оттуда — в выходной трубопровод 11.

Напор, развиваемый насосом, зависит от скорости вращения рабочего колеса и увеличивается с увеличением числа его оборотов.

Мощность, потребляемая центробежным насосом, определяется по той же формуле, что и для поршневого насоса, причем она изменяется пропорционально кубу числа оборотов рабочего колеса. Для дисковых насосов $\eta = 0,25 \div 0,35$.

Необходимо отметить ряд преимуществ центробежных насосов перед поршневыми. Они просты по устройству, что облегчает монтаж и ремонт, и малогабаритны, удобны при подаче жидкости на фильтрацию. С увеличением слоя осадка на фильтре они автоматически уменьшают подачу и одновременно повышают напор, не нарушая фильтрующего слоя. Недостатком их является необходимость заливки жидкости перед пуском и низкий к. п. д.

Поршневые насосы имеют более высокий к. п. д., обладают способностью самовсасывания, но могут применяться только для перекачивания менее засоренных жидкостей (во избежание засорения клапанов), более металлоемки при сравнительно небольшой производительности. В коньячном производстве применяются оба типа насосов.

Трубопроводы и шланги. Стационарные трубопроводы применяются металлические — из нержавеющей или обычной стали, внутри эмалированные. Широкое распространение получили также стеклянные трубы, реже — винипластовые и полиэтиленовые. Стеклянные трубопроводы крепятся хомутами с резиновыми прокладками к колоннам, стенам или потолку на кронштейнах с уклоном 0,5—1 %. Трубы соединяются пластмассовыми и стальными муфтами или металлическими фланцами (рис. 55). Между стыками труб устанавливают специальные резиновые кольца — одно Т-образного сечения и четыре —

круглого (см. рис. 55, в и г, 4 и 5). Стеклянные трубы имеют гладкую поверхность, химически стойки, прозрачны, легко моются. Недостатком их является хрупкость.

В коньячном производстве большое распространение имеют резиновые шланги. Шланги изготавливаются из пищевой резины. Для большей жесткости и лучшей работы насоса всасывающие шланги снабжаются спиральным проволочным каркасом. Они не должны иметь запаха и вкуса и быть гибкими. Чтобы избежать резинового тона

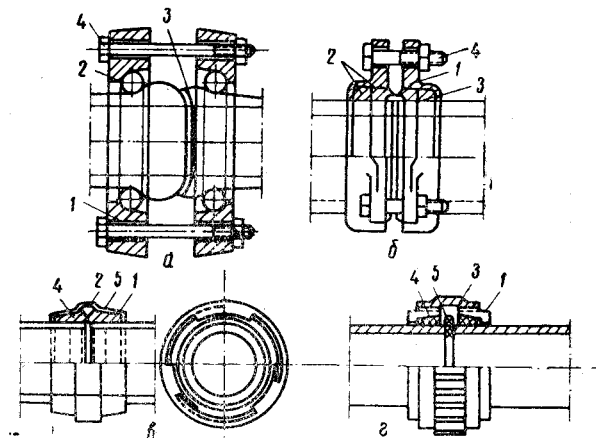


Рис. 55. Соединение стеклянных труб:

а, б — болтовые фланцевые: 1 — фланцы, 2 — резиновые кольца, 3 — прокладка для герметизации, 4 — болты; в — безболтовые фланцевые; г — со стягивающей муфтой: 1 — фланец, 2 — накидное кольцо, 3 — стягивающая муфта, 4 — резиновое кольцо, 5 — прокладка.

в коньяке при перекачке его по шлангам, необходимо перед употреблением тщательно промыть шланги содовой водой, прополоскать горячей и несколько раз холодной водой. К патрубкам насосов шланги крепятся накидными гайками или хомутами, а между собой — металлическими трубками, желательно из нержавеющей стали.

Фильтры. Фильтрация коньяка может проводиться на фильтрах разных типов. Цилиндрические намывные фильтры наиболее просты, применяются при фильтрации небольших количеств коньяка. Производительность фильтра от 10 до 25 дал/ч. Расход асбеста на одну зарядку от 40 до 100 г.

Рамные намывные фильтры Ф-4 Тбилисского машиностроительного завода и подобные ему фильтры «Геркулес» и «Гигант» — передвижные, на тележке. Производительность их зависит от размеров и может достигать 1000 дал/ч. Расход асбеста на одну зарядку от 1 до 3,5 кг.

Тканевые, камерные и другие. Наибольшее распространение получили фильтр-прессы Бердичевского машиностроительного завода «Прогресс» (рис. 56).

Фильтры имеют высокую производительность и дают хорошее качество фильтрации; по сравнению с другими фильтрами они более удобны в эксплуатации.

Устройство фильтр-пресса. Станина 1 установлена на колесах. На ней укреплены электродвигатель 8 (в взрывобезопасном исполнении), задняя упорная плита 2, передняя нажимная плита 3 и промежуточные плиты 4. Боковыми приливами они опираются на два горизонтально установленных стержня 5. Плиты изготовлены из силумина и покрыты лаком. Нажимная плита 3 перемещается с помощью винта 9 и штурвала 10. Зажимают плиты 4, пользуясь рычагом 11. Каждая плита имеет по два фасонных прилива с круглыми отверстиями. Приливы четных плит расположены с одной стороны, нечетных — с другой. Этими приливами создаются два канала, которые соединены с пустотами, образованными каждой парой плит. Фильтрующие асбоцеллюлозные пластины размещаются между плитами и делят пустоты между ними на два отсека. Коньяк из одного отсека проходит через фильтрующую пластину и выходит в другой отсек уже осветленным. Центробежным насосом 6 коньяк подается в нагнетательный канал 7, а оттуда — в каналы четных плит, под напором проходит через фильтрующие пластины, собирается в каналах нечетных плит и выходит из фильтра.

В коньячном производстве применяются фильтр-прессы завода «Прогресс» двух размеров с плитами 315×315 мм и 600×600 мм и фильтрующей поверхностью от 4 до 22 м². Производительность фильтр-пресса зависит от числа рам и фильтрующих пластин между ними. Фильтрующие пластины из асбоцеллюлозной массы соответствуют по размерам плитам и имеют толщину 1,6—2 мм. В состав фильтрующих пластин входит асбест, целлюлоза и диатомит. В зависимости от условий филь-

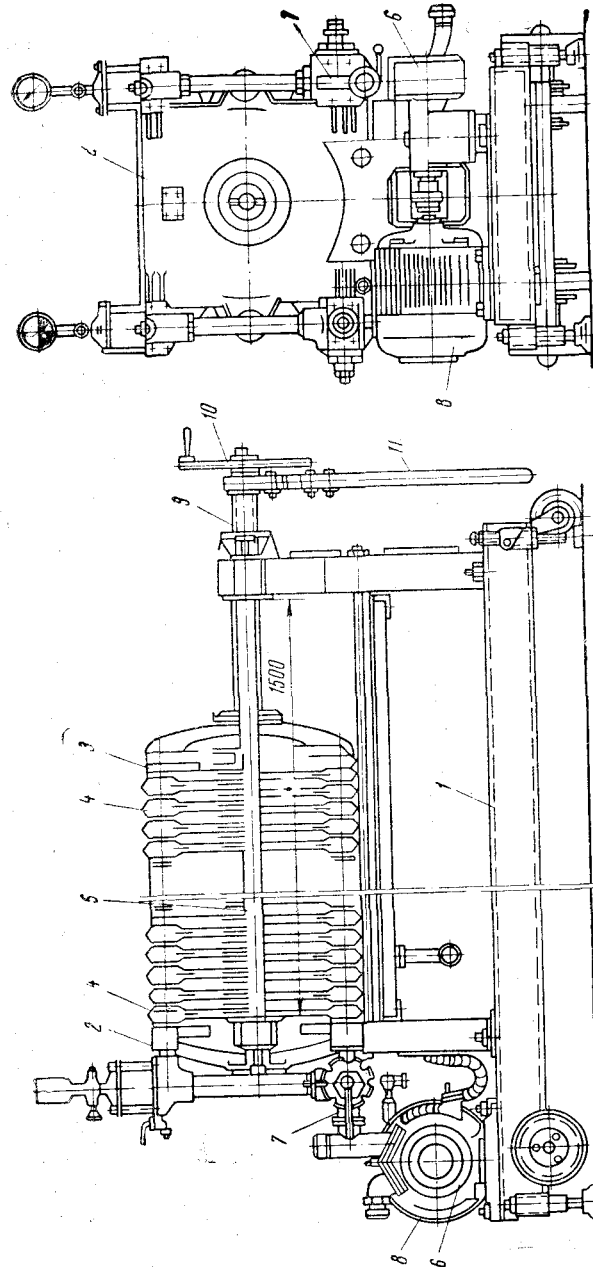


Рис. 56. Фильтр-пресс завода «Прогресс».

рации сорта изделия применяются разные композиции состава фильтрующих пластин. Пластины устанавливаются таким образом, чтобы шероховатая сторона их была обращена к фильтруемой мутной жидкости.

Схема прохождения фильтруемой жидкости через фильтр-пресс видна из рис. 57. Входной штуцер для нефильтрованного коньяка и выходной для фильтрованного помещают на задней опорной плите. Фильтр оборудован смотровыми стеклами, манометрами, кранами.

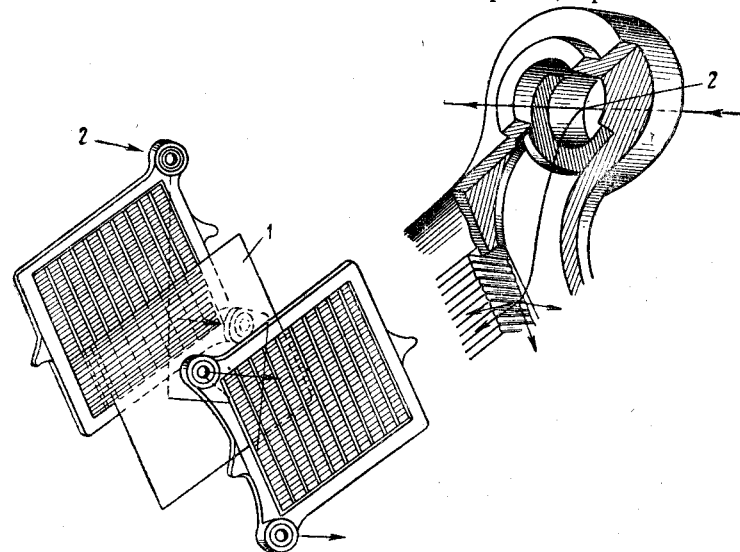


Рис. 57. Схема прохождения фильтруемой жидкости через фильтр-пресс.

Перед фильтрацией проводят зарядку и сборку фильтра. Между рамами прокладывают пластины и после набора всех рам сжимают их винтом. После этого открывают вентиль и насосом подают коньяк, который заполняет ходы пластин. Через смотровой фонарь следят за прозрачностью коньяка и в зависимости от этого изменяют степень открытия выходного вентиля. Избыточное давление при фильтрации поддерживают на уровне 2—3 атм. При увеличении давления более чем до 3,5 атм фильтрацию прекращают и проводят перезарядку фильтр-пресса. Из отработавших плит извлекают коньяк промывкой водой или выпариванием.

Перед розливом коньяк подвергают контрольной фильтрации с целью освобождения его от случайных примесей, которые могут попасть из коммуникаций, идущих от сборников готовой продукции.

Для контрольной фильтрации применяют мешочные и асбестовые фильтры. Наиболее простым и распространенным является мешочный фильтр, который устанавливается на кронштейне, как правило, в непосредственной близости от автомата розлива, на высоте, позволяющей обслуживать его непосредственно с пола.

Мешочный фильтр (рис. 58) состоит из медного, внутри луженного, или из нержавеющей стали цилиндрического корпуса 1 с крышкой 2, которая плотно соединяется с фланцем корпуса при помощи откидных болтов с барашками 3. Для уплотнения крышки служит резиновая прокладка 4. К крышке приварены два обруча 5 с буртиком, к которым при помощи шнура плотно подвешиваются два фильтровальных мешка 6 из фланели и шелка. Коньяк входит через верхний штуцер 8, а выходит через нижний 9. Воздушник 7 служит для спуска воздуха при заполнении фильтра. Мешочные фильтры изготавливаются разных размеров. Обычно при диаметре фильтра 300 мм и высоте 700 мм его производительность составляет 150—200 дал/ч. Перезарядка фильтра проводится один раз в смену.

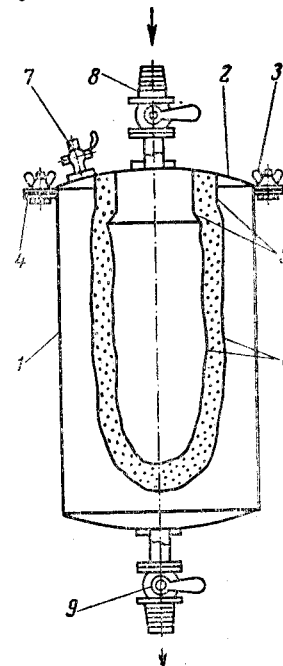


Рис. 58. Мешочный фильтр.

Сироповарочные котлы для приготовления сахарного сиропа горячим способом изготавливаются типовыми с полезным объемом 350 и 680 л. Сироповарочный котел (рис. 59) состоит из цилиндрической обечайки и сферического днища, снабженного паровой рубашкой.

Обечайку и сферическое днище изготавливают из листовой меди толщиной 4 мм, с внутренней стороны покрытой оловом, а паровую рубашку — из листовой стали толщиной 5 мм. Диаметр обечайки относится к ее высоте, как 1,3:1.

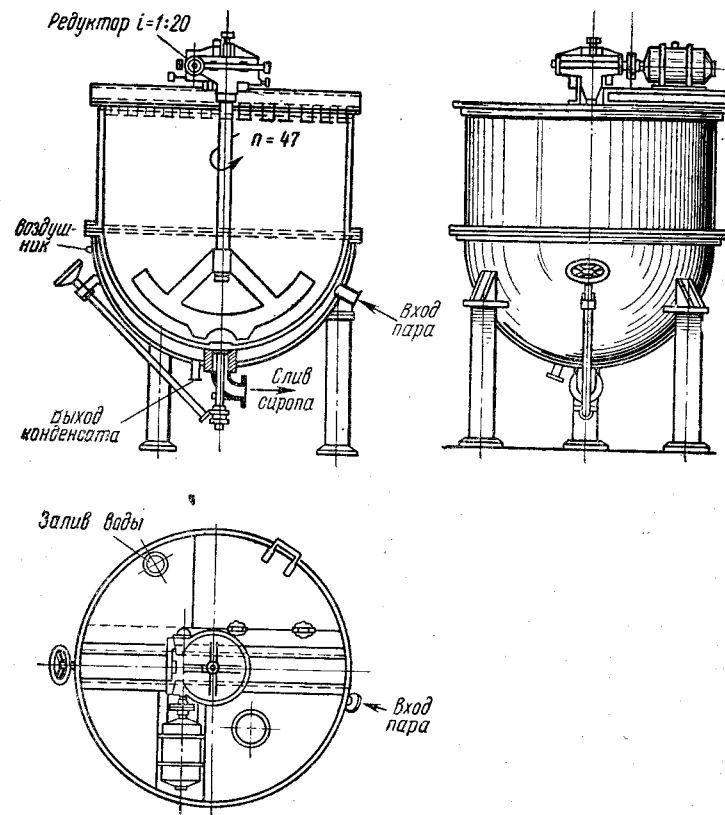


Рис. 59. Сироповарочный котел.

На крышке установлены редуктор, электродвигатель и створка на петлях, служащая для наблюдения за варкой и удаления пены. Котел снабжен якорной мешалкой и следующей арматурой и гарнитурой: манометром, клапаном для спуска сиропа, штуцерами для подвода пара и для отвода конденсата, паровоздушным краном, штурвалом для открывания и закрывания спускного клапана.

Котел устанавливается на трех колонках-трубах диаметром 75 мм.

Техническая характеристика сироповарочных котлов

	Котел емкостью, л	
	350	680
Полная емкость, л	512	970
Общая высота, мм	1500	1962
Диаметр, мм	850	1200
Поверхность нагрева, м ²	0,91	2
Избыточное давление пара, ат	2	2
Расход пара на варку, кг	70	145
Мощность электродвигателя, кВт	0,85	0,85
Передающее число редуктора	1:20	1:20
Число оборотов мешалки в минуту	47	47
Масса котла, кг	300	1500

Приготавливают сироп следующим образом. В котел набирают воду, пускают в ход мешалку, открывают вентиль входа пара, поддерживая избыточное давление 3 атм, нагревают воду до 55—60° С. Из расположенного над котлом бункера или другим способом засыпают сахар. После растворения сахара массу доводят до кипения, снимая с поверхности шумовкой пену, после чего прекращают подачу пара и останавливают мешалку. Открывают спускной клапан, пропускают сироп через ловушку и насосом перекачивают в бак с холодильником или без него.

Примерный оборот сироповарочного котла (мин):

Набор воды	5
Нагревание воды	30
Загрузка сахара	5
Нагрев до кипения	25
Перекачивание	10
Мойка котла	5
Итого	80

Для приготовления колера применяют колероварочные котлы с огневым или электрическим обогревом. Колероварочный котел с электрическим обогревом (рис. 60) состоит из наружного металлического кожуха 1, покрытого наружной асбестовой листовой изоляцией 2 и внутренней волокнистой асбестовой изоляцией 3; внутреннего кожуха 4 с внутренней листовой изоляцией 5

и ванны-тигеля 6. В пространстве под тиглем на роликах установлен нагревательный элемент 7. Котел при помощи полуосей 8 укреплен на стойке 9. Поворачивают котел при помощи ручного привода, состоящего из штурвала 10 с рукояткой и шестернями 11 и 12.

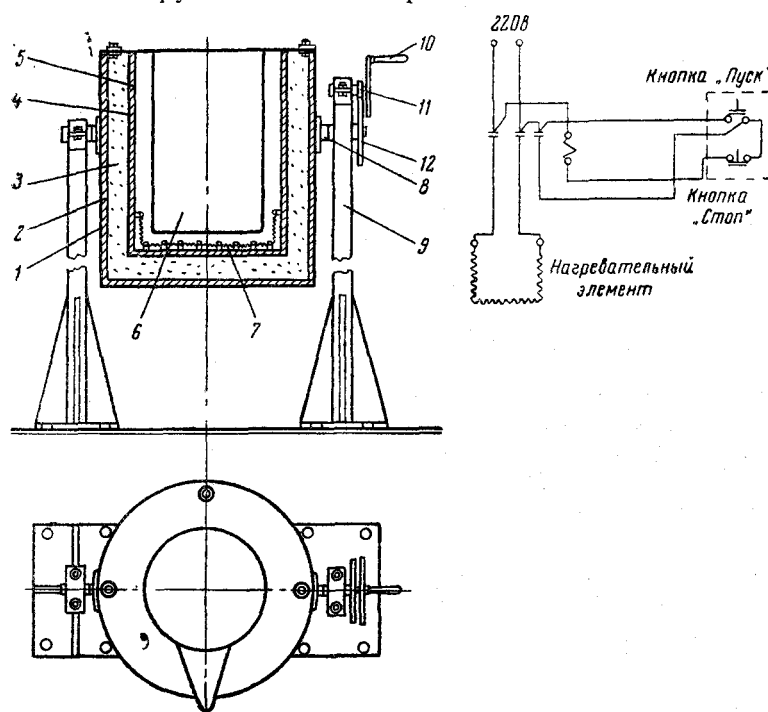


Рис. 60. Колероварочный котел.

Чтобы предотвратить разбрызгивание и вспучивание сахарной массы, котел заполняют на 30—50% емкости.

При нагревании колера более чем до 170—190°С происходит частичное разложение сахара с выделением удушливых газов, которые необходимо удалять при помощи вентилятора.

АППАРАТУРА ЦЕХА РОЗЛИВА КОНЬЯКА

Коньяк разливают в бутылки емкостью 0,5 л, а на некоторых заводах в небольшом количестве (для суве-

ниров) в бутылочки коньячного образца емкостью 0,1 и 0,05 л.

Основная масса бутылок (70—80%) поступает на заводы из торговой сети (так называемая оборотная тара) и только 30—20% поставляют стекольные заводы.

Прием и предварительная подготовка оборотной и новой посуды проводится в посудном цехе, который желательно располагать в непосредственной близости от цеха розлива.

В зависимости от объема производства и розлива коньяка организуется посудно-тарное хозяйство с системой приема и учета оборотной и новой посуды, ее хранения, подготовки и подачи на производство, изготовления и ремонта ящиков.

От правильной организации посудно-тарного хозяйства, от качества работы по приемке, хранению, предварительной подготовке посуды и ящиков, их хранения и транспортировки зависит успешная работа моечно-разливочного цеха и экспедиции готовой продукции.

Организация приемки и предварительной подготовки посуды на заводах осуществляется по-разному, в зависимости от местных условий и сложившейся практики.

