

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«ОРЕНБУРГСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ АГРАРНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ДЛЯ ОБУЧАЮЩИХСЯ
ПО ОСВОЕНИЮ ДИСЦИПЛИНЫ**

Б1.В.ДВ.08.02 Технология спиртового производства

Направление подготовки *35.03.07 Технология производства и переработки
сельскохозяйственной продукции*

Профиль образовательной программы *Хранение и переработка
сельскохозяйственной продукции*

Форма обучения *очная*

СОДЕРЖАНИЕ

1. Конспект лекций

- 1.1 Лекция № 1 *Введение в производство спирта*
- 1.2 Лекция № 2 *Прием, хранение и подготовка сырья к переработке*
- 1.3 Лекция № 3 *Водно-тепловая обработка зерна и картофеля*
- 1.4 Лекция № 4 *Осахаривание разваренной массы*
- 1.5 Лекция № 5 *Спиртовые дрожжи*
- 1.6 Лекция № 6 *Сбраживание сусла*
- 1.7 Лекция № 7 *Выделение спирта из бражки и его очистка*
- 1.8 Лекция № 8 *Выход спирта, его учет и хранение*

2. Методические материалы по выполнению лабораторных работ

- 2.1 Лабораторная работа № ЛР-1 *Методика определения качества зерна, используемого в производстве спирта*
- 2.2 Лабораторная работа № ЛР-2 *Определение качества картофеля*
- 2.3 Лабораторная работа № ЛР-3 *Исследование качественных показателей воды*
- 2.4 Лабораторная работа № ЛР-4 *Определение качества солода и ферментных препаратов*
- 2.5 Лабораторная работа № ЛР-5 *Определение качества солода и ферментных препаратов*
- 2.6 Лабораторная работа № ЛР-6 *Правила приемки и методы анализа этилового спирта из пищевого сырья*
- 2.7 Лабораторная работа № ЛР-7 *Основная характеристика этилового спирта.*
- 2.8 Лабораторная работа № ЛР – 8 *Основная характеристика этилового спирта.*
- 2.9 Лабораторная работа № ЛР-9 *Отбор проб ректификованного спирта*
- 2.10 Лабораторная работа № ЛР-10 *Определение органолептических показателей ректификованного спирта*
- 2.11 Лабораторная работа № ЛР-11 *Методика определения наличия фурфурола в спирте*
- 2.12 Лабораторная работа № ЛР-12 *Методика определения наличия фурфурола в спирте*
- 2.13 Лабораторная работа № ЛР-13 *Определение крепости водки*
- 2.14 Лабораторная работа № ЛР-14 *Определение крепости водки*
- 2.15 Лабораторная работа № ЛР-15 *Определение массовой концентрации альдегидов в водке*
- 2.16 Лабораторная работа № ЛР-16 *Определение массовой концентрации альдегидов в водке*
- 2.17 Лабораторная работа № ЛР-17 *Дегустационная оценка водки*
- 2.18 Лабораторная работа № ЛР-18 *Определение полноты налива в бутылки*
- 2.19 Лабораторная работа № ЛР-19 *Определение полноты налива в бутылки*
- 2.20 Лабораторная работа № ЛР-20 *Фальсификация и идентификация водок*
- 2.21. Лабораторная работа № ЛР-21 *Фальсификация и идентификация водок*

1. КОНСПЕКТ ЛЕКЦИЙ

1.1 Лекция №1 (2 часа).

Тема: «Введение в производство спирта»

1.1.1 Вопросы лекции:

- 1.1 Введение в производство спирта.
- 1.2. История развития производства спирта.
- 1.3. Характеристика сырья, используемого при производстве спирта
- 1.4. Источники дополнительного питания дрожжей

1.1.2 Краткое содержание вопросов:

1. Введение в производство спирта.

Технология спирта - это наука о методах и процессах переработки различных видов сырья в этиловый спирт. В данной книге изложена технология этилового спирта из крахмалсодержащего сырья - зерна, картофеля и из сахарсодержащего сырья - свекловичной мелассы.

По современной номенклатуре технология спирта относится к биотехнологии. Основные процессы получения спирта - превращение крахмала в сахар и сахара в этиловый спирт под действием биологических катализаторов (ферментов). Так как ферменты для гидролиза крахмала до Сахаров вырабатываются плесневыми грибами и бактериями, а для превращения Сахаров в спирт - дрожжами, технология спирта неразрывно связана с технической микробиологией.

Технология спирта включает в себя следующие процессы: подготовку сырья к развариванию, разваривание зерна и картофеля с водой для разрушения клеточной структуры и растворения крахмала; охлаждение разваренной массы и осахаривание крахмала ферментами солода (пророщенного зерна) или культур плесневых грибов; сбраживание Сахаров дрожжами в спирт; отгонку спирта из бражки и его ректификацию, а также приготовление солода путем проращивания зерна или культивирования плесневых грибов и бактерий для получения амилолитических и протеолитических ферментных препаратов, выведение и размножение засевных дрожжей. При получении спирта из мелассы перерабатывается содержащаяся в ней сахароза, поэтому процессы разваривания и осахаривания исключаются.

В производстве кроме спирта и диоксида углерода - основных продуктов получают побочные - барду, головную эфирно- альдегидную фракцию (ЭАФ), сивушное масло. Диоксид углерода, образующийся при спиртовом брожении, улавливают, очищают от сопутствующих примесей и превращают в жидкий или твердый продукт («сухой лед»). Из мелассной бражки в двухпродуктовой схеме кроме спирта и CO₂ получают хлебопекарные дрожжи. Сивушное масло (смесь в основном изоамилового, изобутилового и пропилового спиртов) и головную ЭАФ, выделяющуюся в процессе ректификации этилового спирта, выпускают в виде технических продуктов. Головная ЭАФ не имеет пока квалифицированного применения, но в смеси с бензином вполне может быть использована как горючее в автотранспортном хозяйстве.

Барда - остаток после отгонки спирта из бражки. Зерно-картофельная барда содержит все составные компоненты исходного сырья, за исключением крахмала, и дрожжи. Небольшое количество азотистых веществ солода и сырья расходуется на питание дрожжей, которыми синтезируются полноценные белки, многие витамины и другие биологически важные вещества. Поэтому натуральная зерно-картофельная барда - прекрасный сочный корм для животных. В целях сохранения состава при

кратковременном летнем хранении на некоторых заводах жидкую барду используют для выращивания кормовых дрожжей, концентрируют и сушат.

Мелассная барда, к сожалению, до сих пор в основном является загрязняющим природу отходом, который хранят на полях орошения, отчуждая для этого плодородные земли и загрязняя атмосферу. На некоторых заводах на барде выращивают кормовые дрожжи, но взамен получают в таком же объеме вторичную барду или вырабатывают кормовые концентраты витамина В₁₂ (культивированием метановых бактерий). Между тем в мелассной барде содержится много глицерина, глутаминовой кислоты, бетаина, калийных солей и др., но извлекают их незначительные количества.

Этиловый спирт - основной продукт - находит широкое применение. Пищевая промышленность - его главный потребитель: спирт используют при изготовлении ликерно-водочных изделий, плодово-ягодных вин, для крепления виноматериалов и купажирования виноградных вин, в производстве уксуса, пищевых ароматизаторов и парфюмерно-косметических изделий. В микробиологической и медицинской промышленности спирт необходим для осаждения ферментных препаратов из культуральной жидкости или экстракта из твердофазной культуры, для получения витаминов и других препаратов, и лекарств, как дезинфицирующее средство и как вещество, предотвращающее инфицирование и порчу лечебных экстрактов (валерианы, пустырника и др.). Небольшие количества спирта расходуются в химической, машиностроительной, автомобильной и других отраслях промышленности, а также в ветеринарии и фармакопее.

Таким образом, спиртовая промышленность тесно связана, с одной стороны, со многими отраслями народного хозяйства, для которых спирт служит сырьем, основным и вспомогательным материалами, с другой - с сельским хозяйством. Получая от сельского хозяйства растительное сырье и извлекая из него и из мелассы наименее ценную часть — углеводы, спиртовая промышленность возвращает ему белковые витаминизированные корма. Она является единственной отраслью промышленности, способной превращать дефектные (порченные) зерно и картофель в доброкачественные продукты.

2. История развития производства спирта.

Отечественная спиртовая промышленность до 1917 г. была представлена мелкими заводами, каждый из которых в среднем вырабатывал около 22 тыс. дал спирта в год. Большая часть спирта выпускалась в виде вина (водки). Постепенно производство спирта и водки разделилось, причем спиртовые заводы остались в зоне сельскохозяйственного сырья, а водочные (именовавшиеся тогда казенными винными складами) сосредоточились в городах - местах наибольшего сбыта алкогольных напитков.

С началом первой мировой войны резко снизилось производство спирта, а выработка водки вовсе прекратилась. В первые годы советской власти работало небольшое число спиртовых заводов, удовлетворявших только неотложные нужды народного хозяйства.

В 1925-1926 гг. началось восстановление спиртовой промышленности, в это время действовало около 370 заводов с общей выработкой спирта 16 млн дал в год. В последующие годы производство спирта неуклонно возрастало, реконструировались заводы и увеличивались мощности действовавших предприятий. Для этого времени характерно строительство и ввод в эксплуатацию новых большой мощности (6000...12000 дал/сут) комбинатов-гигантов - Лохвицкий, Докшуклыкский, Петровский, Ефремовский, Мариинский и др. Суммарная годовая мощность в 1940 г. составила 145 млн дал.

Во время Великой Отечественной войны значительная часть спиртовых заводов оказалась на временно оккупированной территории и была разрушена. В первый мирный 1946 г. было выработано всего 32,2 млн дал спирта. С 1947 г. началось восстановление

промышленности, характеризовавшееся быстрыми темпами и широкой реализацией новейших научно-технических достижений.

В 1980 г. производство спирта достигло 200 млн дал, что вызывалось потребностью в увеличении его расхода на крепление вин в виноделии. До 1985 г. по выработке спирта-ректификата б. СССР стоял на первом месте. С начала антиалкогольной кампании в 1985 г. за три года объем вырабатываемого спирта был сокращен до 70 млн дал в год, а многие заводы перепрофилированы на выпуск другой продукции и частично закрыты. Резко сократился выпуск вина и водочной продукции, расширилось самогонование. В конце 1988 г. антиалкогольные ограничения начали постепенно отменяться, увеличивалось производство спирта, ликерно-водочных изделий, вина и другой продукции. В 1990 г. восстанавливается производство спирта на ранее закрытых заводах и выработка его за весь год составила более 146 млн дал.

Спиртовая промышленность представляет собой одну из крупных технически развитых отраслей. Широко освоены непрерывные технологические процессы разваривания зерна и картофеля, осахаривания разваренной массы и ее вакуумное охлаждение, проточное сбраживание сусла. Построены и работают цехи получения глубинной культуры микромицетов, представляющей собой ферментный препарат глюкаваморин Гх, содержащий α -амилазу и глюкоамилазу и полностью заменяющий солод. Такая замена солода осуществлена на большинстве заводов, вырабатывающих более 90 % общего количества спирта в стране. Внедрено также непрерывное спиртовое брожение с рециркуляцией дрожжей и его совмещением с полной заменой солода ферментными препаратами. Общий уровень механизации в основном производстве составляет свыше 90 %, погрузочно-разгрузочных, транспортных и складских (ПРТС) работ - около 80 %.

На зарубежных заводах все процессы (за исключением перегонки бражки и ректификации спирта), как правило, проводятся в периодически действующих аппаратах.

Технология спирта как наука прошла длинный путь развития, прежде чем достигла высокого современного научно-технического уровня, в создании и совершенствовании ее участвовали выдающиеся ученые и инженеры многих стран, в том числе и отечественные.

Получение спирта как самостоятельного продукта относится к более позднему времени, чем приготовление алкогольных напитков посредством брожения, что было известно с глубокой древности. О строительстве винокурни в России упоминалось в Вятской летописи в 1174 г. В Италии впервые спирт становится товаром в XIII в. Спустя два века его стали вырабатывать и в других странах. Однако до второй половины XIX в. способы получения спирта были примитивными и технологии как науки еще не существовало.

Первый разварник сырья конической формы периодического действия был изобретен Генце в Германии в 1873 г., просуществовал более 100 лет и встречается на заводах даже сейчас.

В 1945-1950 гг. в СССР была освоена «полунепрерывная» схема производства спирта, которая включала в себя три ступени разваривания сырья и непрерывное осахаривание разваренной массы. Начальный прогрев сырья проводился в отдельном предразварнике, основное разваривание - в разварнике и доваривание - в выдерживателе, а вторичным паром, образующимся при выдувании массы из разварника в выдерживатель, подваривалось содержимое предразварника. Настоящее предложение Н. М. Кузнецова было опубликовано в 1940 г. и воплощено в схеме Главспирта (авторы А. Л. Малченко, М. П. Чистяков и сотрудники З. К. Ашкенузи, А. Ф. Беренштейн и др.) б. Киевского филиала ВНИИСПа и б. ВНИИСПа (авторы А. Г. Логинов, В. Б. Фремель, В. Г. Чусов).

В 1932 г. положено начало разработки способа непрерывного разваривания с предварительным измельчением сырья И. П. Бобриком и А. Г. Логиновым. Затем в решение этой проблемы включились А. Л. Малченко, М. А. Кондак, П. А. Вечерский, В. Г.

Чусов и др. В результате было предложено несколько конструкций разварников непрерывного действия («Бобло», «Лагер», МАИ и др.). Однако до Великой Отечественной войны из-за недостаточной энерговооруженности заводов они не нашли применения.

После войны в 1953-1954 гг. теоретические и конструкторские разработки завершились созданием двух установок. Одна из них была предложена З. К. Ашкенузи, Н. М. Кузнецовым, П. А. Чацким и др. и предусматривала использование действующих периодических разварников путем соединения их трубопроводами со снижением температуры до 114... 120 °С. В другой установке (сотрудники б. ВНИИПрБ В. Б. Фремель, Б. А. Устинников, С. С. Кисильер) разваривание вели в колоннах новой конструкции. Обе установки были испытаны и внедрены соответственно на Чемерском и Мичуринском заводах. Затем появились и другие варианты установок.

Открытие в нашей стране в 1814 г. К. С. Кирхгофом осахаривания крахмала солодом дало начало научным основам гидролиза крахмала, т.е. ферментативного катализа. А. И. Ходнев позднее на этой основе развил теорию образования промежуточных соединений между субстратом и катализатором и особого физического состояния катализатора.

В развитие учения о ферментах растительного происхождения и их роли в живой клетке внесли А. И. Опарин и А. Л. Курсанов.

В производстве спирта глубоко изучены ферменты солода и микроорганизмов, выяснены механизмы их действия и роль при гидролизе крахмала исследованиями в б. ВНИИПрБ Д. Н. Климовским, В. И. Родзевичем, С. А. Коноваловым, Б. А. Устинниковым, В. Л. Яровенко, А. В. Фениксовой. Под руководством А. В. Фениксовой и С. П. Колоскова созданы способ и аппаратура поверхностного культивирования, В. В. Вяткиным, В. Л. Яровенко, А. П. Левчиком - глубинного культивирования плесневых грибов - продуцентов амилолитических ферментов.

На исследованиях наших соотечественников Л. А. Иванова, А. Н. Лебедева, С. П. Костычева в значительной мере базируются современные представления о химии спиртового брожения.

А. П. Ситников и М. Силищенская (б. ВНИИПрБ) разработали и внедрили на заводах способ ведения и размножения чистых культур дрожжей. Теория непрерывного спиртового брожения мелассного суслу была разработана в 1909-1915 гг. С. В. Лебедевым. Теория и практика непрерывного брожения суслу из крахмалистого сырья развита В. Л. Яровенко совместно с С. В. Пыховой и С. П. Скалкиной (1949-1955 гг.). Ими предложены эффективные непрерывно-проточный и циклический способы сбраживания. Непрерывное брожение мелассного суслу осуществлено в результате исследований Д. Н. Климовского, Л. Н. Ясинского, Ф. И. Гладких и А. Л. Малченко.

Фундаментальные работы по теории строения и физико-химическим свойствам водно-спиртовых растворов, отгонке спирта из бражки и ректификации спирта были выполнены в России еще в дореволюционное время учеными Д. И. Менделеевым, А. Г. Дорошевым, Д. П. Коноваловым, М. С. Вревским. Е. Сорель и Э. Барбе во Франции заложили основы теории и метода очистки спирта от примесей.

Тарельчатый брагоперегонный аппарат появился в 1813 г., в 1867 г. Саваль изобрел кубовый ректификационный аппарат периодического действия, а в 1881 г. Э. Барбе - непрерывнодействующий ректификационный аппарат. В 1876 г. русскими инженерами Недошивиным и Новицким был конструктивно улучшен контрольный снаряд фирмы «Сименс-Гальске» для объемного учета количества спирта, под наименованием КС-35 он использовался заводами до 1953 г.

В улучшении качества спирта в периодическом способе сыграл роль единый метод ректификации на кубовом аппарате, предложенный А. Л. Покровским и Г. И. Фертманом. Существенные усовершенствования в теорию, методы и аппаратные схемы перегонки

бражки и ректификации спирта внесли А. А. Киров, В. Н. Стабников, С. Е. Харин, П. С. Цыганков, В. П. Грязнов, Н. С. Терновский.

Большие технологические и методологические исследования на всех стадиях производства спирта и кормовых дрожжей выполнил А. Г. Забродский. А. П. Рухлядовой разработаны новые методы определения крахмала в сырье, методы контроля производства спирта и совместно с А. С. Егоровым - в ликерно-водочном производстве.

В послевоенные годы под руководством А. И. Скирстымонского и П. В. Рудницкого совместно с другими сотрудниками б. УкрНИИСПа проводились важнейшие исследования по комплексной переработке мелассы, получены некоторые результаты, но способы экономичного и экологически чистого использования вторичной и первичной мелассной барды не были найдены. Нет однозначного решения этой проблемы и в зарубежной технологии.

Большая заслуга принадлежит А. А. Фуксу, предложившему в послереволюционный период способы переработки пленчатого сырья, более совершенные способы разваривания, слив осахаренного сусла из нескольких заторов в один бродильный аппарат и др. Им же написаны первые руководства по технологии спирта и теххимическому контролю производства.

В настоящее время развитие спиртовой промышленности должно быть обусловлено рыночными условиями заготовки сырья и сбыта получаемого спирта. Эти условия ориентируют спиртовые заводы на приближение к местам производства зерна и картофеля, т. е. к фермерским и кооперативным сельским хозяйствам. В первую очередь обеспечить спиртовые заводы сырьем, выращиваемым в регионе, необходимо решить вопросы использования барды в животноводческих хозяйствах и обработки стоков.

Следовательно, типоразмеры мощностей должны быть расширены и включать в себя малые аппараты, емкости, арматуру, приборы автоматики для мини-спиртзаводов с ограниченным количеством квалифицированного обслуживающего персонала. Излишки мощностей подлежат переориентации на выработку смежной продукции, в которой заинтересовано население местного или смежного региона. Большие мощности заводов в данных условиях оправданы только экономическим эффектом - получением прибыли.

Особого внимания заслуживает изменение использования мелассной барды - следует резко сократить выбросы ее на поля фильтрации, сделать производство спирта из мелассы безотходным, экологически и экономически оправданным. Задача по утилизации мелассной барды сложная, но должна быть доведена до успешного решения. К сожалению, в зарубежной теории и практике также нет целесообразного решения по утилизации мелассной барды как в производстве спирта, так и дрожжей, и пищевых кислот. Было бы правильным объединение финансовых и материальных ресурсов в этой области ряда передовых стран.

Дальнейшая замена солода комплексными ферментными препаратами, все непрерывные процессы, в том числе непрерывное культивирование микроорганизмов (дрожжей, бактерий и грибов), мембранная ультрафильтрация, адсорбция и обратный осмос в обработке воды, спирта, разных полупродуктов и других продуктов, остаются обоснованными ориентирами в производстве качественного спирта из всех видов перерабатываемого сырья.

3. Характеристика сырья, используемого при производстве спирта

Сырье, применяемое для получения спирта, должно ежегодно воспроизводиться в количествах, достаточных для промышленной переработки, иметь высокое содержание крахмала или сахара и хорошо сохраняться, что обеспечивает экономическую целесообразность производства. Этим условиям удовлетворяют клубни картофеля, зерно растений семейства мятликовых (злаков) и меласса.

В соответствии с географическим положением и сложившейся структурой хозяйства в разных странах для производства спирта используют различные виды сырья. Даже в одной и той же стране в те или иные годы набор сырья зависел от изменений в потреблении, от конъюнктурных и других факторов.

Из всех видов растительного пищевого сырья картофель в наибольшей степени соответствует технологическим требованиям спиртового производства. Из картофеля с единицы посевной площади получают в 3...4 раза больше крахмала по сравнению с зерном. Картофельный крахмал быстрее разваривается, образуется подвижное сусло, в нем содержатся азотистые и фосфорные вещества в количестве, достаточном для питания дрожжей, из него получают самый высокий выход спирта. При переработке картофеля производительность завода на 10 % больше, чем при переработке зерна, а расход топлива на 12 % меньше, ниже себестоимость спирта.

К недостаткам картофеля как сырья для выработки спирта относятся значительная трудоемкость возделывания, плохая сохраняемость из-за высокого содержания влаги и легкой подверженности заболеваниям и невыгодность транспортирования на далекие расстояния.

Картофель принадлежит к семейству пасленовых, роду *Solanum*, виду *tuberosum*. Это - многолетнее цветковое растение южноамериканского происхождения, в культуре - однолетнее. Плод картофеля - ягода с мелкими семенами, однако вегетативно картофель размножается клубнями, образующимися в подземной части растения.

Картофель широко культивируется почти во всех районах России, за исключением южных, где посадки его вследствие вырождения ограничены. Кроме производства спирта картофель используют для выработки крахмала и других продуктов (сушеный картофель, сухое пюре, чипсы и т. д.).

Высаживают картофель в средней полосе в начале мая. Ранние сорта вызревают за 2,5...3 мес, среднеспелые за 3,5...4 мес, поздние сорта убирают до наступления заморозков. В зависимости от сорта, почвенно-климатических и других условий средние урожаи клубней колеблются от 20 до 30 т/га.

Известно свыше 2000 сортов картофеля, но в стране в полевых условиях выращивают около 80. Сорта районированы, т. е. для каждого географического района отобраны лучшие, приспособленные к местным условиям, устойчивые против болезней и дающие высокие урожаи.

Для спиртовой промышленности желательны сорта картофеля с большими урожайностью и содержанием крахмала, с повышением которого возрастает выход спирта из 1 т сырья, а, следовательно, снижается стоимость переработки. Важно, чтобы оба эти условия по возможности сочетались. Обычно же высокоурожайные сорта, рано поспевающие, имеют меньшую крахмалистость, чем позднеспелые более низкой урожайности. Важна также устойчивость клубней при хранении; на длительное время закладывают картофель только средне- и позднеспелых сортов.

К среднеспелым сортам относятся Лорх, Октябренок, Берлихинген, Камераз, Изтадес, а к позднеспелым - Вольтман, Осботе, Екатерининский, Лошицкий. Из раннеспелых сортов картофеля наиболее распространены Ранняя роза, Эпикур, Фаленский, Пензенская скороспелка, Скороспелка 2.

Клубни имеют различную форму - шарообразную (Октябренок), бочковидную (Эпикур), удлиненную (Лорх) и т. д. Клубни большинства сортов белые или желтые, иногда красные (Берлихинген, Екатерининский) или красно-фиолетовые (Вольтман). С точки зрения отмывания земли имеют значение глубина глазков и характер поверхности клубня (гладкая, шероховатая).

4. Источники дополнительного питания дрожжей

Содержащегося в мелассе фосфора, а нередко и азота недостаточно для нормальной жизнедеятельности дрожжей, поэтому в нее добавляют в качестве первого источника ортофосфорную кислоту, в качестве второго источника - сульфат аммония, карбамид (мочевину) или диаммонийфосфат, содержащий оба элемента.

Употребляют техническую (термическую) ортофосфорную кислоту. Она представляет собой бесцветную жидкость плотностью 1,565, содержащую не менее 70,0 % H_3PO_4 (50,7 % в пересчете на P_2O_5) и не более 0,0003 % мышьяка. Ортофосфорную кислоту транспортируют в стальных железнодорожных цистернах, защищенных антикоррозийным покрытием, или в стеклянных бутылках вместимостью 20...30 л, вставленных в деревянные клетки и обложенных стружкой или соломой. Хранят кислоту в холодных помещениях, учитывают и дозируют в пересчете на 70%-ную концентрацию.

Используют сульфат аммония $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ технический, аккумуляторный и очищенный. По внешнему виду - это белая или слабозеленая соль, содержащая не менее 21 % NH_3 , до 1,5 % влаги, 0,05...0,2 % свободной серной кислоты, не более 0,00005 % мышьяка, ограниченное количество сульфидов и сульфитов. При 50 °C в 100 г воды растворяется 84,3 г сульфата аммония. Транспортируют его в битумированных крафт-мешках и полиэтиленовых мешках, иногда насыпью, хранят в закрытом сухом складе в бункерах. Учитывают и дозируют сульфат аммония по содержанию азота.

Карбамид $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ аминкарбаминовой кислоты, выпускается кристаллическим или гранулированным с содержанием азота не менее 46 %. Растворимость при 50 до 67,23 мас. %. Упаковывают карбамид в крафтмешки массой нетто 35...50 кг, хранят в сухом месте.

Диаммонийфосфат - технический для пищевой промышленности, представляет собой белую соль, содержащую не менее 50 % P_2O_5 и 22,5 % NH_3 . Растворимость при 50 °C 89,2 г на 100 г воды. Упаковывают диаммонийфосфат в битумированные крафт-мешки массой нетто 50 кг, хранят в сухом складе. Диаммонийфосфат дозируют по условной 70 %-ной H_3PO_4 и по содержанию азота.

Биостимуляторы в спиртовой промышленности применяют для ускорения проращивания зерна и повышения ферментативной активности солода. Сильнейшим стимулятором является гибберелловая кислота, или гиббереллин Аз - производное гибберена.

Гиббереллин - белый или слегка желтоватый кристаллический порошок, плохо растворимый в воде, хорошо - в спирте. При нагревании гиббереллин быстро разрушается и теряет биологическую активность. Фасуют его в стеклянные банки по 1, 3, 5 кг, хранят в темном месте при температуре не выше 10 °C в течение не более года. Из гиббереллина готовят исходный (основной) водно-спиртовой раствор (1 г гиббереллина растворяют в 20 мл спирта и доводят водой до объема 1 л), который добавляют в воду, идущую для полива прорастающего в солодовне зерна. Исходный раствор не рекомендуется хранить больше суток.

Для подкисления дрожжевого сусла в производстве спирта из крахмалсодержащего сырья применяют серную кислоту, для подкисления мелассного сусла - серную или соляную кислоту.

Серная кислота аккумуляторная и техническая контактная улучшенная содержит 92...94 % моногидрата (H_2SO_4), не более 0,0001 % мышьяка и столько же оксидов азота. Кислота поступает на спиртовые заводы в стальных железнодорожных цистернах грузоподъемностью до 50 т и хранится также в стальных резервуарах. Учитывают и дозируют ее по содержанию моногидрата.

Соляная кислота техническая синтетическая и техническая содержит не менее 35 и 27,5 % HCl и не более 0,0002 и 0,01 % мышьяка соответственно. Перевозят кислоту в железнодорожных стальных гуммированных цистернах и стеклянных бутылках вместимостью 40 л, вставленных в деревянные клетки, хранят в цистернах, футерованных

диабазовой плиткой или плиткой АТМ на диабазовой замазке. Учитывают и дозируют соляную кислоту в пересчете на кислоту со 100%-ным содержанием HCl.

В производстве спирта для мойки оборудования и подавления вредной микрофлоры применяют моющие и антимикробные средства. Из первых используют традиционные каустическую и кальцинированную соду, из вторых - хлорную известь, антиформин и формалин. Разделение этих веществ на две группы условно, в большинстве из них моющее действие сопровождается антимикробным, и наоборот. Все большее применение находят синтетические моющие средства (СМС) с антимикробным действием.

Каустическая сода - едкий натр технический, в твердом виде содержит 94...98,5 % NaOH, 0,8...1,9 % и 0,05...3,5 % NaCl. Это белая непрозрачная масса, растворяющаяся в воде с выделением теплоты и сильно разъедающая кожу. В 0,1%-ном водном растворе каустической соды (рН 10) при температуре 40 °С микрофлора погибает за 1...2 мин. Для мойки оборудования обычно применяют 3%-ный раствор соды. Транспортируют и хранят ее в барабанах из кровельной стали вместимостью 50... 170 л.

Бактерицидное действие проявляет 1%-ный раствор соды. Транспортируют и хранят ее в крафт-мешках массой нетто 50 кг.

1.2 Лекция № 2 (2 часа)

Тема: «Прием, хранение и подготовка сырья к переработке»

1.2.1 Вопросы лекции:

- 1.2.1 Прием сырья для производства спирта
- 1.2.2 Хранение сырья
- 1.2.3. Подготовка зерна
- 1.2.4. Подготовка мелассы
- 1.2.5. Подготовка картофеля

1.2.2 Краткое содержание вопросов:

1. Прием сырья для производства спирта

Основные показатели качества свежего картофеля, предназначенного для промышленной переработки, определены стандартами. Клубни должны быть целыми, сухими, чистыми, непроросшими, без заболеваний, любой формы, естественной окраски, размером по наибольшему поперечнику не менее 3 см, содержать не менее 14 % крахмала. Допускается к приему картофель, имеющий не более 1,5 % прилипшей земли, 4 % клубней размером от 2 до 3 см, 2 % механически поврежденных (с трещинами, разрезанных, раздавленных), 2 % пораженных фитофторой (в районах распространения этой болезни).

Картофель принимают по массе без примесей и по фактической крахмалистости. Чем выше крахмалистость, тем больше оплата.

Около 95 % картофеля доставляют на спиртовые заводы автотранспортом, остальную часть - по железной дороге в крытых и открытых вагонах (на заводы, располагающие собственной железнодорожной веткой). Основные средства доставки - бортовые автомашины, автосамосвалы и тракторные прицепы.

При приеме картофеля представители завода определяют его качество в каждой партии, под которой понимают любое количество однородного картофеля, одновременно сдаваемое одним поставщиком; обращают внимание на внешние признаки: размер клубней, наличие заболеваний, механических повреждений и пр. После этого картофель взвешивают на рычажных неравноплечих весах - автомобильных или вагонных - до

разгрузки и после нее, во второй раз взвешивают порожние автомашины или вагоны вместе с оставшейся в них землей.

Картофель, предназначенный для текущей переработки, выгружают в оборотные склады - рештаки, предназначенный для длительного хранения - на буртовое поле. Рештак представляет собой длинный открытый железобетонный заком прямоугольной формы, днище которого с двух сторон наклонено под углом 45° к середине, где размещен желоб для гидравлической транспортировки картофеля.

Из автосамосвалов в рештаки картофель поступает самотеком, из бортовых автомашин его выгружают при помощи автомобилеразгрузчиков различных типов, например, ГАП-2, ПГА-11 и др.

Вследствие значительной засоренности картофеля для выгрузки его из автомашин целесообразно применять разгрузочно-укладочную машину РУМ-2, которая частично отделяет землю и равномерно заполняет рештак. Железнодорожные саморазгружающиеся вагоны или полувагоны с открывающимися бортами наиболее эффективно разгружать гидравлическим способом. Полувагоны можно разгружать также автомобильными кранами К-162 с грейферным оборудованием.

На буртовое поле из грузовых автомашин, тракторных прицепов, крытых и открытых железнодорожных вагонов, картофель выгружают разгрузочно-укладочной машиной, которая одновременно формирует бурты. Выгрузку картофеля из крытых железнодорожных вагонов можно частично механизировать, применяя механическую лопату.