Процесс приемки ящиков с посудой заключается в определении количества бутылок, проверке их целостности, отсутствия щербин или других повреждений, а также наличия особо загрязненных бутылок. Определение количества бутылок проводится по количеству ящиков с учетом их заполнения, за вычетом порожних гнезд и бутылок, не подлежащих приему из-за каких-либо дефектов.

Принятая посуда направляется на производство или хранение, особо загрязненная — на предварительную мойку.

На заводах, имеющих несколько линий розлива коньяка, целесообразно организовать прием, хранение, подготовку и транспортировку оборотной и новой посуды в цех розлива по образцу Ленинградского ликеро-водочного завода, где эти процессы механизированы.

Линия розлива коньяка. Розлив коньяка в бутылки 0,5 л проводится на линии, оборудованной машинами, автоматами и транспортирующими устройствами для подачи ящиков и посуды, а также технологическими кон-

вейерами, связывающими автоматы, и выходными конвейерами для ящиков с готовой продукцией.

Современная линия розлива коньяка состоит из: автоматов для выемки бутылок из ящиков; бутылкомоечной машины; автомата розлива; автоматов укупорки; механизма для переворачивания бутылок с целью бракеража; этикетировочного автомата; автомата укладки бутылок в ящики; транспортирующих устройств.

Компоновка оборудования линии в зависимости от производственных условий, санитарно-технических и эстетических требований может быть в одноэтажном или двухэтажном расположении. При любой компоновке моечное отделение должно быть отделено от разливного.

При двухэтажном расположении оборудования на первом этаже находятся автоматы выемки бутылок из ящиков, бутылкомоечные машины, автоматы для укладки бутылок с готовой продукцией в ящики; на втором этаже — автоматы розлива, укупорки и оформления готовой продукции.

При такой компоновке в отделении розлива отсутствуют ящики и транспортирующие устройства для них. Межэтажная транспортировка бутылок (порожних и с готовой продукцией) проводится наклонными элеваторами. Создаются лучшие санитарно-технические и эстетические условия для розлива высококачественной продукции.

В коньячном производстве оборудование линии розлива коньяка комплектуется обычно на одном этаже (рис. 61).

Мойка бутылок перед их заполнением коньяком — ответственный технологический процесс подготовки их к розливу. От качества мойки зависит работа линии розлива, ее производительность, потери и другие излишние издержки производства.

Оборотные бутылки имеют различные загрязнения внутри: остатки вина, коньяка, состоящие из сахара, экстрактивных веществ, органических кислот, а снаружи — этикетки, остатки вискозы и др. Степень загрязнения бутылок зависит от продолжительности и условий хранения и транспортировки.

Новые бутылки загрязнены меньше, но также имеют

внутри стеклянную и обычную пыль, кусочки упаковочных материалов, соломы, стружки.

К современным бутылкомоечным машинам предъявляются требования: обеспечить заданную производительность при возможно меньших габаритах, хорошее качество мойки, механизацию и автоматизацию процесса мойки, надежность работы, простоту эксплуатации, улучшение условий труда и санитарно-технического состояния моечных цехов.

Мойка бутылок проводится на бутылкомоечных машинах. На коньячных заводах находятся в эксплуатации бутылкомоечные машины разных конструкций и производительности.

Машины БМ — отменно-шприцевальные, с ершами и щетками, ротационные, ручные. Производительность их до 2 тыс. бутылок в час. Применяются для мойки посуды в полумеханизированных линиях малой производительности, а также для предварительной мойки особо загрязненной посуды.

Бутылкомоечные машины ГАБ, АМЕ-3 — отменно-шприцевальные, цепные, с периодическим движением рабочих органов, полуавтоматические, производительностью 3—6 тыс. бутылок в час.

Бутылкомоечные машины АММ-6 и АМ2М-6 отменно-шприцевальные, цепные, с пе-

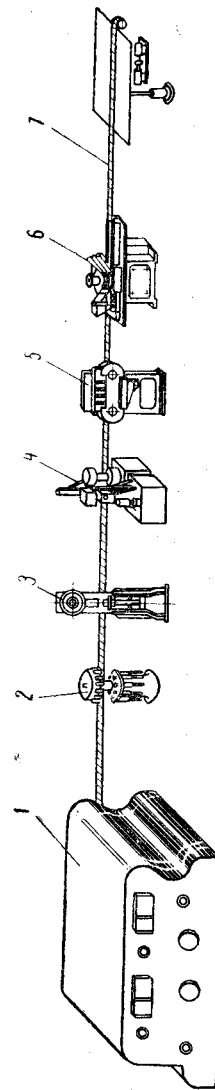


Рис. 61. Линия розлива коньяка:

1 — бутылкомоечная машина; 2 — автомат розлива; 3 — автомат укупорки; 4 — штаповочно-укупорочный автомат (алюминиевый колпачком); 5 — автомат для переворачивания бутылок с целью бракеража; 6 — этикетировочный автомат; 7 — пластинчатый конвейер.

риодическим движением рабочих органов, автоматические, производительностью 6 тыс. бутылок в час.

Возросшие требования к производительности, качеству мойки и культуре производства приводят к замене устаревших машин более совершенными. В этих условиях машины БМ могут использоваться лишь для предварительной мойки особо загрязненной посуды. Эти машины в зависимости от местных условий можно устанавливать в посудных цехах или в моечных отделениях, близко от бутылкомоечных машин, чтобы предварительно промытую в них посуду передавать на бутылкомоечные машины.

Из современных бутылкомоечных машин, выпускаемых отечественными машиностроительными заводами, для линий розлива коньяка представляют интерес машины АММ-6 и АМ2М-6, выпускаемые Мелитопольским машиностроительным заводом им. Воровского. Эти машины по производительности и качеству мойки перспективны. Они обеспечивают выпуск коньяка с линии (с учетом коэффициента использования оборудования $\approx 0,85$) 2 тыс. дал в смену.

Бутылкомоечная машина АММ-6 (рис. 62) двухванная, цепная, отмочно-штрицевальная, периодического действия (шаговая). Основные узлы машины: конвейер подачи посуды 1; стол автоматической загрузки бутылок 2; узел предварительного обмыва 3; носители 6; щелочные ванны 12, 15, 16; устройства для внутреннего шприцевания 7, 8, 9 и наружного 10, 13, 17; стол автоматической выгрузки бутылок 5; подогреватели 18; отборник этикеток 19.

Работа машины. Бутылки по конвейеру 1 поступают на автоматический стол загрузки 2, где орошаются и частично заполняются теплой отработавшей водой с температурой 30—40°С для удаления наружных, легко смываемых загрязнений и подогрева бутылок. Две непрерывно движущиеся планки 4 захватывают ряд бутылок и по горке стола заталкивают их в носители во время цикла выстоя главной цепи конвейера. Перед входом в первую ванну 16 из бутылок выливается вода, попавшая в процессе орошения; одновременно бутылки обмываются снаружи из коллектора 17 отработавшей водой с температурой 20—25°С. Первая ванна заполнена щелочным раствором каустической соды концентрацией 1—

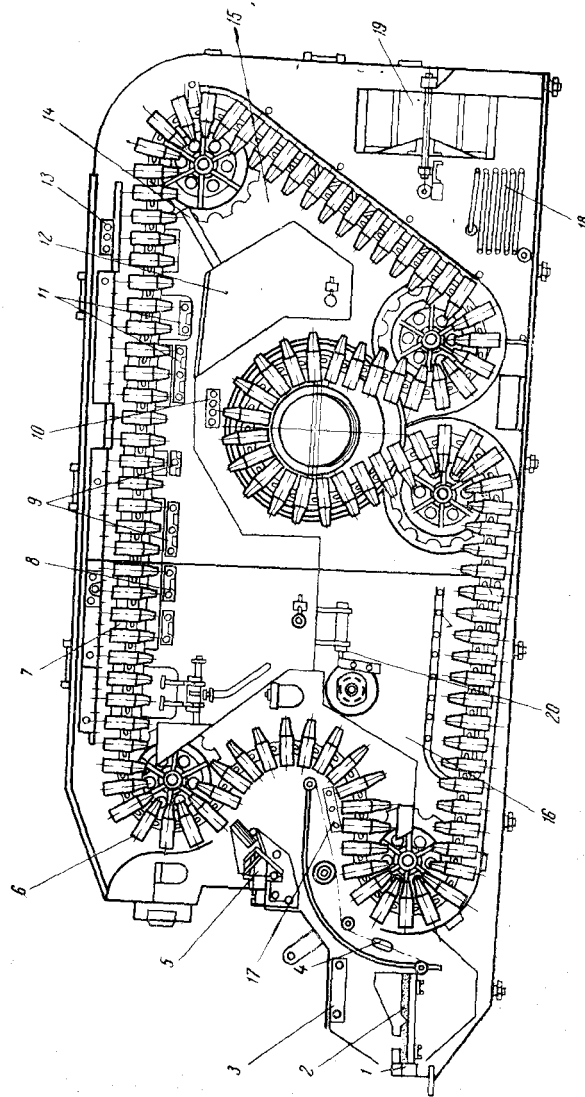


Рис. 62. Бутылкомоечная машина АММ-6.

1,5%, имеющим температуру 45—50° С. При переходе во вторую ванну бутылки подвергаются активному наружному шприцеванию из коллектора 10 для смыва этикеток.

После прохождения второй ванны, температура раствора в которой 70—75° С при той же концентрации щелочи, бутылки проходят наклонную часть конвейера, где дополнительно обмываются раствором, сливающимся из бутылок при переходе на горизонтальный участок. На этом участке бутылки снаружи обмываются из коллектора 13, с них смываются остатки этикеток, которые попадают на наклонный лист 14 и направляются во вторую отмочную ванну. Далее бутылки подвергаются шприцеванию и наружному обмыву горячей щелочью, подогретой водой и водопроводной холодной водой на позициях 11, 9, 8, 7 с соблюдением допустимых перепадов температур. Автоматический стол разгрузки 5 подает бутылки на конвейер розлива. Водно-щелочные растворы подогреваются трубчатыми подогревателями 18. Для экономии водопроводной воды клапан 20 открывают для подачи воды только во время выстой носителей.

Этикетки в первой ванне сбиваются струями и по лотку направляются в барабан этикетотборника 19. Насос второй отмочной ванны засасывает щелочной раствор через сетку этикетотборника. При вращении барабана этикетки выносятся из раствора и струей воздуха выбрасываются в лоток, который периодически очищается.

Техническая характеристика машины АММ-6

Производительность, бутылок в час	
максимальная	7500
минимальная	6200
Продолжительность кинематического цикла, сек,	
при максимальной производительности	7,7
Предварительная обработка бутылок водой, сек	51,2
Суммарное время щелочной отмочки, мин — сек	6—08
Продолжительность щелочного шприцевания, сек	44,8
То же, наружного обмыва, мин — сек	1—08
Суммарное время шприцевания водой, мин — сек	1—18
Суммарная мощность установленных электродвигателей, кВт	17
Габариты, м	
длина	6,0
ширина корпуса	1,72

ширина общая	2,37
высота	2,6
Масса без бутылок, т	9,0

Применение повышенного температурного режима с перепадами в 20—25 град, увеличенных параметров отмочки и шприцевания обеспечивает при правильной эксплуатации машины хорошее качество мойки.

В машине АМ2М-6 усовершенствованы некоторые узлы, в том числе предусмотрен ввод шприцев внутрь бутылок на операции окончательного шприцевания, лучше отработана система сбива и отбора этикеток и др.

Технологический режим мойки бутылок. Многолетними исследованиями технологического процесса мойки бутылок на экспериментальных установках и бутылкомоечных машинах отмочно-шприцевального типа установлено, что качество мойки бутылок зависит от температуры водно-щелочных растворов, концентрации щелочи в них, продолжительности воздействия этих растворов и режима гидродинамического воздействия. Температура, продолжительность воздействия и концентрация щелочи в моющих растворах функционально взаимосвязаны, причем наиболее решающим фактором является температура, с повышением которой качество мойки значительно улучшается. Температура может быть доведена до 80—90° С при условии соблюдения температурного перепада при нагревании в 40—45 град и до 30 град при охлаждении.

Важным и эффективным фактором в процессе мойки является гидродинамическое воздействие — шприцевание. Увеличение напора, диаметра насадков, ввод шприцев на стадии окончательного шприцевания значительно улучшают качество мойки бутылок.

Разливочные машины. Розлив коньяка в зависимости от объема производства осуществляется на автоматах, полумеханизированных и реже ручных машинах.

В течение многих лет в пищевой промышленности розлив пищевых жидкостей производился на автоматах системы П. И. Жукова. На многих заводах эти автоматы модернизированы и работают в настоящее время. Принцип работы автомата следующий. На вертикальном валу (рис. 63) вращается стол 1 и резервуар 2, в который по трубе поступает коньяк. На столе по окружности расположены 12 цилиндров с площадками 3 для установки

и подъема бутылок. На резервуаре закреплены 12 дозаторов кранового типа, к которым подаются бутылки для наполнения. Автомат монтируется в линии розлива —

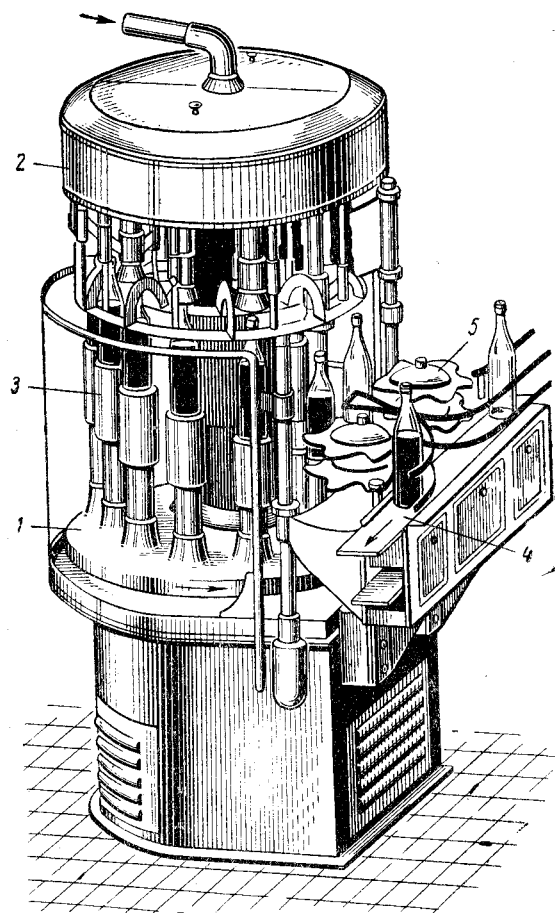


Рис. 63. Разливочный автомат системы П. И. Жукова.

конвейера 4. Подача бутылок на автомат для наполнения и вывод их из автомата осуществляется двумя звездочками 5, изготовленными из толстой резины, движение которых синхронизировано с движением стола так, чтобы бутылки устанавливались точно на площадки ци-

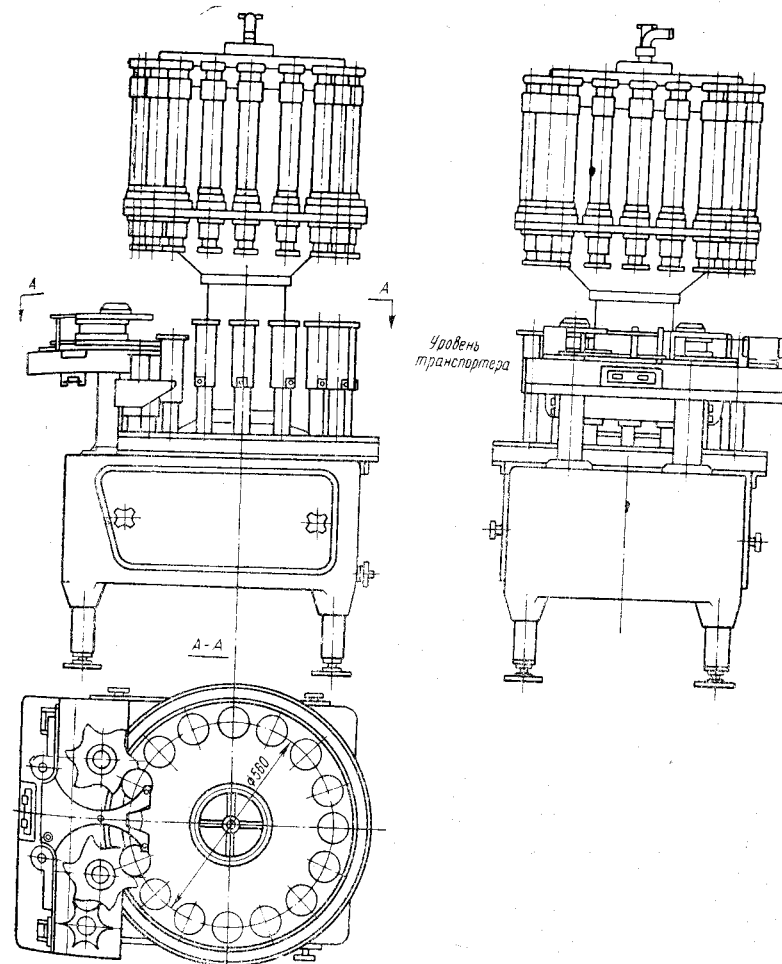


Рис. 64. Разливочный автомат ВАР-6.

линдров. Все операции по розливу выполняются за цикл машины — один оборот.

В нижней части машины размещен привод, состоящий из электродвигателя, червячного редуктора и фрикционной муфты. Производительность автомата 3000 бутылок в час.

На многих заводах работают автоматы розлива системы ВАР-6 (рис. 64) клапанного типа.

Автомат предназначен для розлива в посуду емкостью 0,75; 0,5 и 0,25 л. Производительность его для бутылок емкостью 0,5 л — 6000 бутылок в час.

Автомат состоит из расходного резервуара, уровень жидкости в котором поддерживается поплавковым устройством. На внешней стороне резервуара расположены два указателя уровня, спускной кран, специальная гайка для регулирования по высоте положения поплавка в резервуаре. В дно резервуара вставлены 16 клапанных дозаторов, располагающихся с внешней стороны резервуара. Резервуар вместе с поплавковым устройством и дозаторами установлен на телескопической стойке. Нижний конец стойки закреплен в карусели, на которой соосно с дозаторами смонтированы 16 подъемных столиков.

Автомат работает следующим образом. Бутылки, двигаясь по магистральному транспортеру, подходят к дистанционному механизму, который передает их по одной загрузочной звездочке, устанавливающей бутылки на вращающиеся вместе с каруселью подъемные столики. Поднимаясь, столики подводят их к дозаторам. Бутылка, упираясь в центрирующую обойму дозатора, закрывает отсекающий клапан, изолируя медный стакан дозатора от резервуара.

Продолжая подниматься, бутылка открывает сливной клапан, и жидкость, находящаяся в дозаторе, сливается в бутылку, стекая по ее стенкам.

После этого подъемный столик опускается, заполненная жидкостью бутылка разгрузочной звездочкой снимается с него и передается на конвейер.

В настоящее время на некоторых заводах работают автоматы розлива системы ВАР с усовершенствованными отдельными узлами.

К разливающим автоматам всех систем предъявляются следующие требования: обеспечение производитель-

ности с соблюдением стабильности и точности дозировки при розливе, предусмотренной ГОСТом; отсутствие каплежа в процессе работы и остановок; минимальной аэрации разливаемой жидкости; изготовление узлов, соприкасающихся с продуктом, из кислотостойких материалов во избежание изменения органолептических свойств (вкуса, аромата, цвета) изделий.

Теоретическая производительность любого ротационного разливающего автомата определяется по формуле

$$Q = 60nz \text{ бутылок в час,}$$

где n — число оборотов ротора в минуту;

z — число дозирующих устройств.

При известных Q и z число оборотов автомата $n = \frac{Q}{60z}$; а длительность оборота ротора $\tau = \frac{1}{60n} = \frac{60z}{Q}$ минут.

Укупорочные машины. Бутылки с коньяком укупоривают различными материалами. Наиболее распространенные из них — это алюминиевые колпачки, полиэтиленовые капсулы для внутренней укупорки и вискозные колпачки для наружной; комбинированные полиэтиленовые пробки для одновременной укупорки как внутри, так и снаружи. В крайне ограниченном количестве применяется корковая пробка.

В зависимости от вида укупорочных материалов применяются те или иные укупорочные машины.

В приведенной выше схеме поточно-механизированной линии розлива коньяка (см. рис. 61) установлены последовательно два автомата — универсальный укупорочный автомат типа УАЗ и штампочно-укупорочный автомат ШУА.

При такой установке машин процесс укупорки полностью механизирован. Так, в бункер автомата УАЗ подаются полиэтиленовые капсулы, они сепарируются и попадают в определенном положении в капсулепровод, надеваются на горло бутылок и автомат укупоривает ими бутылки. Далее бутылки поступают на автомат ШУА, который выполняет наружную укупорку алюминиевыми колпачками. Этот способ удачно применен на Ленинградском заводе треста «Аралат». Основное требование, предъявляемое к укупорке, — герметичность и целостность ее — при этом полностью обеспечиваются.