Во время разгрузки транспорта отбирают пробы картофеля деревянным совком от каждой второй-третьей автомашины и от каждого железнодорожного вагона. В составленных средних пробах определяют крахмалистость на специальных гидростатических весах (называемых картофельными весами), загрязненность по разности массы исходного и вымытого картофеля, содержание мелких, больных и поврежденных клубней. Прием картофеля оформляют документом, где отражают кроме его массы результаты указанных выше анализов средней пробы.

Для приготовления солода используют высококачественные ячмень, рожь, овес и просо, которые должны удовлетворять требованиям, приведенным в табл. 5. Цвет ячменя светло-желтый, допускается потемневший; овса белый или желтый; проса желтый, красный, серый, белый; ржи желтый и зеленый разных оттенков; запах, свойственный зерну; не допускается затхлый, плесенный и другие посторонние запахи.

Качество зерна, идущего на разваривание, не регламентируется. Желательно, чтобы зерно было здоровое, высокой крахмалистости, влажностью 14... 17 % в зависимости от культуры и с небольшой засоренностью. Предварительно здоровое зерно оценивают органолептически.

Для пробы на запах отбирают на ладонь небольшое количество зерна и согревают дыханием или насыпают зерно в стакан, обливают водой температурой 60 °С и стакан закрывают. Через 2...3 мин воду сливают и исследуют зерно обонянием.

Для определения вкуса разжевывают несколько зерен.

Цвет зерна сравнивают с эталоном.

Для пробы на засоренность набирают в пригоршню зерно и осторожно круговым движением в течение 1...2 мин заставляют легкий сор подняться вверх, а тяжелый опуститься вниз. После ссыпания зерна между раздвинутыми пальцами по количеству оставшегося сора судят о степени засоренности.

Влажность зерна устанавливают по следующим признакам: влажное зерно не имеет блеска, оно матовое, менее сыпучее; сухое зерно свободно сыпается между пальцами рук, влажное держится комом; при погружении руки в сухое зерно ощущается холод, во влажное зерно - тепло и сырость, к руке пристают отдельные зерна; при разрезании ножом на твердой поверхности зерно влажностью 14...15 % раскалывается и половинки

разлетаются в стороны; у зерна влажностью 16... 17 % половинки не отскакивают; зерно влажностью более 17 % раздавливается.

Различают четыре степени дефектности зерна: первая - зерно, вышедшее из стадии биологического покоя, с солодовым запахом; вторая - зерно с затхлым запахом; третья - зерно с гнилостно-затхлым запахом; четвертая - зерно, подвергшееся сильному самосогреванию, с оболочкой бурого или черного цвета.

На спиртовых заводах принимают также следующее зерно: дефектное морозобойное и суховейное - незрелое, подвергшееся соответственно действию мороза или суховея; огневой сушки (подгоревшее); очень влажное (подмоченное), а также перезимовавшее в поле под снегом.

Зерно перевозят насыпью в крытых четырехосных железнодорожных вагонах, в автосамосвалах, бортовых автомашинах. Основную массу его поставляют по железной дороге, при этом на спиртовые заводы, имеющие железнодорожную ветку, - непосредственно к заводским складам, на остальные заводы - к пристанционным (прирельсовым) зерновым складам. Из пристанционных складов после кратковременного хранения зерно передается в заводские склады автотранспортом или тракторными прицепами.

Выгружают зерно из вагонов в большинстве случаев механическими лопатами.

Лопата состоит из металлического скребка и лебедки, соединенных стальным тросом, проходящим через два блока: направляющий (переставляемый) и неподвижный. Перед выгрузкой зерна открывают дверь вагона, снимают находящийся за ней деревянный щит, затем закрепляют блок. В вагоне вручную погружают скребок в зерно так, чтобы трос был натянутым, и приводят в действие лебедку. После смещения зерна в бункер, установленный у двери вагона, лебедку переключают на обратный ход, вручную переносят скребок внутрь вагона при натянутом положении троса и операцию повторяют.

Сдвоенная механическая лопата ТМЛ-2 имеет производительность в два раза больше, чем одинарная ТМЛ-1.

Для крупных спиртовых заводов перспективна доставка зерна саморазгружающимися (через нижние люки) вагонами-зерновозами. Из вагонов зерно можно выгружать также всасывающим пневмотранспортом с применением пневмоперегрузателя «Вихрь» марки УПЗ-40. Для разгрузки автомашин используют автомобилеразгрузчики с платформой (ПГА-25) и без платформы.

Меласса поступает на завод в железнодорожных цистернах грузоподъемностью от 25 до 120 т, автоцистернах или в стальных бочках. Вся тара должна быть чистой, без посторонних запахов и предметов. Необходимо, чтобы цистерны имели нижние сливные устройства. Каждая цистерна сопровождается накладной и приложенным к ней сертификатом, в котором указываются масса мелассы и ее плотность.

По прибытии железнодорожной цистерны с мелассой представитель завода совместно с представителем железной дороги проверяет целостность пломб, исправность цистерны и спускного вентиля, после этого определяют массу прибывшей мелассы взвешиванием на железнодорожных весах. При отсутствии их, а также в тех случаях, когда масса мелассы при отгрузке была определена замером высоты налива в цистерну, массу прибывшей мелассы определяют замерно-калибровочным методом, пользуясь таблицами калибровки железнодорожных цистерн.

Меласса из цистерн сливается самотеком в расположенные ниже приемные сборники — стальные резервуары прямоугольной формы, объем которых рассчитан на суточную работу завода. В сборники меласса стекает по желобам из листовой стали сечением 0,5х0,5 м и длиной, позволяющей одновременно разгружать от 3 до 5 железнодорожных цистерн. Из приемных сборников мелассу коловратным насосом перекачивают в резервуары для хранения. В холодное время при выгрузке из цистерн и

бочек мелассу подогревают паром. Смывки мелассы, получающиеся при пропарке цистерн и бочек, собирают отдельно и немедленно направляют на переработку.

Во время слива мелассы из железнодорожных цистерн отбирают средние пробы, сохраняемые в бутылках с этикетками, на которых указывают наименование продукта и завода-отправителя, номера цистерн и железнодорожных накладных, дату отбора пробы; этикетки подписывают представители завода. Бутылки с пробами плотно закупоривают пробками, заливают сургучом или мастикой и опечатывают печатью завода или пломбируют. Средние пробы отбирают также из автоцистерн и бочек и оформляют аналогично пробам из железнодорожных цистерн.

В средних пробах определяют содержание сухих веществ, сахара по прямой и инверсионной поляризации, сахаристость (сумму сбраживаемых сахаров), реакцию мелассы (рН). Допустимое расхождение между сахаристостью по анализам сахарного и спиртового завода $\pm 7\%$ по массе мелассы. Результаты анализа заносят в бланк «Анализ качества сырья».

Оплачивают принятую мелассу по сахаристости; за основу расчетов принимают преysкурантную цену 1 т мелассы с сахаристостью 46 %.

Потери мелассы не должны превышать (% к ее массе): при перевозке в железнодорожных цистернах 0,72; при перевозке в автоцистернах и в бочках зимой 0,05, летом 0,1.

2. Хранение сырья

Основным способом длительного хранения картофеля является его буртование. Бурт служит временным хранилищем и представляет собой большую массу клубней, уложенную в виде пирамиды и изолированную от окружающей среды слоем соломы и земли. Ширина основания буртов от 3 до 7 м, длина 25 м и более. Высота буртов определяется углом естественного откоса, который равен около 45°. В 1 м³ содержится в среднем 0,65 т картофеля.

Для размещения буртов выбирают возвышенную ровную сухую площадку с удобными подъездами для автотранспорта, как можно ближе к главному корпусу завода, имеющую уклон в его сторону для подачи картофеля гидравлическим транспортером. Бурты располагают, как правило, с севера на юг или в направлении господствующих в данной местности зимних ветров. Вместимость бурта соответствует суточной мощности завода.

Узкие бурты (размером 3...3,5 м, а для картофеля пониженного качества 2 м) располагают парами на расстоянии 4 м один от другого, широкие (размером 4...7 м) - по одному. Расстояние между парами буртов и одиночными буртами должно быть около 6 м для обеспечения проезда автомашин, механизмов, укладывающих картофель в бурты, их укрытия, разгрузки и последующего транспортирования картофеля. Ширина главного проезда на буртовом поле около 10 м.

Перед закладкой картофеля на хранение буртовое поле очищают от камешков и остатков соломы, вспахивают, боронуют, укатывают и дезинфицируют известью (2 т извести на 1 га).

В бурты закладывают здоровый сухой картофель, мокрый подсушивают на воздухе, рассыпав тонким слоем. Клубни с большим количеством механических повреждений и размером меньше 3 см закладывают в отдельные бурты шириной не более 2 м. При поражении гнилью свыше 2 % клубней картофель считается нездоровым и хранению не подлежит.

Для удаления лишней теплоты и влаги, выделяющихся при дыхании клубней, и обеспечения доступа к ним кислорода перед закладкой картофеля в нижней части бурта (см. рис. 8) располагают вентиляционное устройство, состоящее из деревянных горизонтальной и нескольких вертикальных решетчатых или перфорированных труб.

Чаще горизонтальная труба образуется решеткой, опирающейся на края продольной канавки. Вертикальные трубы прикрепляют к горизонтальной трубе на расстоянии 4...5 м. На выходящих в атмосферу концах труб устанавливают колпачки.

Картофель укладывают в бурты с помощью буртоукладочной машины, которая базируется на гусеничном тракторе, ее механизмы приводятся в действие от вала отбора мощности и масляного насоса трактора. Машина смонтирована на двух основных рамах и состоит из опрокидывающей площадки и системы транспортеров. Опрокидывающая площадка с задней разгрузкой автомобилей снабжена гидроподъемником и рассчитана на сквозной проезд разгружаемых автомобилей. Площадка присоединена к основной раме машины сбоку и оборудована поперечным приемным ленточно-цепным транспортером, который перемещает картофель, ссыпающийся из кузова автомашины, вперед и вверх на грохот-очиститель. Затем картофель поступает на укладочный транспортер и далее в бурт. Машиной управляет тракторист из кабины трактора, опрокидывающей площадкой - оператор.

После укладки картофеля выравнивают склоны буртов и укрывают их соломой сверху слоем 35...40 см, у основания - 55...60 см. Солома должна быть сухой, расход ее 5...7 % к массе картофеля. Вместо соломы можно применять рулонные укрывочные панели из полиэтиленовой пленки с термоизоляционным вкладышем конструкции б. ВНИИСПа.

Поверх соломы насыпают слой земли толщиной 10... 15 см, причем для создания естественной вентиляции гребень не засыпают. При наличии вентиляционных труб в ненастную погоду его закрывают землей. С наступлением морозов слой земли на скатах увеличивают до 60 см.

Во время хранения картофеля наблюдают за температурой, для чего у основания бурта и в середине еще при закладке его устанавливают специальные («буртовые») длинные термометры в деревянной оправе с металлическими наконечниками. Температуру можно контролировать и с помощью дистанционных термометров УБС-ДКТ.

В первый период хранения залечиваются механические повреждения картофеля вследствие образования опробковевших клеток. Одновременно клубни дозревают. В этот период, продолжающийся 15...20 сут, поддерживают температуру 13... 15 °С. Во второй период (охлаждения) температуру в течение 10...12 сут снижают до 2...4 °С, темп охлаждения 0,8... 1 °С в сутки. В третий период (холодного хранения) поддерживают температуру 2...4 °С; этот период длится до полного использования картофеля (обычно март, апрель).

В первый период проводят вентиляцию 4...6 раз в сутки по 20...30 мин, подавая 50...70 м³ воздуха в 1 ч на 1 т картофеля. В период охлаждения вентиляцию ведут в наиболее холодное время суток, нагнетая 140...170 м³/ч воздуха на 1 т картофеля. Максимальный перепад температуры между воздухом и насыпью клубней не должен превышать 3...4 °С, иначе возможно выпадение росы. На отпотевшем картофеле быстро размножаются микроорганизмы. В период холодного хранения, если температура превысит оптимальную, вентиляцию включают в дни оттепелей. В начале весны температуру в бурте снижают до 1 °С.

На буртовом поле ведут специальный журнал, в котором указывают дату закладки каждого бурта, массу картофеля, его качество, результаты замера температуры, дату сдачи картофеля в производство и массу сданного картофеля.

Как правило, большие партии зерна хранят в механизированных складах, небольшие - в складах амбарного типа (навалом или в деревянных закромах). Допускается кратковременное хранение зерна под открытым небом при укрытии брезентом.

Зерно, перезимовавшее в поле, оказывается пораженным грибом, образующим стойкое ядовитое вещество, не поддающееся обезвреживанию химической и тепловой обработкам. Яд вызывает у людей и некоторых животных (свиньи, лошади) тяжело е заболевание септической ангиной. Такое зерно хранят в отдельном, надежно

запирающемся складе, на дверь которого прикрепляют табличку с надписью «Ядовитое зерно».

Механизированные склады могут быть предназначены для напольного или слоеного хранения зерна. В обоих случаях, кроме внутренних транспортных средств и автоматических весов, их оборудуют сепаратором для очистки зерна от пыли и грубых примесей.

При напольном и закроном хранении в зависимости от влажности зерна и времени года зерно насыпают слоем различной высоты. При влажности выше критической в осенний период слой должен быть не больше 1,5 м. Когда зерно несколько вылежится, слой увеличивают до 2...3 м осенью и до 4 м зимой. Насыпная плотность колеблется в следующих пределах (т/м³): овса 0,30...0,50, ячменя 0,48...0,68, кукурузы 0,60...0,85, проса 0,68...0,75, ржи 0,67...0,75, пшеницы 0,73... 0,85.

Наблюдение за хранящимся зерном заключается в контроле температуры. При начинающемся самосогревании зерно в складах амбарного типа перемещают с одного места на другое с помощью специальных агрегатов - зернометов, в механизированных складах - с помощью различных транспортных средств.

Для предотвращения порчи зерна насекомыми и клещами склады перед их загрузкой тщательно дезинфицируют ядохимикатами - хлорпикрином, трихлорнитрометаном и другими безвредными для производства спирта веществами. Для защиты зерна от грызунов (крыс, мышей) в складах пол возле стен на расстоянии около 1 м делают бетонным, нижнюю часть стен облицовывают.

Свежеубранные початки кукурузы имеют влажность зерна выше 17 %, поэтому их хранят в буртах (бунтах) или в сапетках. Ширина основания буртов не должна превышать 3 м. Сапетки представляют собой длинные узкие деревянные склады, стены и пол которых сделаны с зазором между досками (жердями) или плетеными, крыша деревянная или черепичная. Ширина и высота сапеток по 2 м, длина до 30 м, а иногда и больше. Пол покоится на кирпичных столбах и поднят над землей на 30...50 см. С целью интенсивной естественной вентиляции сапетки располагают перпендикулярно направлению господствующих ветров. Более совершенны сапетки, загрузка и выгрузка которых механизированы.

При влажности зерна в початках не выше 17 % их можно хранить в обычных зерноскладах, под навесами или временно на открытых площадках при условии защиты от атмосферных осадков.

Во время хранения происходит усушка зерна, под которой понимают убыль влаги, отнесенную к первоначальной массе и выраженную в процентах. Для вычисления усушки зерна составлены специальные таблицы (таблицы Дюваля); при отсутствии их расчет ведут следующим образом. Например, на складе имелось 200 т кукурузы в зерне начальной влажностью 20 %. При хранении влажность понизилась до 14 %. Сухих веществ зерна с начальной влажностью было $200 \cdot 0,8 = 160$ т. Зерна с конечной влажностью осталось $160 (100 \cdot 86) = 186,046$ т. Усушка массы: $200 - 186,046 = 13,954$ т, или $(13,954 \cdot 100) : 200 = 6,98$ %.

Мелассу хранят в наземных цилиндрических вертикальных резервуарах (баках), выполненных из стали, с соотношением высоты к диаметру 1:1, снабженных конусообразной крышей, надежно защищающей от попадания атмосферных осадков и талых вод. Вместимость резервуаров 500...2000 т и больше. Общий запас мелассы должен быть не менее чем на 5 мес. работы завода.