Универсальный укупорочный автомат УАЗ конструкции Ленинградского ликеро-водочного завода (рис. 65) имеет станину 1, на которой закреплен стол загрузки. Движение шагомера-отсекателя 2 и подающей звездочки 3, передвигающих бутылки, синхронизировано. Площадка на подъемном штоке 4 поднимает бутылки под центрирующий конус укупорочного патрона 7. В нижней ча-

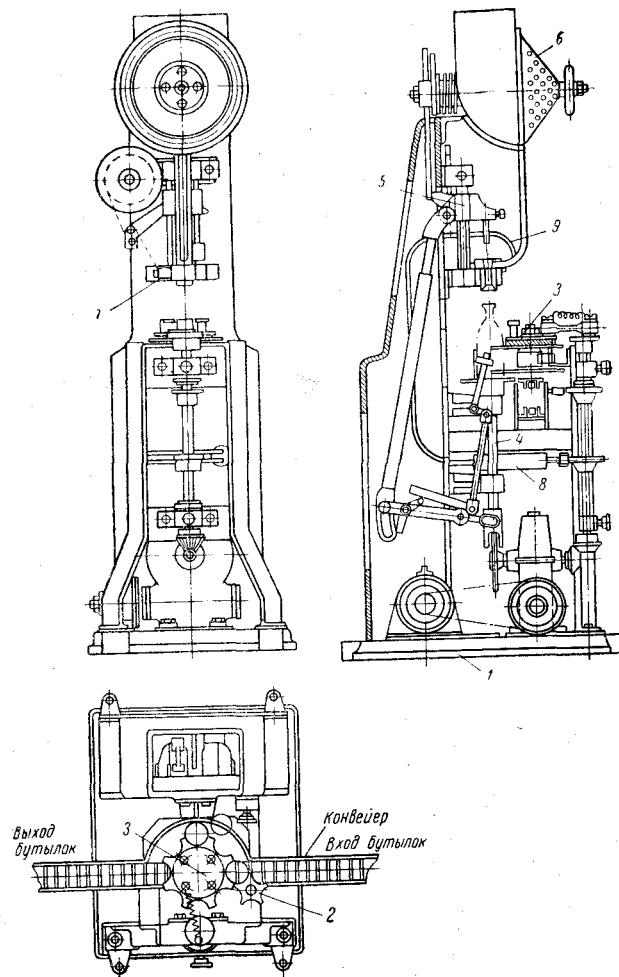


Рис. 65. Универсальный укупорочный автомат УАЗ.

сти станины вмонтирован электропривод, от которого получают движение все механизмы автомата. Действие укупорочного механизма 5 заблокировано с работой загрузочной звездочки с таким расчетом, чтобы при отсутствии бутылки под патроном укупорочный механизм не работал. Бункер-сепаратор 6 подает под укупорочный боек капсюль или пробку. Поршневой компрессор 8 нагнетает воздух в воздухопровод для засыпки капсюля или пробки в укупорочный патрон под боек. Производительность укупорочного автомата 3000 бутылок в час. Мощность электродвигателя 0,75 кВт.

Штамповочно-укупорочный автомат ШУА (рис. 66) состоит из двух частей. 1) автомата, штампующего колпачки из алюминиевой ленты и комплектующего их прокладками; 2) укупорочного автомата, который накладывает колпачки на горла бутылок и обкатывает их. Колпачки из автомата штамповки поступают в автомат укупорки по капсюлепроводу.

Материалом для изготовления колпачков служит алюминиевая фольга марки ФГ, ГОСТ 745—62, шириной 44 и толщиной 0,2 мм.

Автомат ШУА состоит из следующих основных частей: штамповочного автомата (ША) на столе станины 1 и штампа 2, механизма подачи ленты из рулона 3, бункера прокладок 4, трубки для подачи прокладок 5, компрессора 6, элеватора для капсюлей 7, капсюлепровода 8 и маховика для ручного поворота 9.

Укупорочный автомат (УА) состоит из стола-карусели с площадками 10; головки 11 с 10-ю обкаточными патронами 12, механизма надевания колпачка 13, загрузочной звездочки 14 и разгрузочной 15.

Штамповочно-укупорочный агрегат работает следующим образом. Из рулона алюминиевая лента механизмом протяжки подается под пуансон штампа 2. Отштампованные колпачки поступают на ротационную шаговую розетку, которая подводит их под трубки с прокладками. Прокладки из бункера 4 с помощью вибратора заполняют трубки и затем заталкиваются в колпачки. Укомплектованные колпачки сдуваются воздухом, подаваемым компрессором 6, в элеватор 7, поднимаются цепочкой и переходят в капсюлепровод 8. С помощью специального приспособления колпачки на выходе из капсюлепровода надеваются на горлышки проходящих бутылок и закреп-

ляются. Звездочка 14 подает бутылки под обкаточные патроны 12, которые плотно обжимают их. Звездочкой 15 укупоренные бутылки выводятся на конвейер.

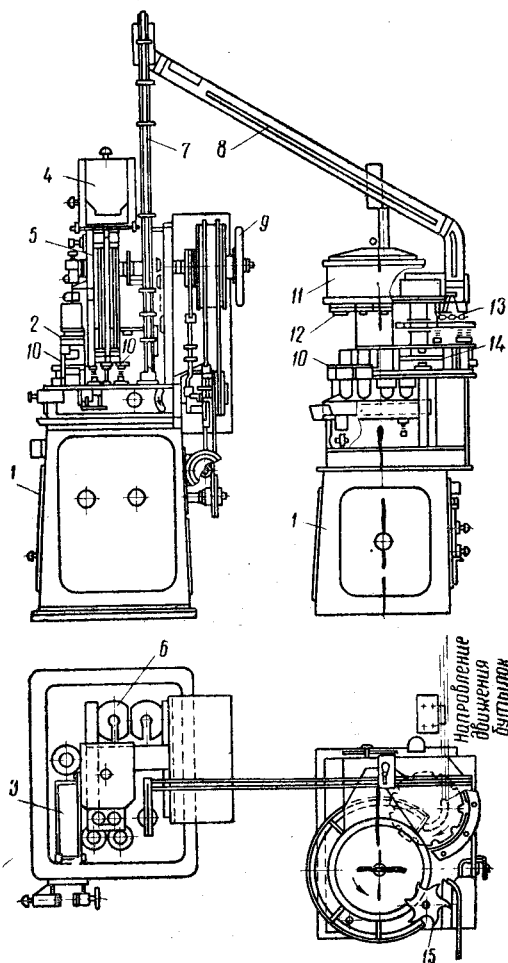


Рис. 66. Штамповочно-укупорочный агрегат ШУА.

Производительность штамповочно-укупорочного агрегата достигает 7—9 тыс. бутылок в час. Суммарная мощность электродвигателей 1,2 кВт.

Габариты, мм	ША	УА
длина	1020	850
ширина	860	710
высота	2450	1660
Масса, кг	800	700

Машины для бракеража готовых изделий. После укупорки бутылки с коньяком подвергаются визуальной проверке. В прошлом эта тяжелая физическая работа выполнялась вручную с поднятием бутылок перед экраном. В настоящее время на заводах работают два типа машин для переворачивания бутылок перед световым экраном.

Бракеражный автомат АБ для переворачивания бутылок системы С. И. Бартенева завода «Идеал» (рис. 67) дисковый, позиционный.

Работает автомат следующим образом. Трехзубчатая звездочка 1 принимает с конвейера и за один оборот направляет четыре бутылки емкостью 0,5 л к толкателю. С помощью системы рычагов толкатель плавно сдвигает их с ленты конвейера на площадку нижнего окна рабочего диска. Затем диск 2 с бутылками поворачивается на 180° и останавливается на 3—4 сек перед световым экраном 3 (источником света в нем являются три люминесцентные лампы). В период остановки браковщица просматривает содержимое бутылок, внешнюю чистоту и качество укупорки. В это же время ранее просмотр-

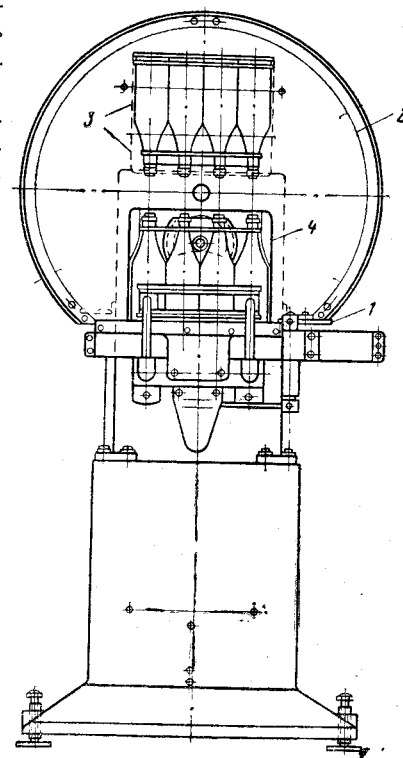


Рис. 67. Автомат для бракеража системы С. И. Бартенева.

ренные бутылки из нижнего окна 4 сдвигаются толкателем на ленту конвейера, после чего звездочка 1 подает к толкателю очередные четыре бутылки и цикл повторяется. Просмотренные и вновь поступающие бутылки разделяются кареткой с оградителем, благодаря чему

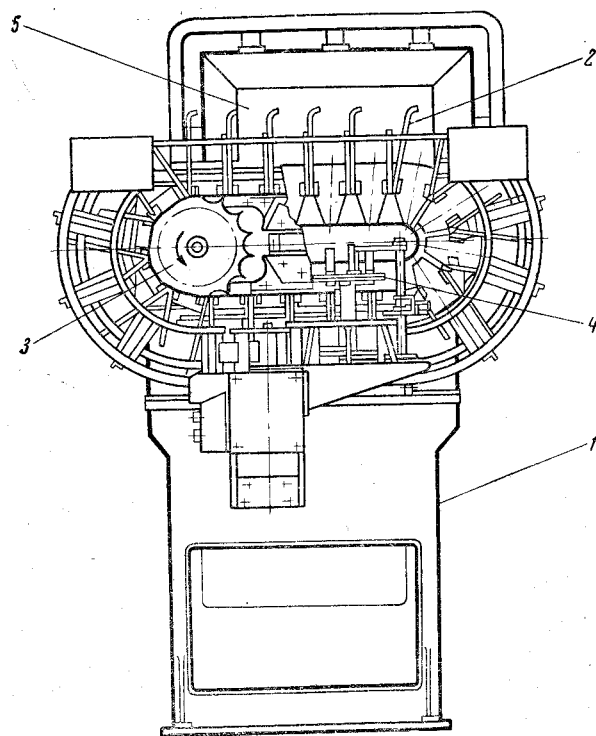


Рис. 68. Автомат для переворачивания и бракеража бутылок БАЗ.

браковщица в случае необходимости может снять с конвейера забракованные бутылки, содержимое которых направляется на переработку.

Производительность автомата 3000 бутылок в час. Длительность кинематического цикла 4,8 сек, в том числе покой кассеты 3,2 сек. Мощность электродвигателя

0,27 квт. Габариты (в мм): длина 960, ширина 500, высота 330; масса 330 кг.

Автомат для переворачивания и бракеража бутылок системы Зотова БАЗ (рис. 68) цепной, непрерывного действия.

Автомат состоит из станины 1, в нижней части которого расположен привод с электродвигателем мощностью 0,27 квт; цепного конвейера 2 с носителями для бутылок; приводной 3 и натяжной звездочек; узла входа 4 и выхода бутылок, светового экрана 5.

Укупоренные бутылки конвейером подаются к входной звездочке, которая направляет их в носители, закрепленные на роликовой замкнутой цепи конвейера.

При движении конвейера наполненные бутылки поворачиваются в носителях вверх дном и в этом положении проходят мимо светового экрана. В это время браковщица просматривает бутылки и качество их укупорки. При обнаружении посторонних включений или других видов брака бутылки могут быть сняты без остановки автомата.

Производительность автомата может быть доведена до 6000 бутылок в час. Габариты (в мм): длина 1400, ширина 650, высота 1750; масса 350 кг.

Машины для наклейки этикеток на бутылки. Для наклейки этикеток на цилиндрическую часть бутылки применяют автоматы, разные по конструкции и принципу работы.

Кольеретки на горла бутылок при оформлении бутылок с коньяком наклеивают вручную.

В ближайшее время в коньячном производстве должны найти применение этикетировочные автоматы, выполняющие одновременно процесс наклейки этикеток и кольереток.

Автоматы для штемпелевания и наклейки этикеток конструкции Ленинградского ликеро-водочного завода, применяемые на многих заводах, ротационного типа, с механическим принципом работы, четырех- и шестиподковые (рис. 69).

Автомат состоит из чугунной станины 1, вала 2, полукруглого стола 3, магазина для этикеток 4, штемпельного механизма 5, коробки для клея 6, этикетопередатчика 7, механизма загрузки 8 и привода.

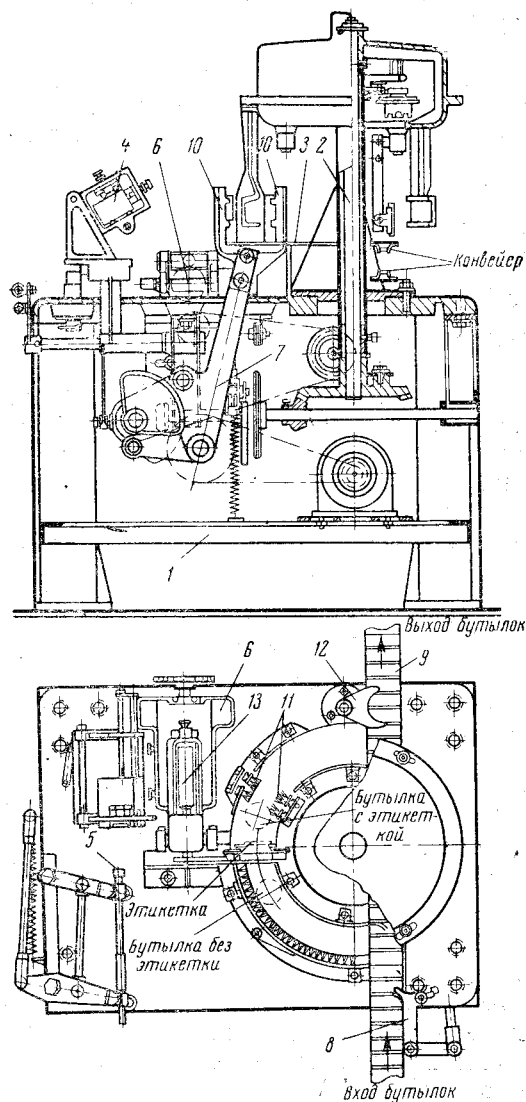


Рис. 69. Автомат для наклеивания этикеток конструкции Ленинградского ликеро-водочного завода.

Автомат работает следующим образом. Подаваемые конвейером 9 бутылки перемещаются на полукруглый стол. Двигаясь по столу, бутылка проходит через про-свет вилкообразной головки этикетопередатчика и с держателей 10 снимает этикетку, которая рычагом прижимается к бутылке. При дальнейшем движении бутылка проходит между щетками 11, с помощью которых прижимаются продольные края этикеток. Затем бутылка попадает в механизм разгрузки 12 и сдвигается на отводящий конвейер 9.

Этикетопередатчик приводится в качательное движение от кулачков левого и правого хода. Во время левого хода он проходит около ванны с клеем. Этикетки соприкасаются с роликом 13 и смазываются клеем. В крайнем левом положении кассета с пачкой этикеток подводится к держателям 10 и, оставив на них одну этикетку, возвращается в начальное положение. В этот момент с обратной стороны этикетки механизм 5 наносит оттиск штампе-ля.

Приняв этикетку, этикетопередатчик кулачком перемещается вправо и останавливается на пути движения бутылки. Бутылка, проходя через вилку этикетопередатчика, снимает этикетку с держателя и цикл повторяется с левого хода этикетопередатчика.

Производительность автомата: четырехповодкового до 4000 бутылок в час; шестиповодкового — 6000. Число оборотов карусели в минуту 13, мощность электродвигателя 0,7 квт. Габариты (в мм): длина 1200, ширина 1100, высота 7500; масса 700 кг.

В настоящее время широкое распространение получил **этикетировочный автомат ВЭВ** конструкции ВНИЭКИпродмаша (рис. 70), предназначенный для наклеивания этикеток на цилиндрическую часть бутылки методом накатки.

Автомат состоит из следующих основных узлов: пластинчатого конвейера 1, вакуум-барабана 3, магазина этикеток 6, механизма нанесения клея, станины с приводом, штампового устройства 5, механизма блокировки 9 и вакуум-насоса.

Бутылки подаются к автомату пластинчатым конвейером. Его движение синхронизировано с вращением вакуум-барабана. На каркасе конвейера установлен шнек подачи 2, обеспечивающий определенный шаг между бу-

тылками; накатный транспортер 7, состоящий из пяти резиновых ремней, и мягкая резиновая подушка 8 для нанесения и разглаживания этикеток. В случае падения бутылок система блокировки выключает конвейер. По окружности вакуум-барабана имеются шесть сегментов с присосами для переноса этикеток, с шагом, равным шагу бутылок на выходе из шнека. Золотниковое устройство вакуум-барабана обеспечивает вакуум сегменту — переносчику этикеток.

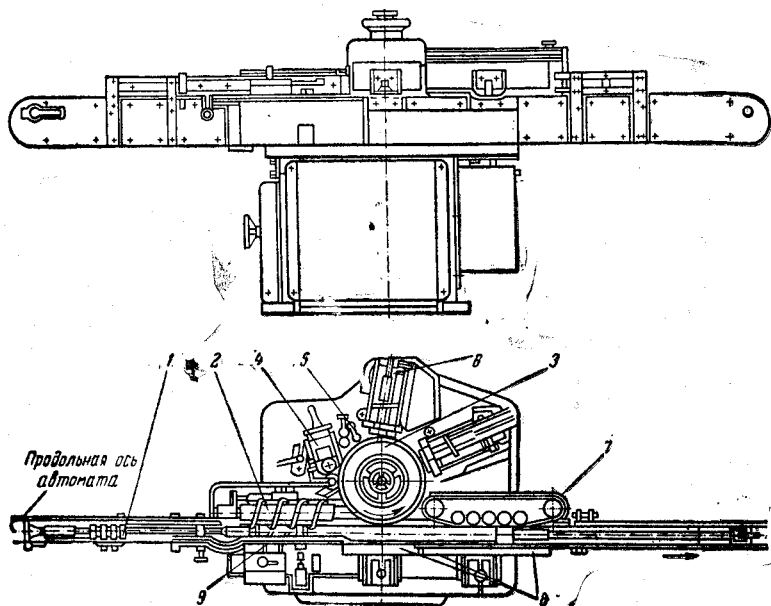


Рис. 70. Этикетировочный автомат ВЭВ.

Барабан имеет два диска: подвижный и неподвижный. На первом находятся клапаны, которые захватывают этикетки из магазина только при наличии бутылок. Два магазина этикеток с приводами оборудованы механизмами качания и сообщения ему поступательного движения. Нанесение клея обеспечивается механизмом, состоящим из клеевой ванны 4 с валиком, смазывающего ролика и привода. Привод автомата и вакуум-насос установлены внутри станины. Автомат снабжен системой блокировки.

Работает автомат следующим образом. Бутылки по пластинчатому конвейеру поступают в шнек, с помощью которого они отделяются одна от другой на определенный шаг и подаются к сегментам вакуум-барабана.

Одновременно бутылки нажимают на щупы и разрывают электрические цепи для электромагнитов, связанных с механизмами привода магазинов этикеток, штемпельного устройства и механизма нанесения клея.

При отсутствии этикетки срабатывает механизм блокировки «нет этикетки — нет клея».

В момент встречи с бутылкой сегмента вакуум-барабана с захваченной им этикеткой клапан золотникового устройства сектора барабана сообщается с атмосферой, вследствие чего нарушается вакуум и этикетка свободно отделяется от присоса барабана.

Встречаясь с этикеткой, бутылка оказывается зажатой между резиновым сегментом барабана и неподвижной подушкой из губчатой резины, что приводит ее во вращательное движение вокруг своей оси. При этом этикетка накатывается на цилиндрическую поверхность бутылки.

Затем бутылка вторично попадает между движущимися ремнями накатного транспортера и неподвижной подушкой, которые разглаживают этикетку.

Производительность автомата от 6 до 12 тыс. бутылок в час. Величина вакуума 600 мм вод. ст. Мощность электродвигателя 1 квт. Габариты (в мм): длина (без конвейера) 1100, с конвейером 3280, ширина 1148, высота 1268; масса 900 кг.

Автоматы для извлечения бутылок из ящиков и укладки их в ящики. Извлечение порожних бутылок из ящиков и укладка бутылок с готовой продукцией в ящики проводятся вручную или с помощью автоматов.

На Ленинградском ликеро-водочном заводе на линиях питания посудой бутылкомоечных машин с 1960 г. работают автоматы для извлечения бутылок из ящиков и укладки бутылок с готовой продукцией в ящики.