Каждый резервуар имеет: наружную стационарную лестницу; пробные краны диаметром 25 мм, установленные по высоте на расстоянии 1 м один от другого вблизи от наружной лестницы; поплавковый уровнемер, связанный со шкалой на внешней стороне стенки резервуара для контроля за его наполнением; наполняющую трубу, верхний конец которой внутри резервуара загнут к стенке (во избежание образования пены), с подводкой

воды и пара для промывки и пропарки; в нижней части расходный штуцер с задвижкой, к которому присоединена труба для перекачки мелассы в производство, и змеевик для подогрева мелассы зимой ретурным паром до температуры не выше 40 °С. На каждом резервуаре масляной краской пишут его номер, вместимость в кубических метрах, количество мелассы в тоннах.

Так как качество мелассы во второй половине сезона сахароварения ухудшается, то мелассу поздней выработки хранят в отдельных резервуарах. Они соединены между собой коммуникациями, по которым мелассу подают в производство из разных резервуаров или одновременно из всех, а также перекачивают ее из одного резервуара в другой или в тот же самый (с целью усреднения состава).

После каждого опорожнения резервуары, вспомогательные емкости, трубопроводы, арматуру и насосы чистят, промывают и стерилизуют. При этом внутреннюю поверхность резервуара сначала очищают скребками от присохшей мелассы и ржавчины, тщательно промывают водой из брандспойта, обрабатывают хлорной известью и вновь моют. Трубопроводы для мелассы промывают, прокачивая через них горячую воду, а затем пропаривают. Содержащие сахар смывки, полученные при зачистке резервуаров, немедленно направляют в переработку.

На длительное хранение закладывают мелассу, содержащую не менее 75 % сухих веществ, имеющую щелочную или близкую к нейтральной реакцию (рН не ниже 6,8) и выдерживающую пробу на «самозакисание».

В мелассе могут находиться различные микроорганизмы, в основном это бактерии и дрожжи: плесневые грибы встречаются сравнительно редко. Споровые бактерии *Bac. subtilis*, *Bac. mesentericus*, *Bac. mycoides* и *Bac. megatherium* вредны главным образом из-за способности восстанавливать нитраты в нитриты, чрезвычайно ядовитые для дрожжей. Кислото- и газообразующие неспороносные бактерии представлены преимущественно гетеро- ферментативными молочнокислыми бактериями. В мелассе чаще встречается слизееобразующий *Leuconostoc mesenteroides*. Из дрожжей содержатся *Candida tropicalis*, *C. gilliermondii*, *Torula nigra* и др. Все они потребляют сахар, азотистые и минеральные вещества. При хранении в течение 6 мес. нормально обсемененной микроорганизмами мелассы с 76 % сухих веществ потери сахара достигают в среднем 0,5 % от массы его в мелассе за 1 мес. Среднемесячные потери сахара при трехмесячном хранении мелассы с содержанием 68 % сухих веществ и сильным обсеменении спороносными бактериями и дрожжами (до 50 000 000 клеток на 1 г) могут возрасти до 2,8 %.

Отмечены случаи, когда при хранении больших количеств мелассы она неожиданно начинала пениться, разогреваться и выливаться из резервуара, выделяя едкие газы и при остывании превращаясь в нерастворимую губчатую массу. При скоплении газов внутри резервуара происходил взрыв. Причина данного явления недостаточно выяснена, вероятнее всего это вызывается меланоидиновой реакцией. Эта реакция экзотермична, а так как отвод теплоты из большой массы затруднителен, то температура постепенно повышается, увеличивается скорость реакции, происходит подкисление мелассы, что вызывает инверсию сахарозы и накопление моносахаридов - одного из необходимых компонентов. В мелассе содержится значительное количество аминокислот, кроме того, некоторые промежуточные продукты реакции сохраняют свободные аминогруппы. Таким образом, между скоростью реакции и образующимися продуктами имеется положительная обратная связь, т. е. реакция носит автокаталитический характер.

Развитию этой реакции способствуют также загрузка мелассы, подогретой до 50...60 °С, в неочищенные резервуары, высокое содержание сухих веществ (83...85 %) и продолжительное хранение.

3. Подготовка зерна

Все виды зерна, поступающего в производство, очищают от пыли, земли, камней, металлических и других примесей. Зерно, предназначенное для приготовления солода, освобождают также от щуплых зерен, половинок и семян сорных растений.

Примеси, отличающиеся от зерна данной культуры толщиной (шириной) и аэродинамическими свойствами (парусностью), отделяют на воздушно-ситовом сепараторе.

На станине посредством плоских упругих стальных пластин подвешен наклонный ситовый корпус, получающий поступательно-возвратное движение от эксцентрикового вала и шатуна. В верхней части сепаратора находится приемная коробка со шнеком, распределяющим зерно по всей ширине машины. Под шнеком имеется задвижка, регулирующая количество зерна, поступающего на сита. Осадочные камеры служат для улавливания легких примесей из воздуха, отсасываемого вентилятором. Скорость воздуха в аспирационных каналах и, а также в осадочных камерах и регулируется клапанами и шиберами. В нижней части каждой осадочной камеры шарнирно подвешены клапаны, которые благодаря разрежению,

создаваемому вентилятором, плотно прижимаются к стенкам камер. Под действием массы накопившихся примесей клапаны открываются и пропускают их в наклонные лотки, укрепленные на ситовом корпусе. Очищаются сита инерционным щеточным механизмом.

Работает сепаратор следующим образом. Поступающее в приемную коробку зерно равномерно распределяется шнеком и задвижкой и поступает вниз по аспирационному каналу, в котором масса зерна пронизывается потоком воздуха, создаваемым вентиляторами. Очищенное от легких примесей зерно ссыпается на колеблющийся ситовый корпус. На ситах и отделяются крупные примеси, на сите - мелкие. Очищенное зерно сходом с сита поступает в аспирационный канал.

Сита в ситовом корпусе съемные и имеют круглые отверстия, диаметр которых зависит от культуры зерна: в сите 19 (приемном) - от 5 до 20 мм, в сите 20 (сортировочном) - от 6 до 10 мм и в сите 21 (подсевном) - от 1,2 до 1,8 мм. Уклон сит также изменяется и в среднем составляет для первого сита 10, второго - 15 и третьего - 17. Скорость воздуха в аспирационных каналах должна быть не выше 7 м/с (при большей скорости возможен унос зерна). При очистке ячменя, овса и проса производительность сепаратора снижается на 20...30 %. В очищенном зерне содержание примесей не должно превышать 1 %.

Мелкие металлические примеси, содержащиеся в зерне после очистки в воздушно-ситовых сепараторах, удаляют с помощью магнитных сепараторов. Сепараторы с постоянным магнитом встраиваются в дно наклонного деревянного желоба, по которому движется зерновая масса. Металлические частицы, задерживающиеся в углублениях около полюсов магнита, периодически удаляют вручную. При несвоевременном удалении примесей возможно замыкание полюсов, и тогда действие магнита прекращается. Сепараторы с постоянным магнитом устанавливают под углом около 40°. Они имеют длину магнитного поля от 288 до 816 мм, силу притяжения 88,3 Н и производительность по зерну от 1,08 до 3,06 т/ч.

Более совершенны электромагнитные сепараторы, обладающие постоянным магнитным полем. Они состоят из цилиндрического барабана, изготовленного из немагнитного материала, и расположенного внутри него электромагнита, создающего магнитное поле. Сверху на барабан, вращающийся по часовой стрелке с окружной скоростью до 0,5 м/с, по всей длине поступает зерно слоем не больше 5 мм. Металлические примеси притягиваются к поверхности барабана и удерживаются на ней до тех пор, пока не выйдут из воздействия магнитного поля. При диаметре барабана 300 мм сепаратор в зависимости от культуры зерна имеет производительность от 4 до 9 т/ч, потребляя мощность 0,6...0,9 кВт.

С помощью сит зерно можно разделить только по толщине и ширине. Примеси, отличающиеся от основной культуры длиной зерна, выделяют на машинах, называемых триерами. Рабочий орган триера - цилиндр или диск с ячейками, выбирающими из зерновой массы короткие частицы, в зависимости от назначения различают два вида триеров: куколеотборники - выделяющие из основной культуры половинки зерен и шаровидные примеси, например, семена куколя; овсюгоотборники - выделяющие зерно основной культуры, например ячменя, ржи, из смеси его с длинными зернами овса и овсюга.

В спиртовой промышленности распространены цилиндрические триеры. В цилиндрическом триере ячейки выигтампованы или высверлены на внутренней поверхности барабана и имеют форму полушара или кармана. При отделении куколя, дикого гороха, вики и битого зерна от ячменя диаметр ячеек должен быть 6,25...6,5 мм, при отделении овсюга от ржи - 8...8,5 овсюга от овса-11,5 мм. На 1 м поверхности расположено около 30 тыс. ячеек. Барабан ставят с уклоном в 75...100 мм на 1 м, он вращается с окружной скоростью 0,25...0,4 м/с (10...20 об/мин). Внутри барабана расположен желоб со шнеком, положение которого можно изменять.

При работе триера как куколеотборника ячейки заполняются шаровидными семенами и половинками зерен, которые при вращении барабана поднимаются на определенную высоту, выпадают из ячеек в желоб и удаляются шнеком. Длинные зерна, не укладываемые в ячейки, выпадают из них при меньшем угле подъема и возвращаются в зерновую массу. В ячейках может задерживаться некоторое количество целых зерен; они с помощью скребка, шарнирно укрепленного на крае желоба, сбрасываются обратно.

При работе триера как овсюгоотборника в желоб, наоборот, попадает основная культура. Производительность триера в этом случае снижается. На крупных спиртовых заводах применяют быстроходные цилиндрические триеры высокой производительности.

Зерно, предназначенное для приготовления солода (кроме проса), разделяют в сортировочных машинах - цилиндрических барабанах, обтянутых металлической сеткой, на три сорта: I и II сорт используют для получения солода, III сорт направляют на разваривание.

4. Подготовка мелассы

При переработке на спирт мелассы подготовка ее сводится к гомогенизации (усреднению состава), подкислению, асептированию, добавлению питательных веществ для дрожжей и разбавлению водой. Мелассу, сильно инфицированную микроорганизмами, подвергают тепловой стерилизации, а при выпуске спиртовых дрожжей как хлебопекарных еще и очищают от взвешенных примесей.

В зависимости от способа переработки мелассы - одно- или двухпоточный - готовят мелассное сусло одной или двух концентраций сухих веществ: 22 % или 12 и 32 % соответственно. Сусло концентрацией 12 % называют дрожжевым, и служит оно для выращивания посевной культуры дрожжей, сусло концентрацией 32 % - основное. Однопоточный способ применяют на заводах, вырабатывающих спирт и хлебопекарные дрожжи.

По однопоточному способу сбраживания мелассу перед взвешиванием гомогенизируют путем перекачки насосом из нижней части гомогенизатора (цилиндрического резервуара) в различные места по его высоте. Дефектная меласса сначала стерилизуется паром в контактной головке, затем охлаждается в пластинчатом теплообменнике и направляется в тот же гомогенизатор, где смешивается с нормальной мелассой. После взвешивания меласса подкисляется, асептируется и обогащается питательными веществами для дрожжей в специальном смесителе, разбавляется водой до концентрации сухих веществ 35...40 %, очищается от взвешенных примесей на кларификаторе и, наконец, окончательно разбавляется до концентрации 22 %.

По двухпоточному способу сбраживания гомогенизированная меласса, предназначенная для приготовления дрожжевого сусла, взвешивается, как и по однопоточному способу, подкисляется, асептируется, обогащается питательными веществами и разбавляется водой до концентрации сухих веществ 12 %. При этом количество кислоты и питательных солей, рассчитанное на всю мелассу, вносят в дрожжевое сусло. Мелассу, предназначенную для приготовления основного сусла, после взвешивания только асептируют и затем разбавляют до концентрации 32 %.

Количество мелассы, расходуемое в сутки, рассчитывают, исходя из суточной производительности завода, нормированного выхода спирта из 1 т условного крахмала и содержания сбраживаемых сахаров в мелассе.

Суточную производительность спиртового завода выражают в декалитрах (дал) безводного спирта-сырца, содержащегося во всех продуктах ректификации, с учетом потерь при выделении спирта из зрелой бражки (0,2 %).

Меласное сусло необходимо сбраживать в условиях, исключающих развитие посторонних микроорганизмов, продукты обмена которых отрицательно влияют на жизнедеятельность дрожжей. В спиртовом производстве большинство микроорганизмов погибает вследствие высоких концентрации сухих веществ меласного сусла, pH среды и содержания накапливающегося в бражке этилового спирта. Для спиртового брожения наиболее опасны разнообразные кислотообразующие бактерии, обладающие высокой кислото- и спиртоустойчивостью, для прессованных дрожжей - кислотообразующие бактерии с высокой протеолитической активностью.

Сбраживание меласного сусла дрожжами протекает нормально при pH около 5. Для подавления развития посторонней микрофлоры активную концентрацию водородных ионов в сусле необходимо было бы довести до pH 2,8...3,0, но при этом угнетались бы размножение и бродильная энергия дрожжей. Поэтому при однопоточном способе сбраживания pH сусла поддерживают около 5, чему соответствует общая кислотность 0,4...0,6е (в зависимости от буферной емкости мелассы); при двухпоточном кислотность дрожжевого сусла находится в пределах 1,1... 1,3е и после смешивания с основным суслом составляет 0,6...0,7е. При обоих способах для подавления посторонней микрофлоры добавляют антимикробные вещества.

Неразбавленную мелассу эффективнее подкислять и асептировать, так как создаются более высокие кислотность среды (1,6...2,4 при однопоточном и 3,5...4,5 при двухпоточном способах) и концентрация антисептика. Для подкисления используют серную или соляную кислоту. Расход соляной кислоты меньше, чем серной (140 кг против 198,1 кг в пересчете на 100%-ную).

Во избежание разрушения сахаров мелассы серную кислоту предварительно разбавляют четырех-пятикратным количеством воды.

Принято считать, что при подкислении мелассы серной кислотой образуется гипс, который вызывает затруднения в процессах сепарирования дрожжей и упаривания меласной барды. Вследствие этого предпочтение отдают соляной кислоте. В то же время известно, что сульфат-ион менее токсичен в отношении дрожжей, чем хлорид-ион. Исследования, проведенные в Киевском технологическом институте пищевой промышленности, показали, что при подкислении мелассы серной кислотой до pH 5 гипс не образуется, более полно сбраживаются сахара меласного сусла, выход спирта выше, чем при использовании соляной кислоты. Это было также подтверждено сотрудниками Паневежского опытного спирткомбината. Ими установлено, что при упаривании нейтрализованной до pH 6 «сернокислой» барды значительно уменьшается коррозия оборудования, предотвращается образование накипи в выпарных аппаратах, улучшается качество конденсата, сточных вод и упаренной барды.

Антимикробные препараты для асептирования мелассы должны обладать высоким бактерицидным действием, не влиять отрицательно на жизнедеятельность дрожжей и

качество спирта, не быть токсичными для животных. Нормативный расход антимикробных препаратов (кг на 1000 дал спирта для каждого в отдельности): хлорной извести 11,0, 40%-ного формалина 5,0, сульфанола 2,13. При получении хлебопекарных дрожжей выделением их из меласно-спиртовой бражки норма расхода хлорной извести может быть увеличена до 20...25 кг. Хлорную известь применяют в виде декантированного водного раствора.

Мелассу смешивают с кислотой, антисептиком и питательными веществами в смесителе), представляющем собой цилиндрический сосуд, внутри которого расположен вал с укрепленными на нем стержнями. Такие же, но неподвижные стержни имеются и на внутренней поверхности корпуса смесителя.

В мелассе содержится 0,3...0,5 % взвешенных частиц, состоящих примерно наполовину из органических веществ (коллоидов). Из минеральных веществ присутствуют преимущественно известь, соли кремниевой кислоты, окислы железа.

Под термином тарификация в данном случае следует понимать не осветление, а очистку меласных растворов. Этот процесс осуществляют в кларификаторах (сепараторах-очистителях) под действием центробежных сил, возникающих при вращении барабана.

Применяют кларификаторы с барабаном и вставками цилиндрической формы, образующими грязевые камеры, кларификатор ВСМ - четырехкамерный, диаметр барабана 620 мм, количество вставок 3, частота вращения 4170 об/мин. Он относится к типу полузакрытых кларификаторов: приток и удаление меласного раствора происходят под избыточным давлением, процесс сепарирования не изолирован от доступа воздуха.

В грязевых камерах остается осадок влажностью около 80 %. Его выбирают вручную, кларификатор моют 2%-ным раствором соды и ополаскивают водой. В некоторых моделях осадок выгружается гидравлически без остановки кларификатора. Степень очистки возрастает с увеличением кратности разбавления мелассы (меньше вязкость) и со снижением загрузки кларификатора меласным раствором. При концентрации сухих веществ в меласном растворе 35...40 % осадок составляет в среднем 0,08 % к массе осветляемой мелассы. Наряду с отделением суспендированных веществ из мелассы удаляется примерно 40 % всей содержащейся в ней микрофлоры, главным образом палочек и стрептококков.

В осадок выводится 0,013...0,026 % сахара в пересчете на сахар мелассы, 90...92 % его можно экстрагировать водой, а после обработки антисептиком и отстаивания декантировать на разбавление мелассы.

Опыт Лохвицкого спирткомбината, на котором ранее были установлены кларификаторы, показал, что при переработке очищенной мелассы в бражке на 4...6 % увеличивается количество дрожжевых клеток и резко повышается стойкость хлебопекарных дрожжей при хранении. Однако имеются и другие экспериментальные данные. Подвергнутое механической очистке меласное сусло сбраживается медленнее, чем неочищенное. Предполагают, что при кларификации меласного раствора в осадок частично переходят биостимуляторы.

5. Подготовка картофеля

В картофеле содержатся примеси земли, соломы, ботвы, камней и металлических предметов (кусочков проволоки, гвоздей, гаек) и др. Примеси засоряют, вызывают быстрый износ и даже поломку оборудования, нарушают нормальное протекание технологических процессов, поэтому их удаляют из сырья. Частично это достигается уже при транспортировании картофеля.

Из оборотных хранилищ (рештаков) и буртов картофель подают в производство с помощью гидравлического транспортера, представляющего собой открытый желоб, расположенный вдоль нижней части рештака или буртов. Желоба изготавливают из сборного

железобетона или бетона и тщательно цементируют. Они имеют прямоугольный профиль с закругленными углами у дна, ширину не меньше 0,35 м (размер лопаты) и высоту приблизительно вдвое больше ширины. Желоб устанавливают с небольшим уклоном в сторону главного корпуса завода: 8... 10 мм на 1 м на прямых участках, 10...13 мм на поворотах.

Для транспортирования обычно применяют воду, отходящую из теплообменников; используют ее многократно, устанавливая отстойники. Расход воды на гидротранспортирование 400...700 % к массе картофеля. Скорость движения водно-картофельной смеси около 0,75 м/с. При меньшей скорости оседает земля, при большей — увеличивается расход воды. Загружают картофель в транспортер деревянными лопатами или с помощью гидрантов. Подача картофеля должна быть равномерной во избежание «пробок». Для отделения воды в конце транспортера устанавливают решетку из стальных прутьев с зазором между ними около 1 см

Легкие, грубые и тяжелые примеси картофеля отделяют в соломо- и камнеловушках. Простейшая солomоловушка имеет вид грабелей из стальных проволочных крючков, шарнирно закрепленных на стенках желобов гидротранспортера. При движении водно-картофельной смеси крючки приподнимаются, не мешая движению клубней, но задерживают легкие примеси, периодически удаляемые вручную. Известны грабельные цепные ботвосоломолушки, полностью механизированные и действующие непрерывно.

Наиболее эффективна камнеловушка барабанного типа конструкции Соколова-Павлюка.

При гидравлическом транспортировании картофеля отмывается только часть земли, поскольку клубни и большое количество воды движутся в одном направлении с малой разницей в скоростях. В связи с этим при мойке необходимо отделить от картофеля оставшиеся легкие и тяжелые примеси.

На современных спиртовых заводах технологическая линия мойки картофеля укомплектована различными машинами и устройствами для удаления посторонних примесей. В универсальную технологическую линию для мойки картофеля входит моечная машина, с соломо- и камнеловушкой и интенсификатором мойки и элеватором для вымытого картофеля. Предусматривается оборотное водоиспользование с очисткой моечных вод. Такую линию успешно используют для мойки картофеля с высокой загрязненностью.

Для мойки картофеля со средней или низкой загрязненностью, особенно если он выращен на песчаных почвах, характеризующихся хорошей набухаемостью и размокаемостью, применяют моечные линии Загородного спиртового завода Рязанской области. Отличительная особенность такой линии - комплектация соломо- и камнеловушками, не имеющими движущихся рабочих органов. Моечная кулачковая машина, как отдельный узел, вообще отсутствует; картофель отмывается при движении по всей системе, особенно в насосе и транспортном трубопроводе, по которому пульпа подается на производство.

Количество неотмытой земли на картофеле не должно превышать 0,1 %. Допустимые потери картофеля в процессе мойки - до 0,2 %.

Вымытый картофель взвешивают на ковшовых автоматических весах с точностью до $\pm 0,5$ %. В массу сырья вносят поправку в 1 % на содержание поверхностной влаги.

1.3 Лекция № 3 (2 часа)

Тема: «Водно-тепловая обработка зерна и картофеля»

1.3.1 Вопросы лекции:

- 1.3.1 Структурно-механические изменения сырь
- 1.3.2 Превращение сахаров
- 1.3.3 Потери сбраживаемых углеводов при разваривании
- 1.3.4 Способы разваривания сырь

1.3.2 Краткое содержание вопросов:

1. Структурно-механические изменения сырь

Основная цель водно-тепловой обработки сырь - подготовка к осахариванию крахмала его амилолитическими ферментами солода или микробных препаратов. Осахаривание наиболее полно и быстро происходит тогда, когда крахмал доступен для их действия (не защищен клеточными стенками), оклейстеризован и растворен, что возможно достичь следующими способами: развариванием - тепловой обработкой цельного сырь при повышенном давлении; сверхтонким механическим измельчением сырь на специальных машинах; механическим измельчением сырь до определенных размеров частиц и последующим развариванием под давлением или без давления (комбинированный способ).

На заводах широко распространен один из комбинированных способов - механико-ферментативная обработка сырь. Сущность его заключается в том, что измельченное сырье (проход 80...90 % через сито с отверстиями диаметром 1 мм) смешивается с водой и разжижающими ферментами, преимущественно α -амилазой, и нагревается до 60... 100 °С для клейстеризации, растворения, частичного ферментативного гидролиза крахмала. Обработку проводят при постепенном или ступенчатом повышении температуры в течение нескольких часов.

При такой комбинированной обработке без разваривания под давлением сырье хорошо подготавливается для дальнейшего осахаривания глюкоамилазой или солодом. Так как разваривание происходит при температуре ниже 100 °С, то это значительно снижает потери сбраживаемых веществ от перевара, существенно сокращает расход пара и повышает безопасность труда - отпадает необходимость устанавливать аппараты, работающие под давлением.

В процессе обработки картофеля и зерна происходят значительные структурно-механические изменения сырь и химические превращения веществ, входящих в его состав.

Клубни картофеля имеют крупные клетки, заполненные соком и покрытые тонкой кожей, поэтому целые клубни быстро прогреваются и развариваются. Небольшое количество воды добавляется при переработке высококрахмалистых сортов и загнившего картофеля.

Первую стадию тепловой обработки неизмельченного картофеля - подваривание - проводят при атмосферном давлении. Наивысшая температура подваривания не должна превышать 70 °С. При более высокой температуре часть клубней может разрушиться, вышедший из клеток клейстеризованный крахмал покроет слои целых клубней, вследствие чего разваривание их будет продолжительным и неполным. Кроме того, перегрузка деформированного картофеля из предразварника в разварник затруднена. Температура 40...60 °С также нежелательна, так как стимулирует действие амилолитических ферментов клубней и превращение крахмала в сахар. Продолжительность подваривания здорового картофеля около 30 мин, мороженого - 50 мин.

По современным схемам непрерывного разваривания картофель перед тепловой обработкой измельчают в кашку на молотковых дробилках или картофелетерках. При этом большая часть клеток вскрывается, вместе с клеточным соком освобождается около 70 % крахмала. Картофельная кашка имеет недостаточную текучесть, поэтому в ряде случаев при ее перекачке плунжерными насосами приходится добавлять некоторое количество воды.

В отличие от целых клубней картофельную кашку подваривают лишь до температуры 40 °С, так как из-за клейстеризации свободных крахмальных гранул вязкость настолько возрастает, что кашка утрачивает текучесть. При температуре выше 50 °С вязкость резко возрастает и достигает очень больших значений. При разжижении достаточным количеством бактериальной α -амилазы вязкость картофельной кашки даже при нагревании до температуры 80 °С увеличивается только немного выше вязкости при 40 °С. Следовательно, применением α -амилазы на стадии подваривания можно полностью использовать вторичный пар (экономия расхода теплоты) и лучше подготовить сырье к развариванию. Такой режим применяют при механико-ферментативном способе подготовки сырья.

Зерновое сырье готовят к развариванию иначе, чем картофель, так как его первоначальная влажность колеблется в пределах 12...18 % и прочность значительно выше, причем у отдельных слоев зерна она различна, что обусловлено неоднородностью его строения. Наибольшей прочностью обладают оболочки зерна, наименьшей - эндосперм.

Алейроновый слой, состоящий преимущественно из белков, характеризуется значительными эластичностью и сопротивляемостью как механическим, так и химическим воздействиям. Такими же свойствами обладает и зародыш: на мельничных машинах, работающих по принципу сдавливающих усилий, зародыш сплющивается, но не дробится. Эндосперм имеет тонкое и хрупкое строение, сопротивление его сжатию 1,7...3,2 МПа, а сопротивление скалыванию 0,3...0,9 МПа.

Для разрушения целого зерна необходимы значительные механические усилия. На размол в дерть 1 т зерна нужно затратить в среднем 70...90 кДж электроэнергии, при этом еще не все клетки будут вскрыты, в связи с чем уменьшение прочности сырья - одна из целей подваривания. Вода, проникающая внутрь зерна, вызывает набухание крахмала и клеточных стенок, растворяет некоторые межклеточные вещества, отчего сцепление отдельных составных частей зерна ослабевает. Благодаря этому оно становится мягким и гибким. По данным Л. Н. Маравина, для сжатия кукурузного зерна до состояния лепестка толщиной 3 мм необходимо давление 3,9 МПа, а после подваривания при 100 °С в течение 3 ч - всего 0,26 МПа.

При переработке зерна, как и картофеля, развариванию под давлением предшествует подваривание, перед которым целое зерно или крупку смешивают с водой в отношении от 1:2,5 до 1:3,5 с таким расчетом, чтобы после осахаривания концентрация сахара была 16...18 %.

В процессе подваривания вторичным паром зерно набухает. При температуре до 55 °С крахмал набухает слабее, чем клейковина, при температурах выше 60 °С, наоборот, набухание крахмала резко возрастает, а клейковины уменьшается. При температуре около 90 °С оболочки зерна разрываются в отдельных местах и крахмал частично клейстеризуется.

Крупные зерна набухают медленнее мелких. Дефектное зерно набухает быстрее здорового. С повышением температуры на 10 °С (интервал температур 70...90 °С) скорость набухания возрастает примерно в два раза.

Практически целое зерно ржи, пшеницы, ячменя и овса в периодически действующих предразварниках нагревают до 85...95 °С и выдерживают при этой

температуре 60...75 мин. Полное набухание достигается в течение 2 ч. Подваренное целое зерно вместе с горячей водой поступает самотеком в варочный аппарат.

Набухание значительно ускоряется при нарушении целостности зерна. Чем мельче крупка, тем быстрее происходят набухание, клейстеризация крахмала и связанное с ней повышение вязкости замесов, что следует учитывать в производственных условиях при выборе температуры подваривания.

Б. А. Устинниковым исследована динамика вязкости пшеничного замеса в зависимости от температуры подваривания и размеров крупки (скорость нагрева 1,5 °С в минуту). Установлено, что у крупки с частицами размером до 1 мм вязкость резко возрастает начиная с 60 °С и достигает максимального значения при температуре 72...75 °С. Затем вязкость снижается в связи с нарушением структуры клейстера при механическом перемешивании и гидролизе крахмала амилазами сырья. Максимальная вязкость достигает 50...52 Па * с, при этом практически теряется текучесть замеса.

При температуре 60 °С замес из крупки с частицами большего размера расслаивается. Расслаивание прекращается с одновременным быстрым повышением вязкости при 65 °С у замеса с частицами размером 1,5 мм, при 80...85 °С - 2, при 90 °С - с частицами размером 2,5 мм. Вязкость замесов из крупных частиц возрастает медленно и после достижения больших значений долго остается на этом уровне. Свойство медленного набухания и клейстеризации крахмала крупных частичек применяется на практике для полного использования вторичного пара путем быстрого нагрева замеса до максимальной температуры при ограниченном времени выдержки массы на стадии подваривания.

В зависимости от степени измельчения зерна, свойств и концентрации крахмала в замесе выбирают оптимальную продолжительность выдержки массы при максимальной температуре, определяемой вязкостью подваренного замеса, т. е. возможностью его перекачивания. Установлено, что наиболее эффективно проводить разваривание такого сырья, в котором полностью прошли процессы набухания и клейстеризации. При этом снижаются температура и продолжительность разваривания, вследствие чего значительно уменьшаются потери сбрасываемых веществ и сокращается расход пара.

Подваривание сырья до полного набухания и клейстеризации возможны только при одновременном разжижении замеса бактериальными α -амилазами. Препараты бактериальных α -амилаз, особенно термофильных культур *Bac. subtilis* или *Bac. diastaticus*, хорошо разжижая крахмал при температурах до 95 °С, гидролизуют его до высокомолекулярных декстринов. В отличие от α -амилаз солода и плесневых грибов разжижение бактериальными α -амилазами не приводит к значительному накоплению Сахаров, следовательно, можно не опасаться больших потерь сбрасываемых веществ при разваривании.

После подваривания сырье поступает в разварники периодического или непрерывного действия, где подвергается воздействию более высоких температур - 140...170 °С (избыточное давление 0,27...0,71 МПа).

В современных технологических схемах, где подваривается измельченное сырье с разжижением α -амилазой достаточно продолжительное время, надобность в процессе разваривания при высокой температуре с повышенным давлением отпадает, так как все процессы клейстеризации, набухания и растворения идут параллельно и заканчиваются при 85...95 °С. При варке под давлением в первый период разваривания заканчиваются поглощение воды, набухание и клейстеризация. Одновременно растворяются крахмал, некоторая часть пентозанов, гексозанов, белков и других веществ сырья. По мере растворения отдельные клетки разрываются и дают выход крахмалу в окружающую зерно среду. При разваривании сырья клетки разрываются сначала в наружных слоях, внутри же клубня или зерна они остаются целыми.

Этот период характеризуется медленным растворением внутренних слоев тканей и длится при периодическом процессе для цельного зерна 40...50 мин, картофеля 15...30 мин.

Во второй период разваривания под действием высокой температуры клубни изменяются следующим образом. Клетки клубня, разваренного под давлением 0,3 МПа, раздуваются и принимают шарообразную форму; связь между ними сильно нарушается. Растворившиеся под действием высокой температуры вещества частично выходят из клеток и заполняют межклеточные пространства. Клубни разваренного картофеля хотя и размягчены, но большинство их еще сохраняет свою форму. После выдувания картофеля клетки еще больше увеличиваются в объеме. Некоторые из них лопаются, и находящийся в них жидкий крахмал выделяется в окружающую среду.