Производительность автоматов 12 тыс. бутылок емкостью 0,5 л в час и 18 тыс. емкостью 0,25 л. Работа узлов захвата бутылок, подъема и опускания головки захвата, остановки или подъема ящиков основана на механическом принципе.

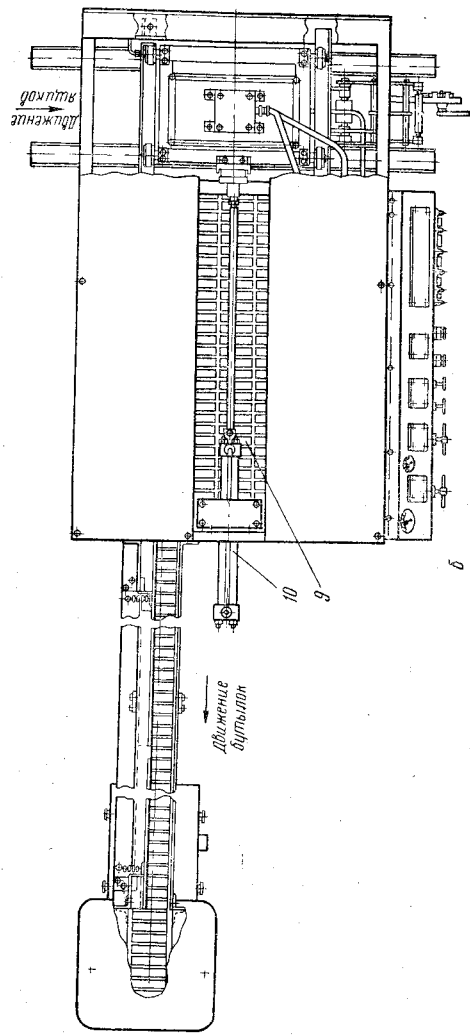
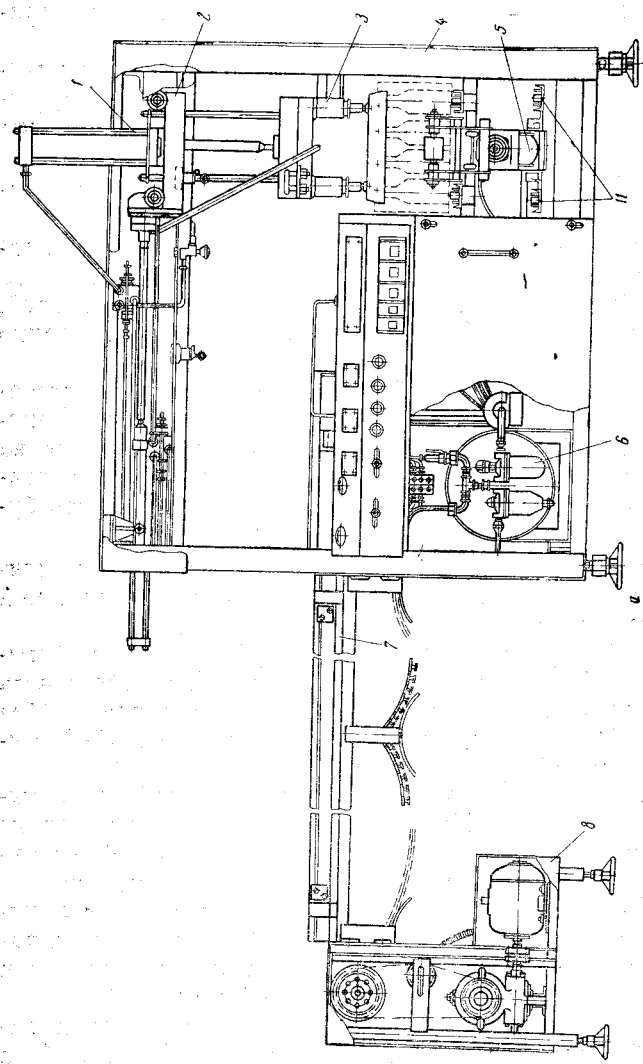


Рис 71. Автомат для извлечения бутылок из ящиков ВИА.

ВНИЭКИпродмаш разработал, а Мелитопольский машиностроительный завод им. Воровского освоил серийный выпуск автоматов для извлечения и укладки бутылок производительностью 6—12 тыс. бутылок в час с пневматическим принципом работы узлов захвата, подъема, передвижения бутылок и ящиков.

Эти автоматы в ближайшее время должны внедряться также на линиях розлива коньяка.

Устройство и работа автомата марки ВИА (рис. 71). На станине автомата 4 установлен стол с пятью пластинчатыми конвейерами 9. В конце стола они переходят в двухпластинчатый конвейер 7. Пластинчатые конвейеры приводятся от приводной станции 8, состоящей из электродвигателя, редуктора и цепной передачи. Над столом подвешена каретка 2 с головкой захвата бутылок 3, с цилиндрами горизонтального перемещения 10 и вертикального перемещения 1. Подача ящиков с бутылками и отвод порожних ящиков производится двухцепным конвейером 11. Движение потока ящиков и подача их под головку регулируются рычагом 5, действующим от пневмосистемы. Привод рабочих органов пневматический. Избыточное давление воздуха 4 атм, расход 0,9 м³/мин (приведено к 1 атм). Автомат имеет блокирующие устройства, обеспечивающие последовательность и синхронизацию рабочих операций.

Габариты (в мм): 5250×1300×2150; масса 1020 кг.

Автомат работает следующим образом. Ящики с бутылками подаются к автомату цепным конвейером и с помощью направляющих центрируются по отношению к головке захвата. Блокирующее устройство пропускает один ящик, который устанавливается под головкой. После остановки ящика головка опускается, захватывает бутылки, поднимается и каретка передвигается вдоль машины над столом до крайнего положения. В этот момент захваты разжимаются и бутылки устанавливаются на движущиеся пластинчатые конвейеры, а каретка возвращается в исходное положение. Одновременно рычаг останова опускается, давая возможность движению потока ящиков, при этом освобожденный от бутылок ящик выходит из автомата, а очередной ящик с бутылками поступает, после чего цикл повторяется. Блокирующее устройство предупреждает возможность выгрузки бутылок на загруженный стол.

Устройство и работа автомата марки ВУЛ (рис. 72). На станине автомата 3 установлен стол с двумя входными 1 и пятью пластинчатыми конвейерами 2 аналогично автомату для извлечения бутылок из ящиков. В конце стола на уровне пластинчатых конвейеров установлены подвижные планки-ножи 7, под которыми находится распределительная решетка. Внизу расположен двухцепной конвейер 13 для ящиков. На стороне входа установлен пневматический цилиндр, который с помощью рычагов блокировки 9 управляет входом и разделением потока ящиков. Выход ящиков регулируется цилиндром 5. На стойке 4 находятся ворошители для направления движения рядов бутылок к распределительной решетке.

Пневматическая часть автоматов включает регулятор давления, воздушный ресивер с предохранительным клапаном, фильтр, золотники. Принцип работы автомата — провальный.

Все механизмы выполнения отдельных операций заблокированы и операции проводятся в заданной последовательности. Бутылочный и ящичный конвейеры имеют индивидуальные электроприводы мощностью по 1,1 квт. Расход воздуха 0,865 м³/мин, избыточное давление 4 атм. Габариты (в мм): 3460×1857×1705; масса 982 кг.

Автомат работает следующим образом. Бутылки поступают в автомат непрерывным потоком по двум пластинчатым конвейерам 1 и распределяются по всей ширине стола — пластинчатым конвейерам 2. При помощи ворошителя бутылки рядами направляются на ножи-планки 7 до упора 8. Пустые ящики подаются к автомату по цепному конвейеру 13. Цилиндр разделения ящиков с помощью ролика 10 пропускает только один ящик, который входит на платформу подъема 11, центрируется и зажимается в ней роликами 12. Когда кассета и стол наполнены бутылками и ящик пневмоцилиндром 14 подан в верхнее положение, планки пневморычагом 6 сдвигаются и бутылки через центрирующую решетку проваливаются, занимая места в решетке ящика. Затем платформа с ящиком опускается, планка возвращается в исходное положение, ящик с бутылками выходит из автомата, а на его место поступает новый ящик. Управляют работой автомата с пульта управления вручную с помощью кнопок.

ГЛАВА X

УТИЛИЗАЦИЯ ОТХОДОВ КОНЬЯЧНОГО ПРОИЗВОДСТВА

К утилизируемым отходам коньячного производства относятся коньячная барда (винасс), головные и хвостовые погоны, клеевые осадки и отработавшие фильтр-картон и фильтр-вата.

УТИЛИЗАЦИЯ КОНЬЯЧНОЙ БАРДЫ

Коньячной бардой, или винассом, называется кубовый остаток, получаемый после отгона коньячного спирта-сырца из виноматериалов или коньячного спирта из виноматериалов при однократной перегонке. Этот кубовый остаток содержит все компоненты исходных виноматериалов, за исключением летучих, удаляемых в процессе перегонки. Состав коньячной барды довольно сложен. Кроме воды она содержит минеральные и органические соединения в виде свободных органических кислот и их солей, белковые, красящие вещества и др. Количество получаемой при перегонке барды зависит от конструкции перегонных аппаратов. Кубовые аппараты шарантского типа (с огневым обогревом или обогреваемые глухими змеевиками) дают наименьшее количество барды — $\frac{2}{3}$ от объема перегнанных виноматериалов. Аппараты, обогреваемые острым паром, дают больше барды вследствие частичной конденсации паров.

Основную ценность барды представляет винная (виннокаменная) кислота. Она применяется в различных отраслях народного хозяйства: в текстильной промышленности как протрава при печатании рисунка на ткани; в фармацевтике для изготовления некоторых медикаментов; в пищевой — в кондитерском производстве и при изготовлении безалкогольных напитков. В некоторых от-

раслях используют очень интересные пьезоэлектрические свойства соединений винной кислоты для изготовления различных акустических приборов и аппаратов.

Так как до настоящего времени отходы виноделия служат единственным источником промышленного получения винной кислоты, необходимо с особым вниманием отнестись к вопросу максимального извлечения виннокислотного сырья из коньячной барды. Для того чтобы не допускать при этом ошибок, нужно хорошо знать физико-химические свойства винной кислоты и ее соединений.

Винная кислота имеет два асимметричных атома углерода, что обуславливает ее оптическую активность, и 4 стереоизомера: правая *D*-винная кислота, левая *L*-винная кислота, мезовинная кислота и рацемическая винная кислота (последние две оптически неактивны). Для промышленных целей имеет значение только правая винная кислота (*D*-винная). При различных технологических операциях, связанных с извлечением виннокислотного сырья из отходов коньячного производства, в определенных условиях *D*-винная кислота переходит в *L*-винную и мезовинную, т. е. имеют место потери сырья. Потери, вызванные изомеризацией, происходят при длительном кипячении раствора винной кислоты в присутствии большого избытка щелочи или небольшого избытка свободной минеральной кислоты (серной).

Винная кислота, будучи двухосновной, может давать с металлами кислые или нейтральные соли. Все соли винной кислоты при действии на них минеральными кислотами (серной, соляной) дают свободную винную кислоту и соль соответствующей минеральной кислоты.

Винная кислота присутствует в барде главным образом в виде кислой калиевой соли — кислого виннокислого калия, называемого винным камнем.

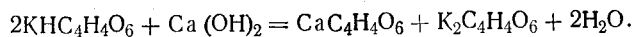
Содержание виннокислотного сырья в винассе сравнительно небольшое и не соответствует титруемой кислотности, а всегда намного ниже, так как кроме винной кислоты в коньячных виноматериалах, а следовательно и в винассе, содержатся также другие органические кислоты — яблочная, молочная, янтарная и т. д. Обычно содержание кислого виннокислого калия (винного камня) в пересчете на винную кислоту составляет не более 30—40% от титруемой кислотности исходных виноматериалов. В связи с этим извлечение виннокислотного сырья

из винасса протекает в более сложных условиях, чем при утилизации других отходов виноделия (выжимок, дрожжей).

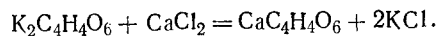
В промышленных масштабах виннокислотное сырье из винасса извлекают только в виде виннокислого кальция (виннокислой извести, называемой в дальнейшем сокращенно ВКИ) вследствие нерастворимости ее в холодной воде и очень малой растворимости в горячей.

Виннокислую известь можно получать одним из следующих способов: известковым (классический способ); содовым; кислотным.

Известковый способ основан на свойстве известкового молока [гидроокиси кальция $\text{Ca}(\text{OH})_2$] осаждать виннокислотные соединения в виде виннокислого кальция по следующему уравнению:



В этом случае только половина винного камня, находящегося в растворе, выпадает в осадок в виде ВКИ, другая половина остается в растворе в виде виннокислого калия и пропадает. Поэтому для полного осаждения винного камня из барды необходимо добавить какую-либо водорастворимую соль кальция. Для этой цели применяется хлористый кальций (CaCl_2), который действует на виннокислый калий следующим образом:



Технология получения ВКИ из винасса известковым методом предусматривает следующие операции.

Отстаивание барды. После отгона спирта барда всегда получается мутной, даже если исходные вино-материалы были прозрачными. Это объясняется коагулированием белковых веществ при длительном кипячении. Кроме того направляемые на перегонку молодые вино-материалы содержат некоторое количество дрожжей, что также вызывает необходимость отстаивания барды. Отстаивание барды с целью удаления из нее механически взвешенных частиц и коагулированных белков является обязательной операцией, в противном случае будет получаться очень загрязненная ВКИ. Проводится эта операция в резервуарах, называемых отстойниками. Обычно в качестве отстойников используют чаны из мягких пород дерева (сосна, ель), снабженные крышками, механиче-

скими мешалками и спускными кранами. Барда из перегонных аппаратов загружается в отстойники насосами или самотеком при соответствующем расположении отстойников. Продолжительность отстаивания 8 ч.

Нейтрализация барды. Отстоявшуюся барду перекачивают в другой резервуар, называемый нейтрализатором, аналогичный по устройству отстойнику. Перепускать барду из отстойника в нейтрализатор следует очень осторожно, чтобы не взмутить осадка. Поршневые насосы для этой цели непригодны. Лучше всего стягивать отстоявшуюся барду самотеком, для чего нейтрализаторы устанавливаются ниже отстойников.

Нейтрализация барды преследует цель осадить виннокислотное сырье в виде ВКИ с наименьшим загрязнением. Проводится нейтрализация следующим образом. При энергичном перемешивании в барду небольшими порциями приливают 8%-ное известковое молоко, приготовленное из свежесваренной извести высшего качества. Известковое молоко задают через густое волосное сито, чтобы избежать попадания крупинки. В барде кроме винной кислоты содержатся также и другие органические кислоты (яблочная, молочная и др.), кальциевые соли которых в определенных условиях также выпадают в осадок, загрязняя ВКИ. Поэтому при обработке барды известковым молоком нельзя доводить реакцию среды до слабощелочной, как при утилизации других отходов вино-

Нейтрализацию барды известковым молоком ведут до остаточной титруемой кислотности 3%. Для этого необходимо периодически определять остаточную кислотность барды титрованием. Обычно опытный работник руководствуется изменением окраски барды, которая из бурой постепенно переходит в зеленоватую. Используются также индикаторными бумажками — лакмусовой или конгокрасной, что также не может дать хороших результатов, так как необходим слишком большой навык, чтобы распознать нужный оттенок окраски индикатора; синяя лакмусовая бумажка должна давать явно розовую окраску, конгокрасная должна заметно темнеть. Допускать полную нейтрализацию барды известковым молоком или тем более щелочную реакцию (излишек извести) ни в коем случае нельзя, это вызовет загрязнение ВКИ солями железа и алюминия, а щелочная ВКИ считается браком.

После введения известкового молока добавляют хлористый кальций — небольшими кусками или в растворе. Для полного осаждения виннокислотного сырья нужно небольшое количество хлористого кальция, так как имеющиеся в барде органические кислоты дают с известью соответствующие водорастворимые соли кальция, которые по своему действию аналогичны хлористому кальцию. Обычно достаточно 300—400 г хлористого кальция на 100 дал барды. После добавления хлористого кальция содержимое нейтрализатора тщательно перемешивают в течение 30 мин, после чего снова проверяют степень нейтрализации. В случае очень кислой реакции необходимо добавить известковое молоко.

Особое внимание нужно обращать на температуру барды перед нейтрализацией, которая должна быть не ниже 45°С. Если температура барды ниже, необходимо подогреть ее острым паром. При температуре барды ниже 45°С известковое молоко реагирует с винным камнем очень медленно и в некоторых случаях вообще может не получиться осадка ВКИ.

Отстаивание осадка ВКИ. После нейтрализации содержимому резервуара дают отстояться для осаждения ВКИ. Продолжительность отстаивания 5—6 ч. Осаждение ВКИ проходит лучше при низкой температуре, поэтому целесообразно снимать крышку после нейтрализации, чтобы усилить охлаждение. При правильно проведенных операциях отстаивания и нейтрализации ВКИ получается крупнокристаллическая и быстро выпадает в осадок. Если барда имеет высокую температуру, целесообразно продлить срок отстаивания до 10—12 ч, это несколько увеличит выход ВКИ.

Обработка осадка ВКИ. После отстаивания обработанную барду из нейтрализатора сливают в канализацию с соблюдением необходимой предосторожности, чтобы не захватить осадка ВКИ. Слив барды проводится только самотеком. Для полной гарантии от потерь ВКИ при сливе барды оставляют поверх осадка ВКИ некоторое количество жидкости. После спуска барды в канализацию осадок ВКИ необходимо промыть водой для удаления остатков барды.

Промывка осадка ВКИ проводится в небольших резервуарах — деревянных перерезах или чанках. Промывать ВКИ непосредственно в нейтрализаторе целесооб-

разно ввиду незначительного объема осадка по сравнению с емкостью нейтрализационных резервуаров. Вода для промывки осадка ВКИ берется холодная (10—15°С), так как в горячей воде ВКИ все же способна растворяться. Промывка проводится следующим образом. В перерез-промыватель загружают из нейтрализатора осадок ВКИ, добавляют 3 объема холодной воды, содержимое тщательно перемешивают и оставляют для отстаивания на 40—60 мин, после чего осторожно сливают воду. Операцию промывки повторяют 3 раза. Промывные воды необходимо процеживать через ткань (густое полотно), которая задержит ВКИ, унесенную водой.

Отжим промытой ВКИ. Для удаления избытка влаги промытую ВКИ обрабатывают на центрифугах (метод внедрен на многих предприятиях Молдавии). Более примитивен метод отжима промытой ВКИ в тканевых мешочках на прессах. При этом методе ВКИ загружают в мешочки размером 70×40 см, которые укладывают в корзины винтовых или гидравлических прессов и подвергают небольшому давлению. Этот метод требует большой затраты рабочей силы и приводит к значительным потерям ВКИ, мелкие кристаллы которой проходят через поры ткани вместе с водой.

Сушка отжатой ВКИ. Для полного удаления влаги ВКИ сушат на стальных противнях в сушилках различных типов: огневых печах-лежанках, шкафах с паровым или воздушным обогревом и др. Иногда для сушки ВКИ пользуются в летнее время даже прямыми солнечными лучами. Несмотря на экономию топлива, этот способ нельзя рекомендовать, так как при этом происходят очень большие потери виннокислотного сырья вследствие большой длительности процесса сушки и порчи ВКИ. Неудовлетворительные результаты получаются также на огневых печах-лежанках, использование которых требует большой затраты рабочей силы для постоянного перемешивания высушиваемой массы во избежание ее подгорания. Температура в сушилках не должна превышать 90°С; при более высокой температуре начинается разложение ВКИ в результате потери кристаллизационной воды.

Необходимо помнить, что влажная ВКИ — очень нестойкий продукт и портится от действия кислотопонижающих бактерий (*Бактериум тартарофорум*) и раз-

личных плесеней. Поэтому сушить ВКИ нужно очень быстро — не позже чем через 24 ч после получения.

Упаковка, хранение и транспортировка ВКИ. ВКИ, высушенную до содержания влаги 3%, упаковывают в бумажные многослойные крафт-мешки или в деревянные бочки, выложенные внутри бумагой. ВКИ следует хранить в сухом помещении на стеллажах или полках во избежание проникновения в нее влаги.

Перевозят ВКИ в контейнерах или крытых вагонах. В случае перевозки автомашинами мешки или бочки с продукцией тщательно укрывают брезентом. От каждой партии ВКИ отбирают среднюю пробу, на мешки или бочки прикрепляют бирки с указанием номера партии, завода (пункта)-изготовителя, содержания винной кислоты в сырье. Ввиду высокой гигроскопичности ВКИ, а следовательно и изменения содержания в ней винной кислоты в результате увеличения влажности, анализ ВКИ необходимо проводить не раньше чем за 2 суток до отгрузки ее на заводы виннокаменной кислоты.

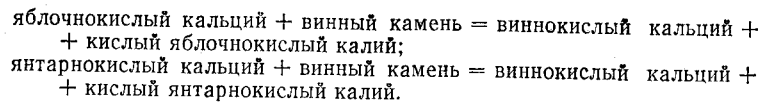
Изложенный известковый метод не дает возможности полностью извлечь виннокислотное сырье из вина по следующим причинам: отстаивание барды освобождает ее только от механических примесей, а все соединения железа и алюминия остаются в растворе; наличие органических кислот (яблочной, молочной, янтарной), осаждаемых известковым молоком в виде кальциевых солей, делает невозможным полностью нейтрализовать барду, так как при этом все соединения железа и алюминия также осаждаются и ВКИ будет считаться браком. Поэтому при известковом методе приходится извлекать только небольшую часть виннокислотного сырья из боязни загрязнить ВКИ солями других органических кислот, железом и алюминием. Применение известкового метода позволяет извлечь только 33% виннокислотного сырья из вина, или 0,1% (1 кг из 100 дал барды) в переводе на винную кислоту.

В условиях Молдавии Л. О. Нутов проверял следующий вариант известкового метода, рекомендованный Ш. Ордонно.

Нейтрализацию отстоянной барды проводили до очень слабнокислой реакции по лакмусу (0,05% титруемой кислотности), при этом вместе с ВКИ в осадках вы-

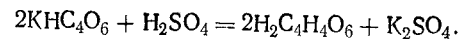
падали также кальциевые соли других органических кислот — яблочной, янтарной.

Осадок ВКИ дважды промывался свежим горячим вином. Так как винная кислота наиболее активная из всех сопутствующих ей в вине кислот, то при промывке ВКИ вином, содержащим кислый виннокислый калий (винный камень), происходили следующие реакции замещения:

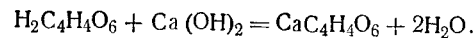


В связи с этим выход ВКИ увеличивался и качество ее улучшалось. Все остальные операции проводились обычным порядком. Таким путем удалось получить в два раза больший выход ВКИ — 0,2% (2 кг винной кислоты на 100 дал барды).

Кислотный способ аналогичен получению ВКИ из дрожжей. Он основан на свойстве серной (или соляной) кислоты давать с винным камнем свободную винную кислоту



Винная кислота осаждается в виде ВКИ известковым молоком:



Технология кислотного метода следующая. Разложение винного камня, имеющегося в барде, минеральной кислотой проводится в отстойниках при энергичном перемешивании до посинения метилвиолетовой бумажки. После обработки минеральной кислотой содержимое оставляют для отстаивания на 6—8 ч с целью осаждения дрожжевых клеток, белковых веществ и механических загрязнений. После отстаивания осветлившуюся жидкость перекачивают в нейтрализатор, где действием известкового молока осаждают ВКИ. Известковое молоко приливают небольшими порциями до слабнокислой реакции по лакмусу. Остальные операции — обработка осадка ВКИ, отжим, сушка — проводятся так же, как и при известковом методе. Лучше применять соляную, а не серную кислоту, так как избыток серной кислоты вызывает загрязнение ВКИ гипсом.

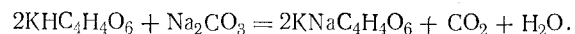
Учет ВКИ ведется в процентах содержания винной кислоты. Химически чистая ВКИ содержит 57,67% винной кислоты. На производстве получают ВКИ с содержанием винной кислоты 40—50%. ВКИ, содержащая меньше 40% винной кислоты, считается нестандартной.

Хорошо приготовленная ВКИ представляет собой кусочки светло-пепельного цвета, легко распадающиеся в порошок от нажима пальцами. Порошок ВКИ должен полностью удаляться с пальца при сдувании. При просмотре на резком свете должны быть заметны блестящие кристаллы. При очень хорошем качестве ВКИ блестящие кристаллов видны даже в рассеянном свете в комнате.

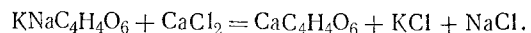
Если ВКИ окрашена в черный или бурый цвет, это значит, что осадок ВКИ не был промыт достаточно хорошо или вообще не промывался. Желто-оранжевый цвет ВКИ обычно служит показателем щелочной реакции (брак).

Твердая ВКИ, представляющая собой трудно раздавливаемые куски, получается в результате плохого отстаивания из-за склеивания оставшихся дрожжевых клеток, пектиновых и белковых веществ.

Содовый способ. В Молдавии с 1948 г. внедрен содовый метод получения ВКИ. Он основан на свойстве углекислого натрия (кальцинированной соды) давать с винным камнем водорастворимую соль винной кислоты — виннокислый калий-натрий (сеньетову соль) по уравнению:



Сеньетова соль под действием хлористого кальция дает виннокислый кальций и хлористые натрий и калий



Технология содового метода предусматривает следующие операции. Получение сеньетовой соли из растворенного в барде винного камня путем введения горячего концентрированного раствора кальцинированной соды. Раствор соды дается до нейтральной реакции, ни в коем случае нельзя допускать избытка соды (щелочная реакция), так как в дальнейшем при обработке барды хлористым кальцием ВКИ будет загрязняться мелом.

Индикаторами служат лакмус или конгокрасный. Количество соды зависит от кислотности барды. Обычно на 100 дал барды расходуется 1 кг соды.

1-2-11

Отстаивание раствора сеньетовой соли в течение 8—10 ч.

Осаждение ВКИ из сеньетовой соли путем добавления хлористого кальция (в кусках или растворе) при тщательном перемешивании. При этом температура нейтрализуемой барды должна быть не ниже 50°С. Индикатором для определения количества вносимого хлористого кальция служит 5%-ный раствор щавелевокислого аммония. Наливают в пробирку отфильтрованную пробу из нейтрализатора и в случае наличия даже избытка хлористого кальция в виде следов от прибавления 1—2 капель раствора щавелевокислого аммония образуется молочный осадок щавелевокислого кальция.

После введения хлористого кальция содержащее отстаивают для отстаивания на 4—5 ч. Следующие операции — промывка, отжим, сушка ВКИ — проводятся обычным путем.

Качество ВКИ, получаемой этим способом, высокое, так как из нее полностью удалены железо, алюминий и красящие вещества. Выход ВКИ по сравнению с другими способами увеличивается, так как реакция осаждения хлористым кальцием ведется до полного извлечения из раствора сеньетовой соли.

Обычно выход ВКИ при содовом методе составляет 0,25—0,3% (в пересчете на винную кислоту), или 2,5—3 кг из 100 дал барды.

Из всех методов получения ВКИ наилучшим следует признать содовый, дающий наибольший выход и наименьшую загрязненность, т. е. лучшее качество. При содовом методе легко получается продукт, содержащий 45—50% винной кислоты, тогда как другими методами редко удается получить ВКИ с содержанием 40% винной кислоты.

Единственным недостатком содового метода является применение сравнительно дорогостоящих химикатов — соды и хлористого кальция, однако, учитывая, что ВКИ стоит в десять раз дороже, а выход ее повышается более чем в два раза, себестоимость ВКИ получается примерно одинаковой по сравнению с другими способами.

Утилизационная установка. Утилизационный цех строится в одном блоке с цехом перегонки коньячного спирта или вблизи него. Размещать его на большом расстоянии от цеха перегонки не рекомендуется, так как

это приведет к остыванию барды при перекачках и вызовет необходимость дополнительных затрат, связанных с устройством постоянных коммуникаций между цехами. Кроме того обособление утильцеха делает невозможным одновременное обслуживание обоих цехов.

Перегонка коньячного спирта проводится в холодное время года — с ноября по апрель. Поэтому утилизация коньячной барды даст положительные результаты только при условии размещения утильцеха в утепленном помещении. В некоторых местах до настоящего времени утильцехи еще размещены под открытым небом; это вызывает дополнительные затраты на подогрев барды при нейтрализации и полную остановку работы цеха при больших морозах вследствие замерзания барды при отстаивании.

Оборудование утилизационной установки очень сложно. Она состоит из отстойных и нейтрализованных резервуаров, лучше всего деревянных. Железобетонные резервуары нельзя рекомендовать для этой цели, так как барда в них быстро остывает.

Резервуары изготавливают из дерева хвойных пород в виде чанов и снабжают их крышками с люками, приводными мешалками, спускными кранами для слива барды, вмонтированными на некотором расстоянии от дна, и кранами для удаления осадков в самой нижней части резервуара.

Над отстойными резервуарами проходит подвесная коммуникация с отводными штуцерами для загрузки барды. Диаметр подвесной коммуникации должен быть достаточным для того, чтобы обеспечить быструю эвакуацию барды из перегонных аппаратов; обычно он равен 75 мм.

Над резервуарами должен быть установлен также водопроводный кран и паропровод.

Продолжительность отстаивания барды в два раза больше продолжительности отстаивания осадков ВКИ; поэтому емкость отстойных резервуаров в два раза больше емкости нейтрализаторов. Емкость отстойников должна равняться суточной производительности перегонных установок.

Пример. Аппаратный цех оборудован четырьмя кубовыми аппаратами шарантского типа емкостью по 65 дал. Кубы делают три оборота в сутки.

Емкость отстойников должна составлять $4 \times 65 \times 3 = 780$ дал.
Емкость нейтрализаторов соответственно $780 : 2 = 390$ дал, т. е. для утильцеха достаточно 4 чана по 200 дал для отстаивания и 2 чана по 200 дал для нейтрализации.

Все резервуары утильцеха необходимо один раз в сутки тщательно промывать водой (желательно горячей) для удаления остатков барды.

Кроме резервуаров в утильцехе необходимо иметь бак с мешалкой для приготовления известкового молока, устанавливаемый над нейтрализаторами и снабженный спускным краном с отводным штуцером, и переносные сита для процеживания известкового молока.

Для промывки ВКИ необходим чанок (перерез) емкостью 5—10 дал, бочка для процеживания промывных вод. Для отжима ВКИ необходим корзиночный винogradный пресс или центрифуга. Для сушки ВКИ применяются сушилки различных систем. Лучшие результаты получены в последнее время на предприятиях Молдавии, применяющих непрерывно действующие сушилки ленточного типа с паровым обогревом.

При утильцехе должен быть устроен склад для хранения готовой продукции, оборудованный стеллажами.

Очень серьезным вопросом при утилизации коньячной барды является спуск отработавших вод. Пользоваться для этой цели водоемами нельзя, так как продукты распада барды (белковые вещества) загрязняют воду, делая ее вредной для рыб и водоплавающей птицы. Отработавшую барду необходимо эвакуировать в место, достаточно удаленное от водоемов и источников водоснабжения.

На большинстве пунктов, где проводится перегонка коньячных виноматериалов, производство ВКИ недостаточно механизировано. При оснащении утильцехов фильтр-прессами или непрерывно действующими центрифугами уровень механизации несколько возрастет и отпадает необходимость в отстойниках.

Извлечение винной кислоты ионообменными смолами. Методы осаждения характеризуются невысоким выходом и применимы для утилизации барды, получаемой с кубовых и непрерывно действующих аппаратов.

Молдавским научно-исследовательским институтом пищевой промышленности (В. В. Андреев) разработан метод ионообменного извлечения винной кислоты, сущность которого состоит в следующем. Барду с темпера-

турой не выше 40°С вначале пропускают через слой сильнокислотного катионита, в результате чего винная кислота вытесняется из своих солей. Катионированная жидкость подается на среднеосновный анионит, поглощающий винную кислоту. Процесс извлечения приводится в динамических условиях. При этом удается отделить винную кислоту от подавляющей массы органических кислот, сопутствующих ей в сырье.

После насыщения анионита винной кислотой ее вытесняют сильной минеральной кислотой.

Получаемые растворы содержат винную кислоту в концентрации, превышающей исходную примерно в 40 раз.

Отработавшие ионообменные смолы подвергают регенерации: катионит — кислотой, а анионит — щелочью, после чего используют вновь.

Ионообменный метод извлечения винной кислоты испытан в полужаводских условиях на непрерывно действующей установке.

Установка состоит из системы ионообменных фильтров и емкостей для растворов реагентов. Схема коммуникаций обеспечивает независимое подключение фильтров в любой необходимой последовательности.

В фильтрах использованы анионит марки ЭДЭ-10П и катионит КУ-2.

Цикл работы катионитового фильтра складывается из следующих операций: катионирование сырья, рыхление и промывка смолы в фильтре водой, регенерация, после-регенерационная отмывка.

Цикл работы анионитового фильтра состоит из сорбции винной кислоты, вымывания излишка сырья из слоя анионита водой, десорбции и вытеснения кислотного раствора, рыхления, регенерации, отмывки смолы от избытка щелочи и рыхления перед новым циклом.

При пуске установки в работу включается один анионитовый фильтр, причем вытесняемая вначале жидкость сбрасывается в канализацию. При появлении винной кислоты в фильтрате, что определяется периодическими анализами, последовательно подключается второй фильтр. Пропуск сырья через первый по ходу фильтр продолжается до уравнивания концентрации винной кислоты в вытекающем из него фильтрате и в сырье, после чего фильтр передается на десорбцию. Второй по ходу

фильтр становится первым, аналогично подключается третий фильтр и т. д.

Десорбцию проводят тремя объемами 2 н. раствора соляной кислоты, причем суммарное содержание иона хлора в каждом объеме должно составлять 70% от полной емкости фильтра. Первую порцию фильтрата с низким содержанием винной кислоты возвращают в сырье, вторую отбирают до проскока и направляют на дальнейшую переработку, состоящую в осаждении ВКИ известковым молоком. Кроме того отбирают еще две порции фильтрата, получаемые при промывке фильтра водой, которые содержат смесь кислот, и используют их при десорбции винной кислоты с последующего фильтра.

При испытании установки сырьем служила барда, полученная при перегонке виноматериала на коньячный спирт на аппарате непрерывного действия. Содержание винной кислоты в различных партиях сырья колебалось в пределах 0,25—0,45%.

В полужаводских условиях выход винной кислоты в виде ВКИ составил 85% от содержания ее в сырье. Содержание винной кислоты в воздушносухой ВКИ 55—57% (обычная ВКИ I сорта содержит до 48% винной кислоты).

Растворы, получаемые при десорбции, вследствие высокой концентрации винной кислоты (12%) и небольшого количества примесей могут быть использованы для получения кристаллической кислоты, минуя стадию ВКИ.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ГОЛОВНЫХ И ХВОСТОВЫХ ФРАКЦИЙ

Головные и хвостовые фракции, полученные при выработке коньячного спирта и не подлежащие дальнейшей перегонке (см. гл. IV), направляют на ректификацию.

В табл. 54 приведен состав смесей головных и хвостовых погонов, направляемых на ректификацию, и полученного из них ректификованного спирта.

Ректификованный спирт на коньячных заводах получают из смеси головных и хвостовых фракций в основном на периодически действующих ректификационных аппаратах.

Требования, предъявляемые к ректификованному спирту. По физико-химическим показателям ректифико-

Состав навалки и полученного ректификованного спирта

Завод	Тип аппарата	Крепость, % об.	Титруемые кислоты спирта	Сложные эфиры спирта	Альдегиды спирта	Высшие спирты	Фурфурол		Метанол		Сумма примесей, % на безводный спирт
			мг/л	мг/л безводного	мг/л	%	%	% на безводный спирт	%	% на безводный спирт	

Смесь головных и хвостовых погонов

Ереванский	Огневой ша-рантский	22,7	750	3370	710	3190	81	364	0,034	0,153	0,00170	0,0076	0,03	0,135	0,988
Арташат-ский	Паровой аппа-рат Зорабяна	25,6	726	2850	2640	10350	98	384	0,15	0,586	0,00250	0,0098	0,0270	0,116	2,06

Ректификованный спирт

Ереванский	Кубовый ре-риодического действия	96,2	36,7	37,8	48,5	50,4	—	0,042	—	0,0035	Нет	0,25	0,26	—	0,276
------------	----------------------------------	------	------	------	------	------	---	-------	---	--------	-----	------	------	---	-------

Таблица 55

Физико-химические показатели ректификованного спирта (по ГОСТ 5962—67)

Показатели	Нормы для спирта	
	ректифико-ванного	ректификованного высшей очистки
Содержание этилового спирта (крепость), % об., не менее	96,0	96,2
Проба на чистоту с серной кислотой	Выдерживает	
Проба на окисляемость, мин, не менее	10	15
Содержание альдегидов, в пересчете на уксусный, в 1 л безводного спирта, мг, не более	10	3
Содержание сивушного масла, в пересчете на смесь изоамилового и изобутилового спиртов (3:1), в 1 л безводного спирта, мг, не более . .	15	4
Содержание эфиров, в пересчете на уксусноэтиловый эфир, в 1 л безводного спирта, мг, не более . . .	50	30
Содержание свободных кислот (без CO ₂), в пересчете на уксусную, в 1 л безводного спирта, мг, не более	20	15
Проба на метиловый спирт с фуксин-сернистой кислотой	Выдерживает	
Содержание фурфурола	Не допускается	

ванный спирт (ГОСТ 5962—67) должен отвечать нормам, приведенным в табл. 55.

Крепость спирта определяется в соответствии с ГОСТ 3639—61 с помощью металлического с 8 гирьками или стеклянного спиртомера типа А, с последующим пересчетом по специальным спиртомерным таблицам на крепость и количества безводного спирта (в л), заключенного в данном объеме водно-спиртовой смеси.

Для определения возможного загрязнения спирта проводят испытание спирта на чистоту с серной кислотой 10:10 и на окисляемость с раствором перманганата калия.

Обычно если испытуемый спирт содержит допускаемое стандартом количество примесей и не содержит посторонних загрязнений, то после нагревания до кипения пробы спирта с химически чистой серной кислотой в

отношении 10:10 охлажденная смесь должна остаться бесцветной. При наличии загрязнений они будут сожжены серной кислотой и смесь окрасится в желтоватый цвет, тем более интенсивный, чем больше загрязнений в спирте.

Проба на окисляемость основана на свойстве некоторых примесей спирта обесцвечивать раствор перманганата калия, причем тем быстрее, чем больше примесей содержит спирт. Эта реакция основана на раскислении раствора KMnO_4 некоторыми примесями спирта, она дает представление о загрязненности спирта непредельными соединениями. Данная реакция особо чувствительна к непредельным альдегидам. Ректификованный спирт, удовлетворяющий требованиям стандарта, не должен обесцвечивать приливаемый раствор KMnO_4 при 20°C в течение не менее 10 мин, а спирт высшей очистки — не менее 15 мин.

Методика исследования сырого и ректификованного спирта установлена ГОСТ 5964—67 «Спирт этиловый. Методы испытаний», в котором помимо органолептических испытаний описана методика определения содержания этилового спирта, пробы на чистоту с серной кислотой, пробы на окисляемость, определения содержания альдегидов, сивушного масла, свободных кислот, сложных эфиров, метилового спирта и фурфурола.

Цель ректификации спирта — возможно полное удалить примеси и повысить крепость получаемого спирта. При ректификации спирта относительно легко отделяется сивушное масло, значительно труднее — альдегиды и эфиры. Поэтому в некоторых случаях прибегают к особым методам ректификации или к двойной ректификации для получения ректификованного спирта высшей очистки, к чистоте которого предъявляются повышенные требования.

Ректификационные аппараты. При работе на периодически действующих ректификационных аппаратах куб наполняют определенным количеством подлежащей перегонке жидкости и подвергают ее ректификации до тех пор, пока из находящейся в кубе жидкости не будет отогнан весь спирт. При этом последовательно получают (отбирают) определенные продукты, отличающиеся по составу. Они носят название сортов, или фракций. Таким образом, из спиртового фонаря в соответствующие мер-

ники последовательно отводят получаемые сорта (фракции).

Ректификационный аппарат (рис. 73) состоит из следующих основных частей: куба 1 с паровыми змеевиками и паровым барботером, ректификационной колонны

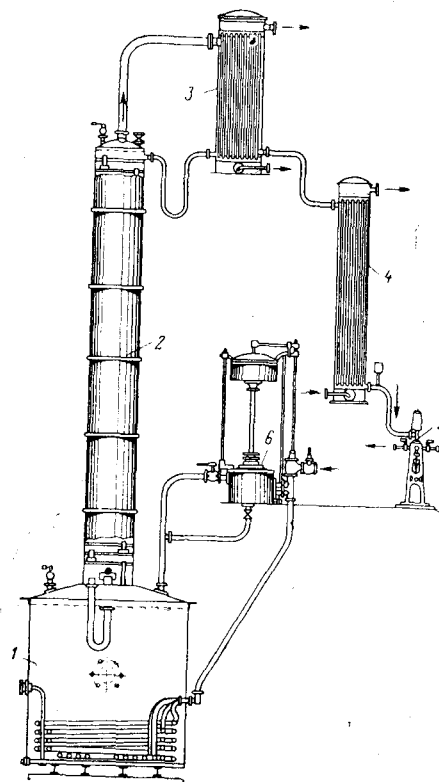


Рис. 73. Периодически действующий ректификационный аппарат.

2 с колпачковыми или ситчатыми тарелками, дефлегматора 3, холодильника 4, спиртового фонаря 5 и парового регулятора.

На рис. 74 изображен периодически действующий ректификационный аппарат, снабженный маслоотделителем и оснащенный контрольно-измерительными приборами.