На рис. 23 схематически изображены изменения размера и формы целого зерна через каждые 10 мин разваривания. Набухание зерна и уменьшение прочности ткани пограничных участков длятся примерно 20 мин. В этот период повышается давление пара и соответственно температура в разварнике до 120... 125 °С. В следующие 10 мин, когда температура достигает 135... 140 °С, растворяется крахмал в периферийных участках зерна, и вокруг центральной его части образуется слой гидратированного крахмала. Спустя еще 10 мин., в течение которых температура повышается до 146...148 °С, растворение и разрушение ткани несколько продвигаются к центру зерна. Так как теплопроводность крахмалистой полужидкой массы, окружающей твердую часть зерна, понижена, то вода и теплота в центральном слое проникают медленно, поэтому процесс периодического разваривания целого зерна затягивается от 65 до 75 мин.

Если разваривать зерно меньшее время (например, 30 мин) при несколько пониженной температуре, то при выдувании клеточная структура не будет достаточно разрушена; крахмал полностью не осахарится, и значительная часть его потеряется с бардой. Однако при смешивании такой разваренной массы сырья с осахаривающими ферментами и пропускании через измельчитель можно получить оптимальные результаты осахаривания и брожения. На этом был основан способ ускоренного периодического разваривания с применением дисконожевых дробилок, предложенный А. Л. Малченко. Применяя этот способ, производительность разварников можно увеличить в 1,5 раза и перерабатывать большое количество высокоплечатого сырья, так как пленки подвергаются дополнительному измельчению.

При непрерывном разваривании с предварительным измельчением сырья крахмальные зерна становятся значительно более

доступными для действия теплоты и влаги, поэтому все эти процессы протекают с большей скоростью и при более низкой температуре.

При нагреве измельченного крахмалистого сырья с одновременной обработкой α -амилазой при механико-ферментативной обработке процесс еще больше ускоряется и, кроме того, параллельно идет интенсивный гидролиз крахмала до декстринов и Сахаров, что способствует еще лучшей подготовке сырья к дальнейшему осахариванию и сбраживанию.

2. Превращение сахаров

В крахмалсодержащем сырье присутствует сахар: в картофеле до 0,3 %, в зерне до 4 % (во ржи до 7 %). В мороженом картофеле и дефектном зерне его значительно больше. Как уже сообщалось, в процессе подваривания сырья образуется дополнительное количество сахара.

В. А. Смирнов и В. П. Сотская показали, что основной реакцией распада гексоз (фруктозы, глюкозы), в процессе разваривания является оксиметилфурфурольное разложение. Механизм этой реакции окончательно не выяснен, но известно, что

оксиметилфурфурол образуется изгексоз в кислой среде в результате дегидратации - отнятия трех молекул воды. Оксиметилфурфурол -нестойкое соединение, в свою очередь, распадающееся до левулиновой и муравьиной кислот.

Часть оксиметилфурфурола конденсируется, образуя красящие вещества (желто-коричневого цвета). Реакции образования изгексоз оксиметилфурфурола и его распада необратимы и протекают по кинетическому уравнению первого порядка.

В аналогичных условиях из пентоз образуется фурфурол - более стойкое соединение, чем оксиметилфурфурол.

Устойчивость отдельных моносахаридов зависит от pH среды и режима разваривания. Кривые, характеризующие разложение всех исследованных моносахаридов, имеют экстремум (точку минимума). Существование этой точки объясняется тем, что в слабокислой среде гексозы непосредственно дегидратируются, и чем выше концентрация активных водородных ионов (меньше pH), тем энергичнее происходит дегидратация. Понижение устойчивости гексоз с увеличением pH в слабокислой среде вызывается образованием большого количества оксоформы и кетонольной таутомерией, в результате которой, например, глюкоза превращается в менее стабильную фруктозу. Кетонольная таутомерия катализируется анионами слабых кислот, ведущих себя как сопряженные основания.

Минимальное количество глюкозы распадается при pH 3,4, фруктозы - при pH 3,6 и арабинозы - при pH 2,8. Следовательно, для сохранения моносахаридов в процессе разваривания наиболее благоприятна слабокислая реакция среды с pH около 3,5. При таком pH разлагается от 5 % (глюкозы) до 26 % (фруктозы) от первоначального количества сахара. При естественном pH сырья около 6,5 разлагается около 80 % глюкозы и около 90 % фруктозы. В условиях мягкого режима разваривания (по непрерывным способам) разлагается 0 и 11 % глюкозы, 9 и 36 % фруктозы. По степени устойчивости в слабокислой среде моносахариды располагаются в следующий ряд:

В этом ряду место каждого сахара соответствует легкости образования им ациклической формы.

Из сказанного выше очевидно, что степень разложения сахара можно снизить подкислением разваренной массы до pH около 3,5 или смягчением режима варки. При одновременном использовании обоих факторов потери фруктозы можно снизить до 9 %, глюкозы - до 0. При pH 3,5 крахмал сильнее гидролизуются, и при этом идет накопление глюкозы, но она в этих условиях почти полностью сохраняется.

Вторая по интенсивности реакция разложения сахаров в процессе разваривания - реакция образования меланоидинов (сахароаминная реакция, реакция Майяра), протекающая сложным путем (механизм ее до конца не выяснен). Она инициируется глюкозидным гидроксилом сахара и аминоксигруппой аминокислоты, которые, реагируя, образуют продукт присоединения. Среди продуктов меланоидиновой реакции найдены алифатические альдегиды, фурфурол и его производные, формальдегид, диацетил, метилглиоксаль, ацетон и др.

Реакция образования меланоидинов бимолекулярна и необратима.

По В.Л.Кротовичу и Р.Р.Токаревой, из Сахаров наиболее реакционноспособны пентозы, особенно ксилоза, за ней в убывающем порядке идут арабиноза, фруктоза и глюкоза. Из аминокислот наибольшей реакционной способностью обладает гликокол, меньшей - лейцин и аланин и еще меньшей - метионин.

Реакция возможна в широком диапазоне pH. В кислой среде она начинается при pH выше 2,1 и ускоряется с его возрастанием. В щелочной среде скорость больше, чем в слабокислой. Сильно влияет температура: с повышением ее на 10 °C скорость реакции возрастает в 2...3 раза.

Как показали В. А. Смирнов и В. П. Сотская, в условиях разваривания в присутствии гликокола количество разрушенных сахаров на 30...90 % больше, чем при одной оксиметилфурфурольной

реакции. Однако содержание свободных аминокислот в растительном сырье невелико, а гликокол составляет совсем ничтожную часть всех аминокислот сырья. Значение этой реакции в образовании потерь сбраживаемых веществ при разваривании невелико по сравнению с оксиметилфурфурольным разложением Сахаров.

Появившийся в результате разложения сахара более реакционноспособный, чем редуцирующие сахара, оксиметилфурфурол влияет на скорость получения меланоидинов.

Скорость меланоидиновой реакции можно снизить тем же путем, что и скорость оксиметилфурфурольного разложения сахаров, - смягчением режима разваривания и подкислением среды до pH 3,5, так как при таком pH скорость этой реакции в 3...5 раз меньше, чем при pH - 6,5. Основной путь снижения потерь сахара - смягчение режима разваривания в результате тонкого измельчения сырья, а также обработка сырья амилазой на стадии подваривания.

Стенки клеток и межклеточные вещества растительного сырья состоят из целлюлозы (клетчатки), гемицеллюлоз, гумми- и пекиновых веществ. Целлюлоза при разваривании под давлением 0,4-0,5 МПа практически не изменяется. Гемицеллюлозы картофеля и зерна, состоящие преимущественно из пентозанов, частично растворяются и частично гидролизуются до декстринов и менее высокомолекулярных соединений, вплоть до пентоз (арабинозы, ксилозы).

В зерне содержатся также гумми-вещества, в состав которых входят р-глюканы. Растворяясь при разваривании, р-глюканы при последующем осахаривании могут гидролизоваться до глюкозы при наличии в осахаривающем материале фермента р-глюканазы и давать дополнительное количество сбраживаемых сахаров, что увеличивает выход спирта из единицы сырья.

Пектиновые вещества при разваривании гидролизуются с образованием метанола по реакции

Чем жестче режим, тем больше образуется метанола, который при ректификации типового спирта трудно отделить, так как температура его кипения близка температуре кипения этилового спирта. Поэтому применение современных мягких режимов способствует улучшению качества спирта.

При температуре до 100 °С белки картофеля и зерновых злаков коагулируются и частично денатурируются, вследствие чего вначале наблюдается некоторое уменьшение количества растворимого азота. При температуре 140...158 °С оно увеличивается, что объясняется пептизацией белков.

По данным Д. Н. Климовского и С. А. Коновалова, при разваривании целого зерна в раствор переходит от 20 до 50 % азота, содержащегося в зерне.

В процессе разваривания жиры изменяются незначительно, так как температура 140...158 °С недостаточна для расщепления глицеридов, поэтому при разваривании образуется небольшое количество жирных кислот.

Нормальное сырье имеет слабокислую реакцию (pH 6,0...6,2), которая обусловлена наличием фосфорорганических соединений, белками кислотного характера, жирными кислотами и небольшим содержанием органических кислот (яблочной, щавелевой и др.). В дефектном сырье, подвергавшемся самосогреванию и гниению, количество кислых продуктов значительно увеличивается в результате превращения микроорганизмами углеводов в молочную, уксусную, масляную и другие кислоты. Чем больше начальная кислотность сырья, тем разнообразнее и глубже гидролитические реакции, протекающие при разваривании.

Содержание кислых соединений при разваривании увеличивается, поэтому разваренная масса имеет большую кислотность, чем исходное сырье. Повышение

кислотности при разваривании объясняется тем, что происходит освобождение фосфорной кислоты из ее неорганических и органических соединений (фитина, лицитина и нуклеина). Кроме того, при распаде сахара образуются гуминовые вещества, муравьиная, леулиновая и другие кислоты. С увеличением температуры и продолжительности разваривания кислотность разваренной массы прямолинейно растет.

Образование в процессе разваривания значительных количеств кислых соединений нежелательно, так как это влечет за собой усиление гидролитических реакций, накопление сахаров и их распад.

В процессе разваривания увеличивается выход экстрактивных веществ. Если водорастворимых веществ в нормальном зерне обычно не выше 10 %, то при нагревании его под давлением 0,4 МПа в течение 60...90 мин в раствор переходит 15...20 % неуглеводных веществ. Особенно много их получается при разваривании дефектного сырья (испорченного, например, в результате самосогревания). Его необходимо разваривать при невысокой температуре.

Значительное растворение неуглеводных веществ нежелательно, так как снижается доброкачественность суслу.

3. Потери сбраживаемых углеводов при разваривании

Основной показатель спиртового производства, характеризующий правильность выбора и выполнения технологического режима, - выход спирта из 1 т условного крахмала сырья.

Успешный выбор режима разваривания достигается в том случае, когда потери сбраживаемых углеводов невелики. Б. А. Устинников с сотрудниками исследовали потери с нерастворенным крахмалом в зрелых бражках и потери от разложения сахаров при различных степенях измельчения и режимах разваривания.

Приведен график, характеризующий потери нерастворимого крахмала в зрелой бражке для крупок различных размеров при продолжительности разваривания 60 мин в зависимости от температуры. Аналогичный характер кривые имеют и при другой продолжительности разваривания.

В результате увеличения температуры и продолжительности разваривания снижается содержание нерастворенного крахмала в зрелой бражке и повышаются потери от разложения сахаров. Оптимальный режим разваривания для каждой степени помола тот, при котором суммарные потери сбраживаемых веществ минимальны.

Суммарные потери сбраживаемых веществ при продолжительности разваривания 40 мин в зависимости от температуры. Минимумы на кривых соответствуют наименьшим потерям. Для крупок больших размеров минимумы располагаются выше, т. е. наименьшие суммарные потери для них больше, чем для крупок меньших размеров. Следовательно, при тонком измельчении можно применять более мягкий режим и снижать суммарные потери сбраживаемых веществ.

4. Способы разваривания сырья

На спиртовых заводах страны применяют в основном непрерывные способы разваривания измельченного крахмалистого сырья под повышенным давлением в аппаратах колонного и трубчатого типов. Широко распространен способ механико-ферментативной обработки крахмалистого сырья, предусматривающий применение водно-тепловой и ферментативной обработки измельченного сырья в непрерывном процессе при температуре не выше 100 °С в горизонтальных и вертикальных цилиндрических аппаратах с мешалками.

Необходимость предварительного измельчения сырья обусловлена тем, что подача его, особенно картофеля, в целом виде в варочный аппарат значительно затруднена. Смесь

целого зерна с водой быстро расслаивается, поэтому в трубопровод, питающий аппарат, может поступать или почти одна вода, или большое количество неравномерно распределенного зерна. Неоднородность смеси оказывала отрицательное влияние и на результаты разваривания. Перекачивание измельченного в кашку картофеля и замеса из диспергированного зерна и воды практически затруднений не вызывает. Перерабатывая измельченное сырье, можно смягчить режим варки и тем самым снизить потери сбраживаемых веществ и увеличить выход спирта.

Б. А. Устинников с сотрудниками исследовали зависимость выхода спирта от среднего эквивалентного диаметра частичек сырья при режимах разваривания, оптимальных для каждой степени измельчения. Эта зависимость выражается прямой, описываемой уравнением

Для пшеничной крупки с частицами диаметром от 3 до 0,5 мм.

Средний эквивалентный диаметр крупки, получаемой при дроблении зерна, обычно 1,5...1,7 мм. Если принять условный диаметр целого зерна равным 3,5 мм, то выход спирта при переходе от разваривания целого зерна к измельченному должен увеличиться согласно расчету по вышеприведенной формуле на 0,9...1,1 дал из 1 т крахмала. Принятая в промышленности норма надбавки к выходу спирта 0,7 дал при способах непрерывного разваривания близка к расчетной.

Дальнейшее увеличение степени измельчения по сравнению с применяемой в настоящее время пока ограничивается отсутствием измельчающих машин, на которых можно за один проход добиться тонкого помола при сравнительно небольшом расходе электроэнергии. Некоторые заводы самостоятельно внедряют двухступенчатое измельчение, позволяющее на молотковых дробилках и вальцовых станках получить помол с проходом 75...80 % через сито с отверстиями диаметром 1 мм.

Измельчая зерно до прохода 100 % через сито с отверстиями диаметром 1 мм, можно повысить выход спирта еще на 0,3...0,4 дал из 1 т крахмала, снизить температуру варки со 140 до 135... 132 °С и сократить продолжительность разваривания на 10... 15 мин.

М. С. Шульманом, затем Б. А. Устинниковым, М. Т. Полуяновой и С. И. Громовым доказано, что при тонком измельчении, затрагивающем целостность крахмальных зерен, можно проводить разваривание при температуре не выше 100 °С и увеличить выход спирта на 2...3 дал из 1 т крахмала. В этом случае значительно снижается расход теплоты на разваривание и создаются безопасные условия работы, так как замес разваривается при атмосферном давлении. Расход электроэнергии при этом соответственно повышается.

Таким образом, определено одно из технологических требований к установкам для непрерывного разваривания - тонкое предварительное измельчение сырья. Степень помола пока ограничивается проходом через сито с отверстиями диаметром 1 мм не менее 60 %, а для кукурузы - 75...90 %.

В последние годы исследованиями, проведенными Б. А. Устинниковым, С. В. Пыховой и С. И. Громовым, показано, что если при подваривании разжижать замесы бактериальной α -амилазой, то при достаточном времени экспозиции сырье почти полностью деструктурируется. При этом можно применять обычную степень измельчения с проходом крупки 60...70 % через сито с отверстиями диаметром 1 мм. При механико-ферментативном способе обработки сырья успешно используют существующую систему измельчения крахмалистого сырья.

При переработке зерна процессу подваривания предшествует смешивание крупки с водой. Оно должно вестись так, чтобы замес был однородным, без комочков теста («галушек»), которые плохо развариваются и вызывают увеличение потерь сбраживаемых веществ с нерастворенным крахмалом. Тщательность проведения этой операции определяется конструкцией смесителей, частотой вращения мешалки и температурой воды в месте смешивания, которая не должна превышать 50 °С (быть ниже температуры клейстеризации).