Куб периодически действующего аппарата представляет собой цилиндрический резервуар с плоским дном и конической крышкой. Он изготавливается из листовой стали толщиной 6—8 мм. На горловину в центре крышки куба устанавливается ректификационная колонна.

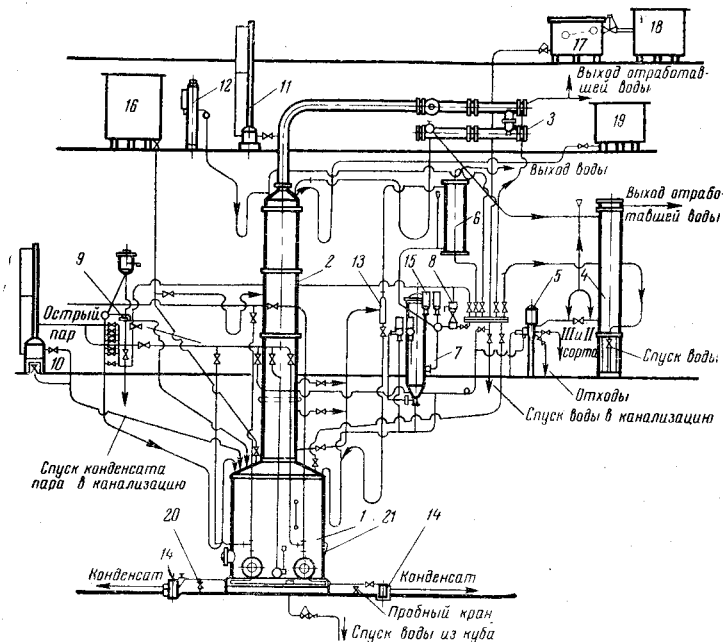


Рис. 74. Периодически действующий ректификационный аппарат с контрольно-измерительными приборами:

1 — куб, 2 — колонна, 3 — дефлегматор, 4 — холодильник, 5 — спиртовой фонарь, 6 — холодильник сивушного масла, 7 — маслоотделитель, 8 — смеситель к маслоотделителю, 9 — паровой регулятор, 10 — вакуум-прерыватель к кубу, 11 — вакуум-прерыватель к колонне, 12 — чан для спуска раствора каустической соды, 13 — сепаратор паров сивушного масла, 14 — конденсационный горшок (рапид № 3), 15 — фонарь к маслоотделителю, 16 — напорный бак для спирта, 17 — воздушник, 18 — бак для холодной воды, 19 — сборник начального сорта, 20 — пробоборный кран, 21 — термометр.

Внутри куба находятся змеевики для нагрева навалки. Чаще всего помещают два змеевика — для острого и мятого (отработавшего) пара, а при большой емкости куба — три. Каждый змеевик соединен с автоматическим водоотводчиком, отводящим сконденсировавшийся пар. Кроме того в кубе установлен паровой барботер для непосредственного обогрева и перемешивания острым паром

находящейся в кубе жидкости. На боковой стенке куба имеется люк для проведения ремонтных работ и смены отдельных частей змеевиков.

Перед пуском в эксплуатацию проводят гидравлические испытания аппарата под избыточным давлением для куба в 1 атм, для змеевика 5 атм. Жидкость, подлежащую перегонке, подают в куб по трубе, а воду, оставшуюся в кубе, спускают по трубе, кран на которой запирается на замок. На кубе устанавливают термометр и водомерное стекло, а на верхней крышке — штуцер для подвода холодной воды при мойке куба.

Давление в кубе регулируется с помощью парового регулятора, паровое пространство нижнего резервуара которого сообщается с паровым пространством куба ректификационного аппарата. Часто в кубе устанавливают водяной указатель давления или наблюдают за давлением в кубе по водоуказательному стеклу вакуум-прерывателя. При отсутствии вакуум-прерывателя на крышке куба устанавливают обратный воздушный клапан на случай образования вакуума в результате охлаждения куба при заполнении его холодным спиртом.

Ректификационную колонну в периодически действующих аппаратах чаще всего устанавливают непосредственно на крышке куба, но иногда ее устанавливают отдельно и соединяют с кубом трубопроводом. Колонна состоит из нескольких частей — царг, изготовленных из листовой меди толщиной 2—2,5 мм и соединенных между собой железными фланцами. В каждой царге помещается несколько тарелок.

В ректификационной колонне протекает процесс ректификации спирта. От конструкции тарелок колонны в сильной степени зависит эффективность процесса ректификации в отношении укрепления спиртовых паров и отделения примесей сырого спирта.

Тарелки ректификационных колонн бывают ситчатые или колпачковые. Первые имеют круглое сечение, а вторые — круглое или прямоугольное.

Внутри колонны расположено от 36 до 50 тарелок, чаще всего 43—44. Назначение тарелок — обеспечить тесный контакт пара и жидкости в колонне.

При работе на периодически действующем ректификационном аппарате помимо основного оборудования необходимо располагать емкостями (навалочными чанами)

для приготовления навалки, т. е. загрузки аппарата спиртом, и мерниками для сбора продуктов ректификации.

Емкость навалочного чана должна соответствовать объему навалки, емкость сборников для эфирно-альдегидной фракции и III начального сорта принимают в 10%, а для II начального сорта — в 20% от объема навалки. Емкость сборника для концевого сорта чаще всего составляет 15% от объема навалки. Сборники для эфирно-альдегидной фракции и сивушного масла обычно устанавливают исходя из необходимости хранения в них месячной выработки этих продуктов. Суммарная емкость приемников для ректифицированного спирта должна быть не менее 95% от объема навалки.

Температуру в колоннах измеряют ртутными, изогнутыми под углом, термометрами, а также манометрическими термометрами — показывающими или регистрирующими.

Ректификация погонтов. Продукты ректификации. При периодической ректификации получают следующие продукты: эфирно-альдегидная фракция (заф), III — начальный сорт, II — начальный сорт, ректифицированный спирт, концевой спирт (концевой сорт), сивушное масло. Из перечисленных фракций ректифицированный спирт является готовым продуктом, а эфирно-альдегидная фракция и сивушное масло — это отходы производства.

Ректификация спирта на периодически действующем ректификационном аппарате требует проведения подготовительных операций: приемки сырого спирта и химической обработки его. Процесс ректификации подразделяется на следующие этапы: навалку (наполнение) куба; прогрев аппарата; перегонку спирта, опорожнение куба, сдачу выработанного спирта. Управление процессом ректификации сосредоточивается в определенном месте ректификационного цеха — на рабочей площадке.

Химическая обработка ректифицируемого спирта. Для облегчения процесса ректификации и улучшения качества ректифицированного спирта проводят химическую обработку его едкой щелочью (каустической содой) и марганцовокислым калием.

Раньше практиковали исключительно предварительную химическую обработку спирта до загрузки его в куб. В настоящее время широко распространен другой, более

эффективный способ, разработанный А. Л. Покровским и Г. И. Фертманом. Обработку спирта проводят в процессе его ректификации, подавая водно-спиртовой раствор щелочи на одну из верхних тарелок ректификационной колонны.

При химической обработке спирта под воздействием щелочи происходит нейтрализация содержащихся в сыром спирте органических кислот, в результате чего летучие кислоты превращаются в нелетучие соли, а эфиры омыляются. Марганцовокислый калий в щелочной среде окисляет непредельные соединения. Этот процесс сопровождается не только улучшением химических показателей сырого спирта, но и улучшением дегустационных свойств получаемого рекфиката.

Количество реактивов, необходимое для обработки, зависит от качества подлежащего ректификации спирта и устанавливается заводской лабораторией. Следует иметь в виду, что нельзя допускать избытка едкой щелочи, так как в щелочной среде возможно окисление этилового спирта в альдегид. Нельзя также превышать установленную дозу марганцовокислого калия во избежание окисления спирта. Для обработки сырого спирта обычно требуется от 0,5 до 1,5 г KMnO_4 и от 1,5 до 3 г каустической соды на 1 дал спирта.

Предварительная химическая обработка требует приготовления 1%-ного водного раствора KMnO_4 . Полученный раствор спускают медленной струей в жидкость, находящуюся в навалочном чане. Как только розовая окраска жидкости исчезнет, небольшой струей вливают 1—3%-ный раствор каустической соды. Этот раствор следует готовить в небольшом чанке или ведре, прибавляя небольшими порциями воду к кускам соды.

Во избежание несчастных случаев предварительное растворение каустической соды проводят на открытом воздухе, пользуясь резиновыми перчатками, защитными очками и резиновым фартуком. Через 2 ч после введения раствора каустической соды обработанную жидкость можно спускать в куб. Химическую обработку следует проводить за 4—5 ч до начала перегонки. Длительный контакт спирта с каустической содой влечет за собой ухудшение вкуса и запаха получаемого рекфиката. В случае пропуска навалки через колонну обработка марганцовокислым калием не допускается.

Учитывая наличие большого содержания примесей в перегоняемой жидкости (до 2%), в том числе кислот и эфиров, целесообразно практиковать химическую обработку горячего спирта. Для этого в куб после отбора из фонаря эфиро-альдегидной фракции и III начального сорта вносят расчетное количество KMnO_4 и каустической соды. В ряде случаев хорошие результаты достигаются при проведении последовательно предварительной химической обработки (в кубе) половинным количеством щелочи и последующего пропуска оставшегося количества щелочи в виде спиртового раствора на верхнюю тарелку колонны.

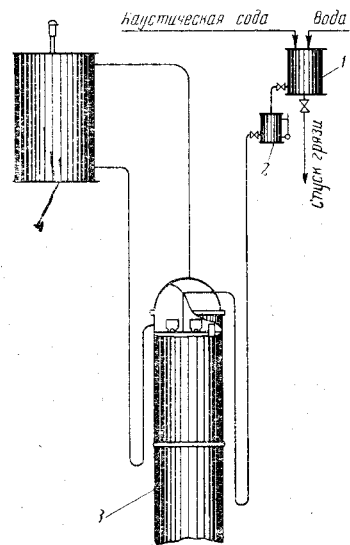


Рис. 75. Схема оборудования для химической обработки спирта в процессе ректификации.

раствора, который необходим для обработки при одной сгонке. Бачок 2 устанавливается на подставке, несколько выше отвода флегмовой трубы от дефлегматора 4 к колонне 3.

К штуцеру на крышке ректификационной колонны подводится железная труба диаметром 25—30 мм, по которой в колонну поступает раствор каустической соды. Эта труба снабжается гидравлическим затвором; верхний открытый конец ее должен быть на 75 см выше штуцера для отвода флегмы из дефлегматора. В этот конец трубы, расположенный на 20—25 см ниже бачка

2, вставлена железная воронка, в которую из бачка по каплям поступает щелочной раствор.

Водно-спиртовой раствор из бачка 2 спускается по сифонной трубке, заканчивающейся резиновым шлангом и наконечником. Винтовой зажим на шланге служит для регулирования числа падающих капель. Труба, подводящая раствор щелочи в колонну, должна быть заполнена до начала работы аппарата, как и гидравлический затвор.

Раствор каустической соды готовится на основании анализа сырого спирта, проводимого лабораторией. При среднем качестве сырого спирта обычно расходуется от 1,75 до 2 г каустической соды на 1 дал сырого спирта. Отвешенное количество соды растворяют в воде из расчета 2 л воды на 1 кг соды. Затем к раствору прибавляют крепкий спирт-ректификат. На 1 л водного раствора соды надо добавить 3 л крепкого ректифицированного спирта.

Водно-спиртовой раствор каустической соды вводится на одну из верхних тарелок колонны, чаще всего на самую верхнюю, по 120—80 капель в минуту, с таким расчетом, чтобы в течение часа при производительности аппарата 75 дал ректифицированного спирта сошло не более 1,5 л раствора, при производительности 100 дал — не более 2,25 л/ч, при производительности до 150 дал — не более 3 л, а при большей производительности — не более 4,5 л/ч.

Водно-спиртовой раствор каустической соды пропускают в колонну равномерно с начала отбора II начального сорта до конца отбора I сорта. Таким образом подсчитывается потребность в растворе каустической соды.

При растворении в воде технической каустической соды выпадает осадок железных солей, а при смешивании водного концентрированного раствора соды с крепким спиртом выпадает кроме того осадок углекислой соды. Осадки этих солей могут накопиться на тарелках колонны, поэтому во избежание засорения тарелок колонны необходимо пользоваться только совершенно прозрачным водно-спиртовым раствором соды. Бачок 1 для приготовления раствора соды обычно снабжен мешалкой и наметкой.

В днище бачка 1 от середины его отходит кран для спуска осевшей грязи и осадка при приготовлении рас-

творя щелочи. Другой кран отходит от боковой стенки приблизительно на 10 см выше дна. Из этого крана сливают в мерный бачок 2 совершенно прозрачный, без осадков, раствор каустической соды. В верхнем дне бачка 1 имеется отверстие для введения спирта. Водный раствор каустической соды наливают в бачок 1 и доливают крепкий ректификованный спирт. Затем все тщательно перемешивают и оставляют в спокойном состоянии. Уже через 6 ч получается прозрачный раствор каустической соды. Можно растворять каустическую соду и непосредственно в бачке 1, но в этом случае труднее будет следить за полнотой растворения. В целях безопасности при приготовлении раствора каустической соды необходимо тщательно соблюдать указанные выше меры предосторожности. Во избежание потерь спирта от испарения при обработке раствора щелочи необходимо хорошо герметизировать посуду и отводить спиртовые пары в спиртовомушку.

Навалка (наполнение) куба. На многих коньячных заводах куб заполняют смесью головных и хвостовых фракций, предварительно укрепленных до 40—60% об. с целью увеличения производительности колонны. Однако спирт-ректификат столь же успешно получается и при ректификации неукрепленной жидкости. Укрепление смеси головных и хвостовых фракций необходимо в том случае, если их транспортируют на другой завод для проведения ректификации.

Объем навалки зависит от емкости куба — уровень жидкости в нем должен быть на 10 см ниже верхнего края. Перед началом заполнения аппаратчик должен убедиться в том, что спускной кран куба заперт на замок. Спирт спускают из навалочного чана; чтобы навалка происходила быстрее, необходим достаточный напор, поэтому навалочный чан стремятся установить на самом верхнем этаже. Для выпуска из куба воздуха, вытесняемого спиртом, раньше открывали на кубе воздушный клапан. Если, как это бывает при современных методах ректификации, куб не охлаждается, то во избежание потерь спирта воздух вытесняют через воздушник ректификационной колонны.

Процесс ректификации. Одновременно с началом спуска навалки проводят прогрев жидкости в кубе через барботер. Обычно через 5 мин в колонне должно

создаться давление не менее 2500 мм вод. ст. После того как спирт покроет поверхность змеевиков, их включают в работу, а барботер выключают. В начале нагрева в змеевиках конденсируется много пара и конденсационный горшок не в состоянии его отвести, поэтому в это время часть конденсата спускают по отводной коммуникации. Как только колонна прогреется на $\frac{3}{4}$ высоты, следует пустить воду на дефлегматор и холодильник и ждать появления спирта в фонаре, что сопровождается выделением через воздушник у спиртового фонаря характерного едкого запаха уксусного альдегида.

При появлении первой порции спирта в фонаре усиленным притоком воды на дефлегматор добиваются конденсации в нем всех поступающих паров — проводят задержку выпуска спиртовых паров из колонны (иначе называемую осадкой погона) и заставляют таким образом аппарат работать «на себя» в течение 60—90 мин. Задержка способствует концентрированию на верхних тарелках колонны головных примесей (сложных эфиров, альдегидов, метанола), переходящих затем в эфиральдегидную фракцию.

Отношение количества флегмы к количеству выходящего из аппарата продукта называется флегмовым числом. Во время задержки флегмовое число равно бесконечности и расход пара поэтому возрастает. Однако этот прием позволяет сконцентрировать альдегиды и эфиры в верхней части колонны, прежде чем вынести их из аппарата. Во избежание нарушения режима перегонки во время задержки не следует сильно охлаждать флегму, температуру ее надо поддерживать на уровне 60°С путем периодического или непрерывного выпуска очень небольшого количества спиртового погона в фонарь.

По окончании задержки уменьшают поступление холодной воды на дефлегматор, выпускают струю спирта в спиртовой фонарь и начинают собственно сгонку спирта.

Скорость сгонки регулируют количеством поступающей на дефлегматор холодной воды. Для правильного регулирования поступления воды необходима самостоятельная подводка воды как на дефлегматор, так и на холодильник. На водяных кранах на трубах, подводящих воду к дефлегматору и холодильнику, устанавливают циферблаты, позволяющие регулировать поступление воды. Путем осторожного поворачивания ключа водяного

крана на линии, подводящей воду к дефлегматору, можно изменить количество поступающей воды, а тем самым и скорость сгонки.

Чтобы правильно судить о скорости сгонки, помимо показаний контрольного прибора надо следить за исправным состоянием отверстий на трубке спиртового фонаря аппарата, так как часовую скорость сгонки можно определять по высоте столба спиртовой жидкости в трубке фонаря. Шкала скоростей на спиртовом фонаре упрощает регулирование скорости сгонки.

Каждую фракцию отбирают в отдельный сборник (мерный резервуар), который подлежит обязательной государственной поверке один раз в 4 года.

После первой задержки крепость отходящих спиртовых паров обычно составляет 94% об. В начале сгонки из аппарата отделяется жидкость зеленого цвета или оттенка, имеющая неприятный характерный запах головных примесей, содержащая значительные количества эфиров и альдегидов. Это — эфиро-альдегидная фракция, которая отбирается со скоростью, равной 0,6 средней скорости сгонки I начального сорта, причем следует поддерживать равномерную скорость. Эфиро-альдегидная фракция — отход ректификации, она используется для приготовления денатурированного спирта и для других промышленных целей. Ее отбирают в количестве 3—4%. Крепость фракции вначале 92—94% об., постепенно она повышается до 96% об.

К концу отбора эфиро-альдегидной фракции спирт в фонаре становится бесцветным, тогда вновь проводят часовую задержку, а затем начинают отбирать III начальный сорт со скоростью, равной 0,8 скорости сгонки I начального сорта. Конец отбора III начального сорта устанавливается по пробе с серной кислотой (10:10) без нагревания. Через 10—15 мин после смешения равных количеств спирта и серной кислоты проба должна иметь желто-соломенную окраску. Обычно количество отбираемого III начального сорта составляет 3—4%.

Следует подчеркнуть, что процент отбора зависит от качества подвергаемого ректификации спирта; приведенные здесь и далее величины отбора сортов приближительные.

После отбора III начального сорта снова в течение часа проводят задержку выпуска спиртовых паров из

аппарата. В это время в случае необходимости ведут химическую обработку жидкости, оставшейся в кубе, марганцовокислым калием и каустической содой.

Затем отбирают II начальный сорт, по качеству близкий к сырому спирту. Скорость перегонки этого сорта 0,8 скорости перегонки I сорта. В конце отбора II начального сорта, примерно за час до перехода на отбор I сорта, целесообразно провести вторую кратковременную осадку продолжительностью около 30 мин, чтобы сконцентрировать головные примеси, имеющиеся в колонне. На отбор I сорта переходят после того, как при испытании пробы спирта с серной кислотой при кипячении, как предусмотрено стандартом на методы исследований этилового спирта, не произойдет окрашивания смеси.

Обычно II начальный сорт получают в количестве 10—12% от спирта, находящегося в кубе.

Вследствие большого содержания головных примесей для сокращения времени их концентрирования и выделения из колонны очень уместно пропускать горячую конденсационную воду из дефлегматора или из автоматов-водоотводчиков на 10-ю тарелку колонны (считая сверху). Воду пропускают через колонну во время задержек, а также два-три раза во время сгонки начальных сортов.

После перехода на отбор I сорта в первый час скорость сгонки составляет 0,9 от средней скорости отбора I сорта с доведением ее через час до нормальной для данного аппарата скорости. Отбор первой трети от оставшегося количества спирта I сорта обычно ведут с максимальной скоростью при крепости не ниже 95,3% об. Вторую треть I сорта отбирают с постепенно уменьшающейся скоростью, повышая крепость отбираемого спирта до 95,6% об. Остальное количество отбирают при еще более пониженной скорости сгонки (до 0,7—0,6 от средней скорости сгонки I сорта) с таким расчетом, чтобы в конце отбора I сорта крепость его была не ниже 96% об. Средняя крепость спирта при этом получается равной 95,5% об. Описанный режим сгонки предусматривает, что пока крепость спирта в кубе еще достаточно высока, сгонку ведут быстрее; это позволяет увеличить производительность аппарата и уменьшить расход пара. В течение всего времени отбора I сорта необходимо наблюдать

за крепостью сгоняемого спирта, чтобы она была не ниже выявленного на данном аппарате предела. За 4—6 ч до конца сгонки I сорта для повышения крепости спирта замедляют скорость, проводят осадку спирта в фонаре с доведением крепости его до 96,2% об. В это время тщательно следят за содержанием в ректификате сивушного масла, проводя пробы с салициловым альдегидом (по А. С. Комаровскому).

Если проба при взбалтывании немедленно принимает красную окраску, следует переходить на отбор концевого сорта. Спирта I сорта должно получаться не менее 75% от исходного количества.

Сгонку концевого сорта ведут с наибольшей скоростью, причем, как только крепость спирта в фонаре понизится до 90% об., включают барботер в кубе.

Когда в фонаре появляется муть, вызываемая присутствием значительных количеств изоамилового спирта, образующего эмульсию со слабым раствором этилового спирта, переходят на отбор сивушного масла, направляемого в маслопромыватель.

При понижении в дальнейшем крепости спирта в фонаре до 15% об. спирт содержит относительно небольшое количество сивушного масла, и последние фракции можно вновь отбирать в концевой сорт. Концевой сорт отбирают в количестве до 10%, а сивушного масла получают до 0,5%.

Сивушное масло целесообразнее отбирать через маслоотделитель, присоединенный к нижним тарелкам колонны (рис. 76). В этом случае извлечение сивушного масла происходит в то время, когда из спиртового фонаря еще отходит I сорт (ректификованный спирт). При работе по такому способу нет надобности останавливать аппарат для спуска отработавшей воды, а можно проводить его на ходу, после перехода всего спирта в колонну. Новое наполнение куба при работе по способу непрерывных наполнений (Г. И. Фертмана, А. Л. Покровского, Т. Л. Вишневской) проводят при пропуске в куб через барботер острого пара для поддержания в аппарате нормального давления и предотвращения слива спиртовой жидкости из колонны в куб.

Сгонка заканчивается при крепости спирта в фонаре 5% об. при колпачковых тарелках и 3% об. при ситчатых.

Сивушное масло, как и эфирно-альдегидную фракцию, во избежание загрязнения контрольных снарядов следует направлять, минуя их, непосредственно в соответствующий мерник.

Так как получаемые оборотные сорта (II и III начальные и концевой) подлежат повторной ректификации,

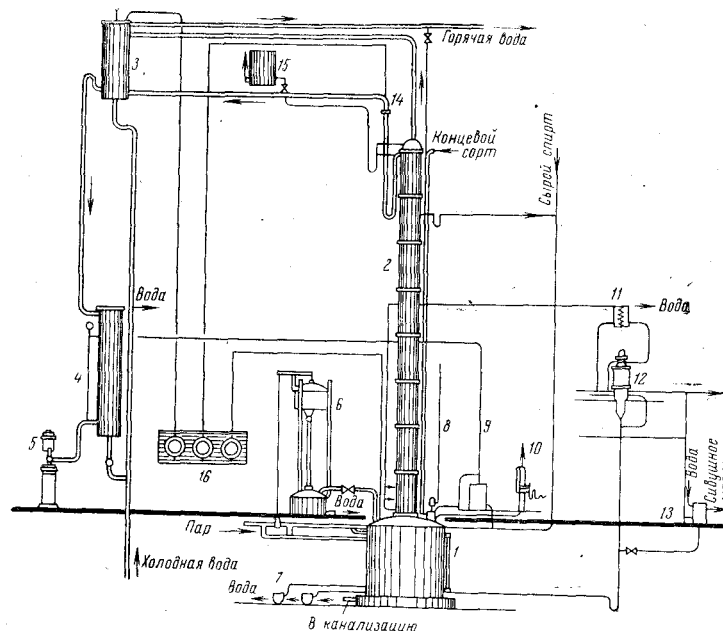


Рис. 76. Схема ректификации по способу непрерывных наполнений: 1 — куб, 2 — колонна, 3 — дефлегматор, 4 — холодильник, 5 — фонарь, 6 — паровой регулятор, 7 — конденсационные горшки, 8 — водяной манометр, 9 — спиртоволушка, 10 — пробный холодильник, 11 — холодильник сивушного масла, 12 — маслоотделитель, 13 — маслопромыватель, 14 — фонарь на флегменной трубе, 15 — бачок для подачи раствора щелочи, 16 — манометрические термометры.

причем II начальный сорт можно добавлять к подлежащей ректификации смеси головных и хвостовых фракций, то конечный выход ректифицированного спирта возрастает и составляет 90—95% (в пересчете на безводный спирт). Количество получаемых в результате ректификации конечных продуктов меньше количества взятого на ректификацию сырого спирта на величину потерь.

Фактические потери спирта при ректификации устанавливаются на основании данных инвентаризации. Списание потерь по нормативам запрещено. Величина потерь зависит от среднесуточной производительности ректификационного аппарата: она тем меньше, чем выше производительность.

Фактические потери при ректификации головных и хвостовых фракций коньячного производства на 30—50% выше норм, предусмотренных для ректификации мелассного сырого спирта.

При ректификации оборотных сортов, оставшихся от предыдущего года или поступивших извне, потери не должны превышать 0,3%, а на ректификацию сортов внутреннего оборота ректификационного отделения в течение года потери не начисляются.

Потери при ректификации связаны главным образом с испарением вместе с неконденсирующимися газами (воздух и углекислый газ) имеющегося в аппарате спирта через воздушники, а также возможным испарением спирта на пути прохождения готового продукта к спиртоприемнику. Потери зависят от температуры, их размер больше в теплое время года, в связи с чем считаются допустимыми различные потери при ректификации в зимние и летние месяцы.

Готовый продукт и все поступающие с аппарата сорта пропускаются через один из двух автоматически действующих контрольных приборов — начальные и конечной сорта через спиртоизмеряющий контрольный прибор и ректифицированный спирт — через пробоотбирающий контрольный прибор. Затем каждый сорт поступает в соответствующий мерник.

Опорожнение куба. Для прекращения сгонки закрывают вентиль на трубе, подающей пар на барботер, а затем закрывают паровой вентиль у парового регулятора, закрыв предварительно кран на трубе, которая соединяет нижний резервуар парового регулятора с кубом. Когда давление в кубе упадет, открывают находящийся на нем воздушник, закрывают поступление воды на дефлегматор, а после прекращения поступления жидкости в фонарь и на холодильник открывают спускной кран куба, отработавшую воду спускают в канализацию, закрывают спускной кран в канализацию на замок, после чего аппарат готов к приему новой навалки.

Периодически необходимо проводить очистку стальными щетками труб дефлегматора и холодильника от осадков и слизи, выпадающих из охлаждающей воды. Чем жестче вода, тем чаще нужно проводить очистку. Необходимо также периодически удалять накипь на трубах, отводящих охлаждающую воду из дефлегматора и холодильника.

Сдача выработанного спирта. Полученный в течение сгонки ректифицированный спирт сдается в один прием в спиртохранилище, через мерник. При каждой сдаче спирта из цеха проводят его испытание согласно стандарту. Подлежит испытанию согласно ГОСТ 81—41 также другой окончательный продукт — сивушное масло.

Получаемая эфирно-альдегидная фракция также подлежит сдаче и ее нельзя смешивать с оборотными начальными сортами, а нужно подвергать повторной ректификации для выделения этилового спирта, а затем использовать в качестве технического сырья.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ДРУГИХ ОТХОДОВ КОНЬЯЧНОГО ПРОИЗВОДСТВА

Промывные воды, получаемые после промывки резервуаров, бочек из-под виноматериалов и спирта-сырца, клеевые осадки, отработавший фильтр-картон направляются на утилизацию в целях извлечения содержащегося в них спирта путем отгона.

Плотности водно-спиртовых растворов с содержанием этилового спирта (q) от 50 до 75% об. при температуре (t) от +30 до -25°С

t \ q	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
	q										
50	0,94479	0,94409	0,94340	0,94270	0,94201	0,94131	0,94059	0,93988	0,93915	0,93843	0,93770
51	298	228	157	087	016	93945	83873	800	727	654	580
52	112	042	93971	93900	93828	756	683	609	535	461	387
53	93923	93852	780	708	636	563	489	415	340	265	190
54	730	658	586	512	439	366	291	216	141	065	92989
55	533	460	387	313	238	164	089	013	92938	92862	885
56	332	258	184	110	035	92959	92883	92807	731	655	577
57	127	053	92978	92904	92828	752	676	599	521	445	366
58	92919	92844	769	694	618	542	464	387	309	232	153
59	708	632	556	480	404	328	250	173	094	016	91937
60	494	418	342	265	189	112	034	91956	91877	91798	718
61	277	201	124	047	91970	91893	91814	735	656	576	496
62	056	91979	91902	91825	747	670	591	511	432	352	272
63	91832	755	677	600	522	444	365	285	205	125	045
64	606	528	450	371	293	214	135	055	90975	90894	90814
65	377	298	220	141	062	90982	90903	90823	743	662	582
66	145	066	90987	90908	90829	749	670	589	509	427	346
67	90911	832	753	672	592	512	433	352	271	190	109
68	673	594	515	435	355	275	194	113	032	89951	89869
69	433	353	273	193	113	033	89952	89871	89790	709	627
70	190	110	030	89950	89870	89790	709	628	546	464	382
71	89945	89865	89785	705	625	544	462	381	299	217	135
72	696	616	536	456	376	295	213	132	050	88968	88886
73	445	365	285	205	125	044	88962	88880	88798	716	633
74	192	112	031	88950	88870	88789	707	625	543	460	377
75	88935	88855	88774	693	612	531	449	367	285	202	119

Продолжение

t \ q	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	q
50	0,93697	0,93625	0,93550	0,93475	0,93399	0,93324	0,93248	0,93172	0,93096	0,93019	50
51	506	433	357	281	205	128	052	92976	92899	92829	51
52	311	237	161	084	007	92930	92853	776	699	621	52
53	114	039	92961	92884	92807	729	652	574	497	418	53
54	92913	92836	759	682	604	525	447	368	291	212	54
55	708	630	553	475	397	318	240	161	082	003	55
56	500	422	344	266	186	108	029	91950	91870	91790	56
57	288	210	131	053	91973	91894	91815	736	656	576	57
58	074	91995	91916	91837	757	678	598	519	438	358	58
59	91858	779	699	619	539	460	379	300	219	138	59
60	638	559	479	398	318	238	157	078	90997	90916	60
61	416	336	256	175	094	014	90933	90853	772	691	61
62	192	112	031	90950	90868	90788	707	626	545	463	62
63	90965	90884	90803	722	640	559	478	395	314	232	63
64	734	653	572	491	409	327	245	163	081	89999	64
65	501	420	339	257	175	093	010	89928	89846	764	65
66	265	184	102	020	89938	89856	89773	691	608	526	66
67	028	89946	89864	89782	700	617	534	452	368	286	67
68	89788	706	624	541	459	376	293	210	127	045	68
69	545	463	381	298	215	132	049	88965	88882	88799	69
70	300	217	135	052	88969	88886	88803	719	635	551	70
71	053	88970	88887	88804	721	637	554	470	386	302	71
72	88803	720	637	553	470	386	303	219	135	051	72
73	550	467	384	300	216	132	048	87964	87880	87796	73
74	294	211	128	044	87959	87876	87791	706	622	538	74
75	036	87952	87869	87785	700	615	530	445	361	277	75

Продолжение

$\frac{t}{q}$	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	$\frac{t}{q}$
50	0,92943	0,92866	0,92789	0,92712	0,92634	0,92557	0,92481	0,92405	0,92327	0,92249	50
51	745	667	590	513	435	357	280	202	125	046	51
52	544	466	389	311	232	154	076	91998	91920	91841	52
53	340	262	184	105	025	91947	91869	791	712	632	53
54	133	055	91976	91897	91817	738	659	581	501	421	54
55	91924	91845	766	686	606	526	447	368	288	208	55
56	711	632	552	472	392	312	232	152	072	90992	56
57	497	417	337	257	176	095	014	90933	90853	773	57
58	279	199	119	038	90957	90876	90795	714	632	552	58
59	059	90979	90898	90817	736	655	573	491	409	329	59
60	90836	755	674	593	512	431	349	267	185	104	60
61	610	529	448	367	285	204	122	039	89957	89876	61
62	382	300	219	137	055	89973	89891	89808	726	644	62
63	150	068	89987	89904	89822	740	658	575	493	411	63
64	89917	89835	753	670	587	505	423	340	258	176	64
65	682	599	517	434	350	268	186	103	021	88938	65
66	444	361	278	195	111	029	88947	88864	88781	697	66
67	204	120	037	88954	88870	88787	705	622	539	455	67
68	88961	88877	88794	711	627	544	461	378	295	211	68
69	716	632	548	465	381	298	215	132	048	87964	69
70	468	384	300	217	132	049	87966	87883	87799	715	70
71	219	135	051	87967	87882	87798	715	631	547	463	71
72	87967	87882	87798	714	629	545	462	378	293	208	72
73	712	627	543	458	373	288	204	120	035	86950	73
74	454	369	285	200	114	030	86945	86860	86775	690	74
75	193	108	024	86939	68853	86769	683	598	512	427	75

Продолжение

$\frac{t}{q}$	-0	-1	-2	-3	-4	-5	-6	-7	-8	-9	-10	-11	-12	$\frac{t}{q}$
50	0,94448	0,9455	0,9461	0,9468	0,9475	0,9482	0,9489	0,9496	0,9402	0,9409	0,9416	0,9423	0,9430	50
51	30	37	43	50	57	64	71	78	85	92	99	06	13	51
52	11	18	25	32	39	46	53	60	67	74	81	88	95	52
53	9392	9399	9387	9394	9382	9390	9397	9384	9391	9399	9386	9393	9380	53
54	73	80	68	75	82	89	16	23	30	37	44	51	58	54
55	53	60	48	55	62	69	77	84	91	98	05	12	19	55
56	33	40	27	34	41	48	55	62	69	76	83	90	97	56
57	13	20	06	13	20	27	34	41	48	55	62	69	76	57
58	9292	9299	9285	9293	9279	9287	9294	9280	9287	9295	9281	9288	9274	58
59	71	78	64	71	78	85	92	99	06	13	20	27	34	59
60	49	57	43	50	57	64	71	78	85	92	99	06	13	60
61	28	35	21	28	35	42	49	56	63	70	77	84	91	61
62	06	13	00	06	13	20	27	34	41	48	55	62	69	62
63	9183	9191	9198	9183	9191	9199	9184	9191	9199	9184	9191	9199	9184	63
64	61	68	76	83	90	96	03	10	17	24	31	38	45	64
65	38	45	53	60	67	74	81	88	95	02	09	16	23	65
66	14	22	30	38	45	53	61	68	76	83	90	97	04	66
67	9091	9099	9083	9090	9098	9082	9090	9074	9082	9066	9074	9058	9066	67
68	67	75	83	90	97	04	11	18	25	32	39	46	53	68
69	43	51	59	67	74	82	89	96	03	10	17	24	31	69
70	19	27	34	42	50	58	66	73	80	87	94	01	08	70
71	0,8994	0,9002	0,9010	0,9018	0,9026	0,9034	0,9041	0,9049	0,9057	0,9065	0,9072	0,9080	0,9088	71
72	70	877	8985	8993	9001	9009	9017	9024	9032	9040	9048	9055	9063	72
73	44	52	60	68	76	84	92	00	08	16	24	32	40	73
74	19	27	35	43	51	59	66	74	82	90	98	06	14	74
75	8894	01	09	17	25	33	41	49	56	64	72	80	88	75

Продолжение															
t		q													
		-13	-14	-15	-16	-17	-18	-19	-20	-21	-22	-23	-24	-25	
q	t														
50	0,9536	0,9543	0,9550	0,9557	0,9564	0,9570	0,9577	0,9584	0,9590	0,9597	0,9604	0,9610	0,9617	50	
51	19	26	33	40	47	53	60	67	74	81	88	95	01	51	
52	02	09	16	23	29	36	43	50	57	64	70	77	84	52	
53	9484	9491	9497	9505	9512	9519	9525	9532	9539	9546	9553	9560	9567	53	
54	65	72	79	9486	9493	9482	9489	9496	9503	9510	9517	9524	9531	54	
55	46	53	60	67	74	81	88	94	95	96	97	98	99	55	
56	27	34	41	48	55	63	70	77	84	91	98	05	12	56	
57	07	14	21	29	36	43	50	57	64	71	78	85	92	57	
58	9387	9394	9401	9409	9416	9423	9430	9437	9444	9451	9458	9465	9473	58	
59	66	74	81	88	94	95	96	97	98	99	00	01	02	59	
60	46	53	60	67	74	81	88	94	95	96	97	98	99	60	
61	24	32	39	46	53	61	68	75	82	89	96	04	11	61	
62	03	10	17	25	32	39	47	54	61	68	76	83	90	62	
63	9281	9288	9295	9303	9310	9317	9325	9332	9339	9347	9354	9361	9369	63	
64	59	66	73	80	88	95	03	10	17	25	32	39	47	64	
65	36	43	51	58	66	73	80	88	95	03	10	17	24	65	
66	13	21	28	35	43	50	58	65	73	80	88	95	02	66	
67	9190	9198	9205	9213	9220	9227	9235	9242	9250	9257	9265	9272	9279	67	
68	67	74	82	89	97	04	12	19	27	34	41	49	56	68	
69	43	51	58	66	73	81	88	96	03	11	18	25	33	69	
70	19	27	34	42	49	57	64	72	79	87	94	02	09	70	
71	9095	9103	9110	9118	9125	9133	9140	9148	9155	9163	9170	9178	9185	71	
72	71	79	87	95	01	08	16	24	31	39	46	54	61	72	
73	46	53	61	69	76	84	91	99	07	14	22	29	37	73	
74	21	28	36	44	51	59	67	74	82	90	97	05	12	74	
75	8995	9003	9011	9018	9026	9034	9041	9049	9057	9065	9072	9080	9087	75	

ТАБЛИЦА III
Вес 1 л водно-спиртового раствора (в г), необходимый по показаниям стеклянного спиртомера типа А

Крепость, раствора, %	Вес 1 л раствора при видимой крепости по показаниям спиртомера, десятые доли %									
	0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
30	962,24	962,12	962,00	961,88	961,75	961,64	961,52	961,39	961,26	961,13
31	961,00	960,88	960,15	960,63	960,50	960,37	960,24	960,11	959,98	959,85
32	959,72	959,59	959,46	959,33	959,20	959,07	958,94	958,81	958,67	958,53
33	958,39	958,26	958,13	958,00	957,86	957,73	957,60	957,46	957,32	957,18
34	957,04	956,90	956,76	956,62	956,48	956,34	956,20	956,05	955,92	955,78
35	955,63	955,49	955,35	955,20	955,06	954,92	954,78	954,64	954,49	954,34
36	954,19	954,05	953,90	953,76	953,61	953,46	953,31	953,16	953,01	952,86
37	952,71	952,55	952,40	952,25	952,10	951,95	951,80	951,65	951,50	951,35
38	951,19	951,04	950,88	950,73	950,57	950,42	950,27	950,11	949,96	949,80
39	949,64	949,49	949,34	949,18	949,02	948,86	948,70	948,54	948,38	948,22
40	948,06	947,90	947,74	947,58	947,42	947,26	947,10	946,94	946,77	946,60
41	946,44	946,28	946,11	945,95	945,78	945,62	945,45	945,29	945,13	944,96
42	944,79	944,62	944,45	944,28	944,11	943,94	943,77	943,60	943,43	943,26
43	943,09	942,92	942,75	942,57	942,40	942,23	942,05	941,88	941,70	941,52
44	941,34	941,17	941,00	940,82	940,64	940,46	940,28	940,10	939,92	939,74
45	939,56	939,38	939,20	939,02	938,84	938,66	938,48	938,30	938,12	938,03
46	937,75	937,57	937,39	937,20	937,02	936,84	936,65	936,47	936,29	936,10
47	935,91	935,73	935,55	935,37	935,18	934,99	934,80	934,61	934,42	934,23
48	934,04	933,85	933,66	933,47	933,28	933,09	932,90	932,71	932,52	932,32
49	932,13	931,94	931,75	931,55	931,36	931,17	930,98	930,79	930,59	930,39

Продолжение

Крепость, раствора, %	Вес 1 л раствора при видимой крепости по показаниям спиртомера, десятые доли %									
	0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
50	930,19	930,00	929,80	929,61	929,41	929,22	929,02	928,82	928,62	928,42
51	928,22	928,02	927,52	927,62	927,42	927,22	927,02	926,82	926,62	926,41
52	926,21	926,00	925,89	925,60	925,39	925,19	924,99	924,79	924,59	924,38
53	924,18	923,98	923,77	923,57	923,37	923,16	922,96	922,75	922,54	922,33
54	922,12	921,92	921,71	921,50	921,29	921,08	920,87	920,66	920,45	920,24
55	920,03	919,82	919,61	919,40	919,18	918,97	918,76	918,54	918,33	918,11
56	917,90	917,69	917,48	917,27	917,05	916,84	916,63	916,41	916,19	915,97
57	915,75	915,54	915,32	915,10	914,89	914,67	914,46	914,24	914,02	913,80
58	913,58	913,36	913,14	912,92	912,70	912,48	912,26	912,04	911,82	911,60
59	911,38	910,16	910,94	910,72	910,50	910,28	910,05	909,83	909,60	909,38
60	909,16	908,94	908,71	908,49	908,27	908,04	907,81	907,59	907,36	907,14
61	906,91	906,69	906,47	906,24	906,01	905,78	905,55	905,32	905,09	904,86
62	904,63	904,40	904,17	903,94	903,71	903,48	903,25	903,02	902,79	902,55
63	902,32	902,09	901,86	901,62	901,39	901,16	900,93	900,70	900,46	900,23
64	899,99	899,76	899,52	899,29	899,05	898,82	898,59	898,35	898,12	897,88
65	897,64	897,40	897,17	896,94	896,70	896,46	896,22	895,98	895,74	895,50
66	895,26	895,02	894,78	894,54	894,30	894,06	893,82	893,58	893,34	893,10
67	892,86	892,62	892,38	892,13	891,89	891,65	891,40	891,16	890,91	890,67
68	890,43	890,19	889,95	889,70	889,46	889,22	888,97	888,73	888,48	888,23
69	887,98	887,73	887,49	887,24	887,00	886,75	886,50	886,25	886,00	885,75