На стадии подваривания необходимо наиболее полно использовать вторичный пар для предварительного нагрева сырья и обеспечить частичное набухание и клейстеризацию крахмала с целью смягчения режима последующего разваривания. Полные набухание и клейстеризация недопустимы, так как это приведет к потере транспортабельности подваренного замеса. Нежелательно накопление Сахаров при температуре 55...65 °С.

В связи с этим при подваривании необходимы быстрое нагревание массы до заданной температуры, определяемой степенью измельчения и скоростью повышения вязкости, и быстрая передача нагретого замеса на разваривание.

При механико-ферментативном способе подготовки крахмалистого сырья с применением разжижения бактериальной α -амилазой набухание, клейстеризацию и растворение крахмала необходимо проводить по возможности наиболее полно, так как процесс разваривания под давлением исключается, а выдержанная на этом этапе масса направляется непосредственно на охлаждение и осахаривание. Механико-ферментативную обработку до максимально возможного растворения крахмала проводят, как правило, при постепенном или ступенчатом нагреве замеса от 60 до 85... 100 °С в течение 3 ч при непрерывном перемешивании.

Вязкость при этом не повышается сильно, так как одновременно идет разжижение крахмала α -амилазой.

В процессе разваривания подваренный замес смешивается с паром в контактных устройствах и выдерживается в непрерывном потоке при определенной температуре

Необходимая подготовка крахмалсодержащего сырья к осахариванию при минимальных потерях нерастворенного крахмала и сбраживаемых углеводов достигается правильно выбранным соотношением температуры и продолжительности разваривания и равномерностью обработки массы. Если выразить зависимость между температурой и продолжительностью разваривания в полулогарифмической системе координат, то она опишется прямой, для которой справедливо уравнение.

В производственных условиях масса перекачивается насосом, обрабатывается паром в контактных устройствах, движется с большой скоростью по трубопроводам и выдувается при перепаде давлений. Таким образом, частицы замеса в процессе разваривания, кроме теплового, подвергаются и механическому воздействию, способствующему их диспергированию. Чем интенсивнее эти воздействия, тем мягче может быть тепловой режим.

В уравнении зависимости продолжительности варки от температуры следует учитывать также конструктивные особенности аппарата, влияющие на организацию проведения процесса и степень смягчения режима разваривания.

Таким образом, основные требования, предъявляемые к стадии разваривания, - это равномерный прогрев массы в контактном устройстве до заданной температуры, соблюдение правильного соотношения продолжительности и температуры варки и сведение до минимума неравномерности прохождения отдельных частиц развариваемой массы через аппарат.

При этом процессе происходит отделение пара в результате перепада давлений. Паросепаратор должен обеспечить полное отделение пара от массы и его удаление из аппарата без уноса частиц сваренной массы.

При периодическом способе паросепаратор служит одновременно и выдерживателем, в котором масса доваривается в течение 1 ч, при непрерывном необходимости в выдерживании разваренной массы исключается, так как предварительно измельченное сырье полностью разваривается в варочных аппаратах. Однако приходится иметь небольшой запас массы для обеспечения бесперебойного поступления ее на станцию осахаривания.

Процессы разваривания и выдувания при механико-ферментативной обработке сырья не применяют, а подготовленную массу непосредственно направляют на осахаривание.

Механико-ферментативную обработку сырья в отличие от процесса подваривания по традиционным схемам разваривания ведут так, чтобы происходило максимальное растворение крахмала с максимальным накоплением сахаров и других низкомолекулярных продуктов гидролиза.

Исследовали накопление растворимых углеводов при ступенчатой гидроферментативной обработке и температуре 70 °С на первой ступени и 90 °С на второй. Уже при 70 °С более 90 % углеводов переходит в водорастворимое и 40 % в спирторастворимое состояние, а при 90 °С количество спирторастворимых и водорастворимых углеводов становится весьма близким к содержанию их в осахаренном сусле. Следует отметить, что при подваривании сырья по традиционной схеме непрерывного разваривания накопление растворимых углеводов в подваренном замесе составляет не более 30 % от содержания их в осахаренном сусле.

Следовательно, можно сказать, что при механико-ферментативной обработке на стадиях замеса первой и второй ступеней накапливается 90...95 % продуктов гидролиза высокомолекулярных соединений сырья от количества их в сусле. Таким образом, роль стадии осахаривания при механико-ферментативной обработке сводится к доосахариванию оставшихся наиболее трудногидролизуемых соединений.

1.4 Лекция № 4 (2 часа)

Тема: «Осахаривание разваренной массы»

1.4.1 Вопросы лекции:

- 1.4.1 Ферментативный гидролиз крахмала
- 1.4.2. Кинетика гидролиза крахмала
- 1.4.3. Способы осахаривания

1.4.2 Краткое содержание вопросов:

1 Ферментативный гидролиз крахмала

Цель ферментативного гидролиза крахмала - получение сусла. Разваренную массу зерна или картофеля осахаривают (гидролизуют) ферментами солода или культур плесневых грибов. Получаемый в результате этого продукт (сусло) в литературе прошлых лет называли «сладкий затор», «осахаренная масса». Термин «затор» сохранился с того давнего времени, когда на спирт перерабатывали муку, которую «затирали» - смешивали с водой и солодом при определенной температуре.

Исследования по гидролизу крахмала амилазами в H_2O^{18} (с меченым кислородом) показали, что они катализируют разрыв глюкозидных связей между C_1 и O . В амилозе при разрыве α -1,4-глюкозидной связи гидроксил воды присоединяется к первому углеродному атому левого остатка глюкозы, образуя альдегидную группу в скрытой (полуацетальной) форме, водород воды присоединяется к кислороду глюкозидной связи при четвертом углеродном атоме правого остатка глюкозы. Гидролиз амилопектина в точке ветвления (α -1,6-глюкозидной связи) сопровождается присоединением гидроксила воды также к первому углеродному атому, а водорода воды - к шестому углеродному атому.

Теоретический выход глюкозы в процессе гидролиза составляет 111,11 % к массе крахмала.

Механизм действия всех ферментов основан на образовании неустойчивых промежуточных соединений - комплексов из реагирующих молекул субстрата и активных центров ферментов. При этом в реагирующих молекулах происходит деформация,

обеспечивающая вступление их в реакцию. После реакции фермент и химически измененный субстрат отталкиваются один от другого и фермент может реагировать с новой молекулой субстрата.

Выше было рассмотрено действие α -амилаз, декстриназы и глюкоамилазы на те или иные глюкозидные связи в одной цепи макромолекул амилозы и амилопектина, но осталось неясным, как происходит оно в присутствии большого количества цепей. Известны три вероятных способа взаимодействия фермента с субстратом.

По многоцепочечному способу молекула фермента в случайном порядке атакует одну из полисахаридных цепей, отщепляет от нее звено (мономер или димер) и затем также в случайном порядке атакует следующие цепи, в том числе, возможно, и атакованную ранее. Таким образом, за время существования фермент-субстратного комплекса происходит только один каталитический акт.

Поодноцепочечному способу молекула фермента, атаковав в случайном порядке одну из полисахаридных цепей, последовательно отщепляет от нее звенья до тех пор, пока цепь полностью распадется. Лишь после этого фермент атакует следующие цепи. За время существования одного фермент-субстратного комплекса гидролизуются все доступные для фермента связи.

Комбинированный способ, или способ множественной атаки, заключается в том, что за время существования одного фермент-субстратного комплекса гидролизуются несколько связей. При этом после отщепления одного звена от цепи фермент не отталкивается, а задерживается. Атака происходит с чередованием одно- и многоцепочечных способов.

Исследования Д. Бейли и Д. Френча показали, что α -амилаза осуществляет множественную атаку олиго- и полисахаридов, расщепляя за время существования одного фермент-субстратного комплекса четыре глюкозидные связи в амилозе, и образует четыре молекулы мальтозы.

По данным Д. Френча, α -амилаза *Asp.oryzae* и других плесневых грибов осуществляет гидролиз также по способу множественной атаки и, следовательно, обладает некоторой упорядоченностью действия, что подтверждается существенным выходом олигомеров уже на первых стадиях амилолиза. Исследования К. М. Бендецкого и В. Л. Яровенко показали, что α -амилаза *Bac. subtilis* атакует амилозу по многоцепочечному способу, растворенный крахмал - по способу множественной атаки. По их данным, глюкоамилаза в зависимости от длины цепи расщепляет глюкозидные связи различными способами. Например, глюкоамилаза *Asp.awamori* подвергает амилозу множественной атаке, деполимеризованную амилозу - по способу, близкому к многоцепочечному с беспорядочной атакой цепей, декстрины - по многоцепочечному с преимущественной атакой длинных цепей.

В активный центр α -амилаз и глюкоамилазы входят амидозольная и карбоксильная группы. Такие функциональные группы, как фенольная, сульфгидрильная и дисульфидная, не принимают участия в катализе, но необходимы для поддержания третичной структуры отдельных амилаз.

Субстрат связывается с амилазами посредством содержащихся в нем гидроксильных групп. Имеются доказательства того, что в связывании с α -амилазой участвует гидроксил при глюкозного остатка, с α -амилазой - гидроксил при нередуцирующего конца полисахаридной цепи. Гидроксил при нередуцирующего конца не является необходимым для образования фермент-субстратного комплекса, но его роль существенна в создании фермент-субстратного соответствия.

В теории о ферментативном катализе на первый план выдвигается принцип ориентированной сопряженной атаки нуклеофильных и электрофильных функциональных групп фермента на молекулу субстрата. По-видимому, в амилазах функцию электрофильной (протоно-донорной) группы выполняет имидазол, нуклеофильной -

карбоксил. При кооперированном действии этой пары в 1,4-глюкозидной связи крахмала произойдут стягивание электронов к точке закрепления имидазола, уход от точки закрепления иона карбоксила и, как следствие, расщепление связи.

По Н. А. Жеребцову, гипотетический механизм действия амилаз на 1,4-глюкозидные связи можно представить в следующем виде.

Атом кислорода обладает большим отрицательным индукционным эффектом, чем атом углерода, следовательно, ОН в 1,4-глюкозидной связи будет иметь и большую плотность электронного облака по сравнению с атомом C_j . Снижение плотности электронного облака у последнего вызывается также индукционным воздействием атома кислорода глюкопиранозного кольца. Пунктирные и штриховые линии показывают соединение фермента с субстратом, ведущее к перераспределению электронной плотности в фермент-субстратном комплексе и исчезновению перекрытия электронных орбит между C_j и О.

Аналогичная картина должна наблюдаться и в случае разрыва α -1,6-глюкозидной связи. Специфичность действия сахарогенных α -амилазы и декстриногенной α -амилазы, вероятно, является следствием различных механизмов образования фермент-субстратных комплексов (по Н. А. Жеребцову).

В современных представлениях о механизме ферментативного катализа и строения фермент-субстратных комплексов большое значение придается гетерогенности поверхности белковых глобул ферментов и гипотезе образования «активной полости». Внутрь полости «втягивается» субстрат, и в ней осуществляется реакция.

Наиболее вероятный механизм действия α -амилазы - двойное замещение, сущность которого заключается в разрыве глюкозидной связи в результате протонирования кислородного мостика NH-группой имидазола. В образующемся при этом фермент-субстратном комплексе субстрат связан ковалентной связью с карбоксильной группой фермента. На этой стадии реакции происходит первое вальденовское обращение. На второй стадии, когда комплекс гидролизует, происходит второе вальденовское обращение и, таким образом, сохраняется α -аномерная конфигурация продукта реакции (по Д.М. Беленькому).

2 Кинетика гидролиза крахмала

Кинетика гидролиза крахмала зависит в основном от активности и концентрации ферментов, температуры и концентрации водородных ионов.

Концентрация ферментов. С увеличением дозы осахаривающих материалов (при одинаковой их ферментативной активности, учете специфики действия и других условий) возрастают концентрация ферментов и образование эффективных фермент-субстратных комплексов, а, следовательно, и скорость гидролиза крахмала. Между количеством фермента и продолжительностью осахаривания нет пропорциональности.

Если судить по косвенным данным - продолжительности сбраживания сусле, в котором крахмал одновременно осахаривается глюкоамилазой без ограничения количества дрожжей, то зависимость выражается кривой (по Б. А. Устинникову).

Сбраживание сусле можно значительно ускорить увеличением добавления ферментов, используя только культуры плесневых грибов, содержащие глюкоамилазу, так как с солодом будет вноситься много нерастворенного крахмала, который осахаривается очень медленно и в основном составляет прямую потерю.

С повышением температуры увеличивается реакционная способность молекул субстрата как вследствие возрастания кинетической энергии, так и вследствие поднятия электронов на орбиту с более высоким энергетическим уровнем.

Оптимум, который у одних солодов (кукурузный, просяной, овсяный) приходится на одну строго определенную температуру, у других (ржаной, пшеничный, ячменный) - на некоторый интервал температур. Для всех солодов, за исключением овсяного,

максимальная температура для действия амилазы не превышает 55 °С, выше нее наступает резкое снижение осахаривающей способности, а при 75...85 °С - полное ее прекращение. Это объясняется тепловой денатурацией белковой молекулы фермента и связанной с ней потерей каталитической активности.

Оптимальная температура для действия амилаз не совпадает с оптимальной температурой для сохранения их активности. Частичная инактивация амилаз при осахаривании компенсируется или даже перекрывается ускоряющим действием температуры. Так как в первой стадии осахаривания крахмал гидролизуются не полностью и гидролиз продолжается при сбраживании сусла, то для сохранения активности температура в первой стадии осахаривания не должна превышать оптимальную; лучше, если она будет несколько ниже ее.

Некоторые ферменты амилазного комплекса солода обладают неодинаковой термоустойчивостью: α-амилаза более термостабильна, чем р-амилаза. Повышение концентрации углеводов в сусле защищает амилазы, усиливая их термостабильность. Оптимальная температура для действия α-амилазы ячменного солода в сусле около 70 °С, р-амилазы 60 °С. В условиях производства температуру поддерживают в пределах 57...58 °С. Меньшая температура, например, 40...45 °С, нежелательна потому, что может способствовать развитию бактерий, главным образом молочнокислых.

α-Амилазы микробного происхождения различаются по температурному оптимуму их действия: для *Bac. subtilis* - 70 °С, *Bac. diastaticus* - 80, *Asp. batatae* - 60, *Asp. oryzae* 50...52, для *Asp. awamori* и *Asp. niger* - 55 °С. При охлаждении сусла до 30 °С (температура брожения) гидролиз крахмала бактериальными α-амилазами почти прекращается, тогда как плесневой α-амилазой продолжается. В связи с этим бактериальные α-амилазы обычно применяют только на стадии подваривания измельченного сырья с целью разжижения замеса.

Глюкоамилаза из различных источников имеет следующие температурные оптимумы действия: из *Rhizopus delemar* - 55...60 °С, *Asp. awamori* - 55, *Asp. batatae* - 58...60, из *Endomycopsis*, шт. 20-9 - 40...50 °С. Осахаривание идет и при температуре брожения.

Концентрация водородных ионов. Этот фактор может оказать на активность ферментов многостороннее действие: изменять ионизацию активного центра, степень стабильности третичной структуры белка и т. д. Существует определенное значение рН, при котором скорость амилолиза оптимальна.

Активность α- и р-амилаз ячменного солода в зависимости от значения рН представлена на рис. 55 (по Клинкамбергу). Из него видно, что максимальная активность α-амилазы приходится на рН около 5,6; активность р-амилазы - на рН около 4,8.

Как показал Д. Н. Климовский, оптимальное значение рН для действия амилаз зависит от температуры:

Температура, °С	20	40	50	55	60	65	70
Оптимум рН							
для разжижения	-	4,7	4,8	5,0	5,3	5,6	-
для осахаривания	4,5	4,6	4,8	4,9	5,1	5,6	5,9

По данным Книна, при температуре 20 °С оптимум действия α-амилазы находится при рН 5,0; р-амилазы - при рН 4,5. Де-Клерк принимает за оптимум действия α-амилазы в пивоваренном затопе рН 5,8 (температура 70 °С); р-амилазы - рН 5,4 (температура 60...65 °С). Некоторое различие в экспериментальных данных объясняется неодинаковыми составами и концентрацией субстратов. Необходимо иметь в виду, что все определения значения рН сделаны при температуре 18...20 °С (т. е. после охлаждения субстрата до этой температуры) и поэтому не совсем соответствуют действительным значениям рН при температуре осахаривания.