Вес 1 л раствора при видимой крепости по показаниям спиртомера, десятые доли %

Крепость, раствора, %	Вес 1 л раствора при видимой крепости по показаниям спиртомера, десятые доли %									
	0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
70	885,51	885,27	885,02	884,77	884,52	884,27	884,02	883,77	883,52	883,27
71	883,02	882,77	882,52	882,26	882,01	881,76	881,50	881,25	881,00	880,70
72	880,49	880,24	879,98	879,73	879,48	879,22	878,97	878,72	878,47	878,22
73	877,96	877,70	877,45	877,20	876,94	876,68	876,42	876,16	875,90	875,64
74	875,38	875,12	874,86	874,60	874,34	873,98	873,72	873,46	873,20	872,93
75	872,77	872,51	872,25	871,99	871,72	871,46	871,20	870,94	870,68	870,41
76	870,15	869,89	869,62	869,36	869,10	868,83	868,56	868,30	868,03	867,87
77	867,50	867,23	866,96	866,69	866,42	866,15	865,88	865,61	865,34	865,07
78	864,80	864,53	864,25	863,98	863,71	863,44	863,16	862,88	862,61	862,34
79	862,07	861,80	861,53	861,25	860,98	860,71	860,43	860,16	859,88	859,60
80	859,32	859,05	858,77	858,49	858,21	857,93	857,65	857,37	857,09	856,81
81	856,53	856,25	855,97	855,69	855,40	855,12	854,83	854,55	854,26	853,98
82	853,69	853,40	853,12	852,89	852,55	852,26	851,98	851,69	851,40	851,11
83	850,82	850,53	850,24	849,95	849,66	849,37	849,08	848,79	848,50	848,20
84	847,91	847,62	847,33	847,03	846,74	846,44	846,15	845,85	845,55	845,25
85	844,95	844,65	844,35	844,05	843,75	843,45	843,15	842,85	842,55	842,25
86	841,94	841,64	841,34	841,03	840,72	840,41	840,10	839,80	839,49	839,08
87	838,87	838,56	838,25	837,94	837,63	837,31	837,00	836,68	836,37	836,05
88	835,74	835,42	835,10	834,78	834,46	834,14	833,82	833,50	833,18	832,86
89	832,54	832,22	831,89	831,57	831,24	830,91	830,59	830,25	829,92	829,59
90	829,26	828,93	828,60	828,27	827,94	827,60	827,26	826,92	826,58	826,24

ЛИТЕРАТУРА¹

Агабальянц Г. Г., Маслов В. А. Получение коньячного спирта непрерывной перегонки. «В и В СССР», 1960, № 5.

Андреев В. В. Применение ионообменных смол для извлечения винной кислоты. ЦИНТИпищепром. Сб. «Пищевая промышленность (винодельческая)», 1963, № 1.

Андреев В. В. Комплексное удаление металлов из коньячных спиртов с помощью катионита. «Садоводство, виноградарство и виноделие Молдавии», 1967, № 4.

Андреев В. В., Шапошник С. Ш., Эдельман Г. А. Промышленная установка для демеетализации коньячных спиртов и коньяков. «Садоводство, виноградарство и виноделие Молдавии», 1967, № 9.

Венскевичус И. П., Бернатонис И. В. и Б. В. Определение коэффициентов ректификации акролеина, уксусного и кротонового альдегидов. Сб. «Пищевая промышленность» (пивоваренная, безалкогольная, винодельческая и др.). ЦИНТИпищепром, 1962, № 4.

Вюстенфельд Г. Гезелер. Производство ликеро-водочных изделий. Пищепромиздат, 1956.

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

Гогичайшвили Е. А. Условия образования и накопления энантиомерного эфира. Труды Института садоводства, виноградарства и виноделия ГССР. Т. 13, 1961.

Джанполадян Л. М. Изменение некоторых физических свойств древесины коньячных бочек в процессе выдержки коньяка. Труды Института виноградарства, виноделия и плодоводства МСХ Армянской ССР. Вып. 3, 1957.

Джанполадян Л. М. и др. О системе ступенчатых доливок. ЦИНТИпищепром, 1961.

Джанполадян Л. М. Очерки развития отечественного коньячного производства. Изд-во «Айастан», Ереван, 1966.

Духовный А. И. Определение емкости коньячных бочек СГ. Труды Всесоюзной конференции по коньячному производству. Ереван, 1961.

Егоров И. А., Родопуло А. К. Количественное определение высших спиртов методом хроматографии на бумаге. «Биохимия виноделия». Сб. 7. АН СССР, 1963.

Егоров И. А., Борисова Н. Б. Ароматические альдегиды коньячного спирта. Труды ВНИИВ «Магарач». Т. 5, 1957.

Егоров И. А., Родопуло А. К. Изучение химического состава коньячных спиртов. Тезисы докладов Первого Всесоюзного биохимического съезда. Изд. АН СССР, 1963.

¹ В этот список не включена литература, использованная в 1-м издании.

Жбанков Б. В., Фирисюк В. Р. Механизация и автоматизация ликеро-водочного производства. Изд-во «Техшка», Киев, 1965.

Зорабян С. Н. Коньячный аппарат прямой перегонки. «В и В СССР», 1961, № 5.

Кишковский З. Н. Виноделие Франции. ЦИНТИпищепром, 1963.

Лашхи А. Д. Химия и технология грузинского коньяка. Изд-во «Генатлеба», Тбилиси, 1967.

Липис Б. В., Мамакова З. А. Анализ летучих компонентов вин, коньяков и спирта-сырца методом газо-жидкостной хроматографии. «В и В СССР», 1963, № 3.

Липис Б. В., Малтабар В. М., Мамакова З. А. Определение летучих веществ методом газо-жидкостной хроматографии.

Липис Б. В., Малтабар В. М., Мамакова З. А., Ульянов М. Г. Изучение состава летучих соединений в продуктах переработки винограда с помощью газо-жидкостной хроматографии. «Виноградарство и виноделие Молдавии», 1967, № 2.

Липис Б. В., Мамакова З. А., Соколова А. Ф. О содержании уксусного альдегида и этилацетата в водно-спиртовых растворах, вине, коньячном спирте и коньяке. Труды МНИИППа. Т. 7, 1967.

Ломакин В. В., Малтабар В. М., Ульянов М. Т. Автоматическое управление процессом непрерывной перегонки вина на коньячный спирт. «Садоводство, виноградарство и виноделие Молдавии», 1965, № 7.

Майоров В. С. Содержание метилового спирта в коньячных спиртах и виноградной водке. «В и В СССР», 1956, № 7.

Малтабар В. М. Пути улучшения качества вин и коньяков Молдавии. Кишиневский институт экономических исследований и НТИ при Госплане МССР, 1966.

Малтабар В. М., Гушан А. И. Влияние дубильных веществ различной степени окисленности на процесс оклейки коньяка, «Садоводство, виноградарство и виноделие Молдавии», 1959, № 5.

Малтабар В. М., Липис Б. В. и др. Влияние температуры сбраживания сусла на состав легколетучих веществ. «Садоводство, виноградарство и виноделие Молдавии», 1967, № 10.

Малтабар В. М., Олейник С. П. Коньячное производство в Болгарии. «ВиВ СССР», 1959, № 6.

Малтабар В. М., Фертман Г. И., Гушан А. И. Отбор головной фракции при перегонке виноматериалов. «ВиВ СССР», 1959, № 4.

Маслов В. А. Процессы и перегонные аппараты в коньячном производстве. ЦИНТИпищепром, 1961.

Маслов В. А. Влияние системы аппарата и режима его работы на состав и качество коньячного спирта. Труды ВНИИВиВ «Магарац». Т. 5, 1957.

Маслов В. А. К вопросу новообразования примесей при непрерывной перегонке виноматериалов на коньячный спирт. «ВиВ СССР», 1960, № 7.

Маслов В. А. Коэффициенты ректификации и испарения при непрерывной перегонке. «ВиВ СССР», 1962, № 5.

Мнджоян Е. Л. Вакуум-перегонка в спиртовом производстве.

Сб. «Пищевая промышленность (винодельческая)». ЦИНТИпищепром, 1964, № 1.

Мнджоян Е. Л., Джаназян Р. С. Влияние срока сбора винограда на состав и качество коньячного спирта. Сб. «Пищевая промышленность (винодельческая)». ЦИНТИпищепром, 1963, № 6.

Мнджоян Е. Л., Назарян С. Н. О технологии коньячных виноматериалов. «ВиВ СССР», 1964, № 1.

Мнджоян Е. Л., Фертман Г. И. Влияние сорта винограда на состав погонов, получаемых при перегонке. Научно-техническая информация (винодельческая промышленность) № 6. ЦИНТИпищепром, 1965.

Нилов В. И., Скурихин И. М. Химия виноделия. Изд-во «Пищевая промышленность», 1967.

Нилов В. И., Скурихин И. М. Технология выдержки коньячных спиртов в эмалированных резервуарах. «Научные достижения в производстве». Изд-во «Крым», 1964.

Нилов В. И., Скурихин И. М. Получение энантиомерного эфира из винных осадочных дрожжей и возможность его использования. «ВиВ СССР», 1962, № 3.

Павлов Г. А., Липис Б. В., Малтабар В. М., Мамакова З. А. Улавливание паров спирта, уносимых углекислым газом при брожении. «Садоводство, виноградарство и виноделие Молдавии», 1967, № 9.

Родопуло А. К., Егоров И. А., Писарницкий А. Ф. Определение состава сивушных масел в коньячном спирте методом газо-жидкостной хроматографии. «ВиВ СССР», 1963, № 3.

Семенов Н. Т. Влияние оклейки на качество обычных коньяков. «ВиВ СССР», 1964, № 2.

Сирбиладзе А. Л. Грузинский коньяк. Труды института виноградарства и виноделия АН Грузинской ССР. Т. 9, 1956.

Сирбиладзе А. Л. Применение окрашенных бочек для выдержки коньячных спиртов. «ВиВ СССР», 1958, № 1.

Сирбиладзе А. Л. Созревание коньячного спирта в бочках разного возраста. «ВиВ СССР», 1960, № 5.

Сисакян Н. М., Егоров И. А. Некоторые вопросы химии и биохимии коньячного производства. Сб. «Биохимия виноделия» № 6. Изд. АН СССР, 1960.

Скурихин И. М. Стеллажный способ хранения коньячных спиртов. «ВиВ СССР», 1967, № 2.

Скурихин И. М., Ефимов Б. Н., Нилов В. И. Улучшение качества коньяков путем добавления низкомолекулярных фракций продуктов этанолиза лигнина дуба. «ВиВ СССР», 1967, № 2.

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

Скурихин И. М. и Ефимов Б. Н. О превращении компонентов экстрактов при созревании коньячных спиртов. «Известие вузов. Пищевая технология», № 6, 1963.

Скурихин И. М. О теории потери коньячного спирта при выдержке в дубовых бочках. «ВиВ СССР», 1966, № 3.

Скурихин И. М. Химические превращения при выдержке коньячных спиртов. Труды 2-й Всесоюзной конференции по коньячному производству. Ереван, 1961.

Ульянкин М. Г. Преднагреватель вина для аппарата К-5. «Садоводство, виноградарство и виноделие Молдавии», 1960, № 7.

Ульянкин М. Г., Малтабар В. М., Андреев А. А. Рудь Г. Г., Ревенко Н. Д. Поточная механизированная линия для переработки винограда на коньячный спирт. Труды МНИИППа. Т. 4, 1964.

Ульянкин М. Г., Ладыжанский И. А., Малтабар В. М. К вопросу об эффективности технического прогресса в производстве коньячного спирта. Труды МНИИППа. Т. 4, 1964.

Фертман Г. И. Ректификация спирта при утилизации отходов виноделия. Кишинев, Молдавское НТО пищевой промышленности, 1959.

Фертман Г. И., Духовный А. И. Современные методы измерения емкостей в винодельческой промышленности. ЦИНТИпищепром, 1961.

Фертман Г. И. Основы перегонки в коньячном производстве Труды 2-й Всесоюзной научно-технической конференции по коньячному производству, Ереван, 1961.

Фертман Г. И., Литвак В. С. Использование головных и хвостовых погонов в коньячном производстве. Сб. «Пищевая промышленность (винодельческая)», 1964, № 3, ЦИНТИпищепром.

Фертман Г. И., Мнджоян Е. Л. Спектрофотометрическая оценка погонов, используемых при перегонке коньячных вино-материалов. «Вив СССР», 1965, № 8.

Фертман Г. И., Мнджоян Е. Л. Влияние технологических приемов обработки вино-материалов на состав полученных при перегонке погонов. Научно-техническая информация (винодельческая промышленность). ЦИНТИпищепром, № 5, 1965.

Фертман Г. И., Егоров А. С. Учет содержания этилового спирта в коньячном производстве. «Вив СССР», 1966, № 7.

Фертман Г. И., Егоров А. С. Уточнение методики определения емкости винных и коньячных бочек. «Вив СССР», 1967, № 3.

Фертман Г. И. Основы кондиционирования производственной воды в коньячном производстве. Тезисы докладов Научно-технической конференции по коньячному производству. Ереван, 1968.

Цитовский С. И. Новая бутылкомоечная машина. Сб. «Автоматизация и механизация производственных процессов в ликеро-водочной промышленности». ЦИНТИпищепром, 1960.

Шприцман Э. М. Дубильные вещества древесины дуба и их превращения в процессе созревания коньячных спиртов. Труды МНИИППа. Т. 2, 1962.

Шприцман Э. М. Окислительно-восстановительные процессы при выдержке коньячных спиртов и коньяков. Труды МНИИППа. Т. 2, 1962.

Шприцман Э. М. Окислительно-восстановительные процессы при выдержке коньячных спиртов. Садоводство, виноградарство и виноделие Молдавии, 1959, № 2.

Шприцман Э. М. К выяснению роли отдельных компонентов древесины дуба в формировании коньячного спирта. Труды Молдавского научно-исследовательского института садоводства, виноградарства и виноделия. Т. 4, 1959.

Штерк П. М. и др. Сборник нормативов расхода сырья, вспомогательных материалов, топлива и электроэнергии действующих на предприятиях главного управления винодельческой промышленности МПП Молдавской ССР, Кишинев, Партиздат, 1966.

Яковлев П. М., Харитонов Н. Ф., Алексеенко М. М., Кантур Г. Е. Технологическое оборудование вино-дельческих предприятий. Т. 10. Изд-во «Пищевая промышленность», 1964.

Личев В., Петрова К., Георгиева Е. Върху термичната обработка на коньячния спирт. Научни трудове на НИИВПП. Т. 2. София, 1958.

Личев В. Върху стойността на РН на коньячния спирт. Научни трудове на НИИВПП. Т. 2. София, 1959.

Личев В. Насоки за усъвършенстване колоните с непрекъснато действие при производство на конячен дестилат. «Лозарство и винарство», 1964, № 7.

Личев В. и др. Относно съдържанието на микрослеме-та в конячния дестилат научни трудове на НИИВПП. Т. 10, София, 1968.

Личев В. и др. Върху използването на полярографския метод за изследване на алдехидното съдържание на конячни спиртове. Научни трудове на НИИВПП. Т. 4, София, 1961.

Личев В. Върху съдържанието флавонови производни в конячния спирт. «Лозарство и винарство», 1962, № 5.

Belliet E. M., Bulletin de la société Chimique de France. Vol. 33, N 1, 1950.

Bachmann I. A., Wilkins K., Пат. США, N 208691, 1937. Dehauer E., Belien H. Reichstoffe und Aromen, Vol. 9, N 4, 1959.

Grossfeld I., Miermeister A. Z. Vol. 56, 1928. Goulmes P., Dieuzede I. C. Ann. fals. et fr., Vol. 47, N 541—542, 1954.

Guymon I. E., Crowell E. A. Journ. of A. O. A. C. Vol. 46, N 2, 1963.

Glaudon E., Morin E. Compt. rend. Acad. Scin. Vol. 104, 1887.

Hennig K., Burkhardt P. «Wwinberg und Keller», N 7, 1962.

Janiki J., Sabkowska E., Mazur G., Pawlowski J., Roczn. Wvysz. slzkolvroen Poznani T., 1958.

Joslyn A., Amerine M. A. Commercial production of brandies. Bull. Californ. agricult. exp. station Berkeley. 2, 652, Sept. 1941.

Lafon J., Couillaud P. «Ann. Fals et Fr.», Vol. 46, N 529—530, 1953.

Lafon R., Lafon J., Couillaud P. Notes sur la Distillation dans les Charantes, Station Viticole du Cognac, Saintes, 1954.

Peynaud E. «Ind. agric. alim.» Vol. 73, 1956.

Peynaud E., Lafon M. «Ann. fols. fr.» Vol. 44, N 511—513, 1954.

Procopio M. «Revista di viticultura e di enologia». Vol. 11, N 8, 1958.

Procopio M., «Revista di viticultura e di enologia». Vol. 11, N 9, 1958.

Procopio M., «Revista di viticultura e di enologia». Vol. 5, N 6, 1952.

Ribereau-Gayon J., Peynaud E. Traité d'oenologie, T. 1.2. Paris et Liege, 1961.

Schneyder J. «Mitt. Klosterneuburg», Vol. 8, N 4, 1958.

ОГЛАВЛЕНИЕ

От авторов	3
Введение	4
Глава I. Сорта винограда коньячного направления	9
Требования, предъявляемые к сортам винограда коньячного направления	9
Районирование и подбор сортов	12
Сроки сбора винограда на переработку	14
Сбор и транспортировка винограда	20
Глава II. Коньячные виноматериалы	21
Требования, предъявляемые к коньячным виноматериалам	21
Производство коньячных виноматериалов и их хранение	26
Глава III. Теоретические основы перегонки	33
Основы фазового равновесия жидких смесей	34
Поведение других летучих веществ при перегонке	42
Процессы, происходящие в кубе при перегонке виноматериалов и спирта-сырца	61
Глава IV. Технологические схемы получения коньячных спиртов	65
Двукратная перегонка	66
Однократная перегонка	71
Побочные продукты	72
Состав фракций, получаемых при фракционной перегонке	73
Вакуум-перегонка	80
Непрерывная перегонка	82
Спиртометрия и учет при перегонке	88
Глава V. Перегонные аппараты	90
Кубовые перегонные аппараты (шарантского типа)	90
Аппарат с дефлегмационными тарелками	98
Аппарат однократной перегонки ПУ-500	100
Аппараты непрерывного действия	102
Глава VI. Перегонка виноматериалов и спирта-сырца	113
Подготовка перегонных аппаратов к работе и их проверка	113
Контроль за работой аппаратов	117

Получение коньячного спирта двукратной перегонкой	120
Получение коньячного спирта однократной перегонкой	129
Получение коньячного спирта на аппаратах непрерывного действия	133
Остановка аппарата	141
Контроль перегонки	141
Требования, предъявляемые к коньячным спиртам	148

Глава VII. Теоретические основы созревания и выдержки коньячных спиртов	150
--	------------

Роль древесины дуба в созревании коньячных спиртов	151
Окислительно-восстановительные процессы при созревании коньячных спиртов	160
Химические изменения при выдержке коньячных спиртов	164
Физические изменения при выдержке коньячных спиртов	172
Выдержка и уход за коньячными спиртами	179
Методы ускоренного созревания коньячных спиртов	189
Учет коньячных спиртов при выдержке	196

Глава VIII. Приготовление коньяка	202
--	------------

Марки коньяков	202
Купаж коньяков	204
Технология приготовления вспомогательных материалов	205
Проведение купажа	220
Обработка и выдержка коньяка	228
Розлив коньяка в бутылки	241
Транспортировка коньяка	243
Контроль при приготовлении коньяка	245
Учет при приготовлении коньяка	249
Дегустация коньяка	250

Глава IX. Аппаратура цеха обработки и розлива коньяка	254
--	------------

Аппаратура купажного отделения	254
Аппаратура цеха розлива коньяка	268

Глава X. Утилизация отходов коньячного производства	296
--	------------

Утилизация коньячной барды	296
Использование головных и хвостовых фракций	309
Использование других отходов коньячного производства	327
Приложения	328
Литература	337