Для α -амилаз микробного происхождения оптимальные значения pH находятся в интервале: грибной 4,5-4,8; бактериальной 6,0...7,0.

pH сусла изменяется в узких пределах - 5,4...5,8; следовательно, она ближе к оптимальной только для α -амилазы солода и бактериальной, например, *Bac. subtilis*. При окончании брожения pH бражки колеблется в пределах 4,2...5,2. Как показали исследования Н. А. Жеребцова и А. Я. Панкратова, при завершении брожения при pH 5,5 инактивируется 50 % α -амилазы солода, при pH 5,0 - 80 %; α -амилаза *Asp. awamori* инактивируется следующим образом: при pH 5,5 - 40 %, при pH 5,0 - 50 %. По другим данным отмечается значительная инактивация α -амилазы *Asp. batatae* 61 и *Asp. oryzae* 476-И.

Большинство глюкоамилаз активно при pH 3,5...5,5. Глюкоа-милаза *Asp. awamori* имеет оптимум при pH 4,5; при pH 3,0 активность снижается на 62 %, при pH 6,0 - на 37 %. Для глюкоамилазы *Rhizopus delemar* оптимальный pH 4,7...5,0, для *Endomycopsis* sp., шт. 20-9 - pH 4,7...6,5. Хорошие результаты брожения получаются в присутствии глюкоамилазы *Asp. batatae* 61 при pH 4,0...5,5.

3. Способы осахаривания

Осахаривание разваренной массы, как правило, осуществляют непрерывным способом и лишь на некоторых заводах малой мощности - периодическим.

Независимо от способа процесс осахаривания складывается из следующих операций:

- охлаждение разваренной массы до определенной температуры, которая после смешивания массы с солодовым молоком (микробной культурой) понизится до заданной для осахаривания;

- смешивание разваренной массы с солодовым молоком (микробной культурой);

- осахаривание крахмала;

- охлаждение сусла до температуры «складки» - начальной температуры брожения сусла;

- перекачивание сусла в бродильное и дрожжевое отделения завода.

Все эти операции, кроме перекачивания сусла, при периодическом процессе выполняются в одном аппарате, называемом заторным баком; при непрерывном процессе - или в отдельных аппаратах, установленных последовательно, или в одном аппарате (сочетается несколько операций).

Способы непрерывного осахаривания с момента их возникновения претерпели значительные изменения, но все их варианты до сих пор применяют на спиртовых заводах.

Одноступенчатое осахаривание. По этому способу охлаждение разваренной массы, смешивание с солодовым молоком (микробной культурой) и осахаривание ведут в одном аппарате - осахаривателе, а сусло охлаждают в теплообменнике.

Разваренная масса поступает в аппарат по трубе, имеющей кран, солодовое молоко - через штуцер, выводится сусло по трубе. Равномерное поступление разваренной массы и постоянство ее объема в аппарате обеспечиваются автоматически поплавковым регулятором уровня, соединенным рычагом с краном подачи разваренной массы. Для контроля за температурой в гильзе установлен манометрический дистанционный термометр.

Аппарат заполняют массой на 75...80 % от общего его объема. Продолжительность пребывания сусла в аппарате 20...25 мин. Расход воды температурой 10...15 °С - 0,8...1 м на 1 м сусла.

В начале производства в чистый и стерилизованный осахариватель подают часть солодового молока и воду для покрытия лопасти мешалки. Приводят во вращение мешалку и из паросепаратора спускают разваренную массу до полного покрытия

змеевика. В змеевик направляют холодную воду, которая затем продолжает поступать непрерывно. При снижении температуры массы до 65 вводят солодовое молоко, что снижает температуру до 57...58 °С. Когда масса в аппарате осахарится, начинают непрерывную подачу разваренной массы, солодового молока и непрерывное выведение сусла из аппарата.

Поступление солодового молока из расходного сборника регулируется дозатором, работающим синхронно с плунжером насоса, откачивающего сусло. Температура осахаривания поддерживается автоматически регулирующим клапаном на линии подачи воды в змеевик: 57...58 °С при использовании солода, поверхностной культуры плесневых грибов, а также смеси солода и поверхностной культуры, 55...56 °С при применении глубинной культуры плесневых грибов.

Сусло из осахаривателя указанным выше плунжерным насосом перекачивают через теплообменник в бродильный бак. В теплообменнике типа «труба в трубе» сусло движется по внутренней трубе сверху вниз, вода - по кольцевому каналу между внутренней и внешней трубами снизу вверх. Сусло охлаждается до температуры складки: 25...26 °С при двухсуточном и непрерывном брожении, 18...20°С при трехсуточном. Температура охлаждающего сусла поддерживается автоматически, для чего у выхода его из теплообменника находится гильза для установки манометрического дистанционного термометра, связанного с исполнительным механизмом на трубе, подающей воду в теплообменник.

В зависимости от времени года (начальной температуры воды) охлаждение продолжается 5...6 мин зимой и 15 мин летом. Вследствие противоточного движения в теплообменнике сусла и воды последнюю можно нагреть до температуры 43...48 °С.

Двухступенчатое осахаривание. Это осахаривание отличается от предыдущего варианта тем, что процесс ведут последовательно в двух аппаратах с различным количеством солодового молока и при разных температурах.

Осахариватель первой ступени имеет такое же устройство, как и при одноступенчатом осахаривании. Осахариватель второй ступени выполнен в виде длинной трубы диаметром 100... 150 мм, отдельные отрезки которой на концах соединены «калачами». В верхней части осахаривателя расположены воздушный кран (для удаления воздуха) и трехходовой кран для отъема части сусла на приготовление засевных дрожжей.

С помощью специального дозатора-делителя 30 % солодового молока поступает в осахариватель первой ступени, 70 % - в трубопровод перед насосом, перекачивающим сусло из осахаривателя первой ступени в осахариватель второй ступени. Температуру поддерживают в первом осахаривателе 60...61 °С, во втором 57...58 °С (температура снижается в связи с добавлением солодового молока). Продолжительность осахаривания соответственно 10 и 2...5 мин. В остальном двухступенчатое осахаривание идентично одноступенчатому.

Осахаривание с одноступенчатым вакуум-охлаждением. При этом способе разваренную массу до поступления в одноступенчатый осахариватель охлаждают до 62...63 °С в вакуум-испарительной камере, затем в осахаривателе смешивают с солодовым молоком, в результате чего температура снижается до 57...58 °С.

В осахаривателе отсутствуют теплообменная поверхность и диффузор, пропеллерная мешалка расположена сбоку, а на крышке установлен фильтр для сообщения верхней части аппарата с атмосферой и предотвращения попадания в сусло микрофлоры.

Из паросепаратора разваренная масса по трубе поступает в испарительную камеру, в которой поддерживается разрежение 0,08 МПа. Вследствие самоиспарения воды температура почти мгновенно понижается до соответствующей этому разрежению и равной 62 °С. Вакуум в камере создается в результате конденсации выделяющегося пара

водой в конденсаторе 4. Смесь воды, конденсата и неконденсирующихся газов откачивается мокровоздушным насосом 5 типа РМК.

Охлажденная масса по барометрической трубке 6 стекает в осахариватель. Одновременно по трубе в трубу засасывается 10... 15 % сусла из осахаривателя, вследствие чего снижается вязкость массы, облегчается отделение пара и уменьшается унос с ним крахмала. После добавления к разжиженной массе солодового молока из расходных бачков с помощью дозатора температура ее снижается до 57...58 °С и сохраняется на этом уровне все время. Продолжительность осахаривания - не менее 10 мин.

Уровень массы в осахаривателе поддерживается автоматически посредством поплавкового регулятора, связанного рычагом с заслонкой на продуктовой трубе. Солодовое молоко дозируется в зависимости от скорости откачивания сусла насосом в теплообменник. Для задержания песка перед насосом установлена ловушка.

1.5 Лекция № 5 (2 часа)

Тема: «Основная характеристика спиртовых дрожжей»

1.5.1 Вопросы лекции:

- 1.5.1 Общая характеристика дрожжей.
- 1.5.2 Условия жизнедеятельности дрожжей.
- 1.5.3 Культивирование дрожжей из крахмалистого сырья
- 1.5.4 Культивирование дрожжей в производстве спирта из мелассы

1.5.2 Краткое содержание вопросов:

1. Общая характеристика дрожжей

Сахар, содержащийся в сусле, сбраживают в спирт дрожжами *Saccharomyces cerevisiae*, представляющими собой одноклеточные микроорганизмы, относящиеся к классу аскомицетов (сумчатых грибов).

Обычно дрожжи размножаются почкованием и очень редко (при большом дефиците питательных веществ) спорообразованием.

Дрожжевые клетки бывают яйцевидной, эллипсоидальной, овальной или вытянутой формы, которая, как и их длина (6...11 мкм), зависит от вида дрожжей и условий развития. Отношение поверхности клетки к ее объему влияет на скорость массообменных процессов между клеткой и питательной средой и, следовательно, на интенсивность жизнедеятельности дрожжей.

Так, отношение поверхности клетки к ее объему дрожжей *Sacch. cerevisiae* расы XII равно 0,46, термотолерантных дрожжей *Sacch. cerevisiae* K-81 - 0,5...0,62, дрожжей *Schizosaccharomyces pombe* - 0,46. Дрожжи расы K-81 накапливают больше биомассы дрожжевых клеток, чем дрожжи расы XII, при различных значениях pH среды (3,2...4,2) и оптимальной температуре для каждой из них.

Дрожжевая клетка состоит из оболочки, цитоплазмы и ядра. Наружная часть оболочки образована полисахаридами типа гемицеллюлоз, преимущественно маннаном и небольшим количеством хитина, внутренняя часть - белковыми веществами, фосфолипидами и липоидами. Оболочка регулирует состояние клеточного содержимого и имеет избирательную проницаемость, чем существенно отличается от обычных полупроницаемых мембран. Толщина клеточной стенки дрожжей до 400 нм.

Цитоплазматическая мембрана (плазмалемма) имеет толщину 7...8 нм, расположена под клеточной стенкой и отделяет ее от цитоплазмы. Плазмалемма - основной барьер, определяющий осмотическое давление в клетке, - обеспечивает избирательное движение питательных веществ из среды в клетку и вывод метаболитов из клетки. Плазмалемма состоит из бимолекулярного слоя липидов, в который включены белковые молекулы. Липиды ориентированы неполярными концами внутрь, друг к другу, а полярными - наружу.

Перемещение веществ через цитоплазматическую мембрану происходит вследствие молекулярной диффузии (по градиенту концентрации) и в результате активного движения, в котором участвуют специфические ферменты, и в этом случае вещества могут поступать в клетку и против градиента концентрации. Например, аминокислоты легко проникают в клетку из среды, даже если их концентрация в цитоплазме в 100...200 раз выше, чем в питательной среде.

Цитоплазма имеет гетерогенную структуру и вязкую консистенцию. Коллоидный характер ее обусловлен белковыми веществами. Кроме них в цитоплазме содержатся рибозонуклеопротеиды, липоиды, углеводы и значительное количество воды. Цитоплазма молодых клеток внешне гомогенна. При старении в ней появляются вакуоли, равномерная зернистость, жировые и липоидные гранулы. В цитоплазме с ее органоидами (хондриосомами, микросомами, вакуолями) и включениями протекают важнейшие ферментативные процессы.

Митохондрии (хондриосомы) имеют форму зернышек, палочек или нитей. Митохондриальные мембраны состоят из белков (80%) и липидов (20%). В состав митохондрий входят также полифосфаты, РНК и ДНК. Митохондрии размножаются самостоятельно, реплицируя собственную митохондриальную ДНК и продуцируя собственные белки. Питательные вещества, проникающие в клетку, адсорбируются и аккумулируются хондриосомами и подвергаются быстрым превращениям вследствие концентрации в этих участках клетки соответствующих ферментов. В митохондриях полностью осуществляются цикл трикарбоновых кислот и важнейшая энергетическая реакция — окислительное фосфорилирование. Поэтому их рассматривают как основную «силовую станцию» клетки. Здесь же происходят реакции активирования аминокислот в процессе синтеза белка, липидов и других соединений.

Микросомы (рибосомы) представляют собой включения в виде субмикроскопических зернышек, состоящих из липидов, белков и рибонуклеиновых кислот (РНК), которые обеспечивают синтез белков за счет активированных аминокислот, поступающих из митохондриальной системы.

Ядро - небольшое шаровидное или овальное тело, окруженное цитоплазмой и нерастворимое в ней. В ядерных структурах обособлены в виде включений дезоксирибонуклеиновая кислота (ДНК) и ее протеид (ДНКП), содержится большое количество РНК. ДНК способствует передаче наследственной информации, сохранению свойств микроорганизмов. В ядре осуществляются транскрипция (синтез молекул информационных РНК путем считывания информации с ДНК с помощью фермента РНК - полимеразы), а также репликация ДНК при делении клетки.

Обязательный органоклетки вакуоли - полости, наполненные клеточным соком и отделенные от цитоплазмы мембраной. Форма вакуолей изменяется вследствие движения и контракции цитоплазмы. Вакуоль в молодых клетках состоит из множества мелких полостей, в старых - из одной очень большой. Клеточный сок представляет собой водный раствор различных солей, углеводов, белков, жиров и ферментов. В вакуолях сосредоточиваются различные соединения, которые должны подвергаться ферментативным превращениям, образуются продукты жизнедеятельности и отбросы.

В молодых дрожжевых клетках жира обычно нет, в зрелых он содержится лишь в немногих клетках в виде мелких капелек, в старых - крупных капель.

Гликоген - запасное питательное вещество дрожжей, накапливающееся при культивировании дрожжей на средах, богатых сахаром, и при недостатке его быстро расходуется. В молодых клетках гликогена мало, в зрелых - значительное количество (до 40 %).

По внешнему виду клеток можно определить физиологическое состояние дрожжей. В производственных средах одновременно присутствуют молодые, зрелые, почкующиеся старые и отмершие клетки. Наибольшей бродильной энергией обладают зрелые клетки.

Дрожжи, применяемые в производстве спирта, должны иметь высокую бродильную энергию (быстро и полно сбраживать сахара) и анаэробный тип дыхания, быть устойчивыми к продуктам своего обмена и к продуктам обмена посторонних микроорганизмов, а также к изменению состава среды, переносить большую концентрацию солей и сухих веществ, содержащихся в сусле, при переработке мелассы полно сбраживать раффинозу. При выделении дрожжей из зрелой бражки и использовании их в качестве хлебопекарных они должны отвечать требованиям, предъявляемым к хлебопекарным дрожжам по стойкости при хранении, подъемной силе, зимазной и мальтазной активности.

На спиртовых заводах, перерабатывающих мелассу, применяют дрожжи расы Я, при использовании дрожжей в качестве хлебопекарных - расу лохвицкую (Ял) и венгерскую (В). Эти расы хорошо сбраживают сахарозу, глюкозу, фруктозу и лишь 1/3 раффинозы, поэтому при большом содержании раффинозы в мелассе недобор спирта значительный.

Для сбраживания сусла из мелассы на некоторых заводах используют расу V-30. Она обладает высокой генеративной способностью, сбраживает раффинозу на 70...80 % и выделенные из зрелой бражки дрожжи имеют лучшие, чем дрожжи расы В, хлебопекарные качества. Кроме того, они способны переносить высокие концентрации сухих веществ в сусле и накапливать в зрелой бражке больше спирта, так как они глубже сбраживают сахара сусла и меньше образуют глицерина. Мальтазная активность дрожжей расы V-30 более чем в 2,5 раза выше по сравнению с дрожжами расы В.

Повышение бродильной активности дрожжей может быть достигнуто различными способами: мутагенезом, гибридизацией и др. Для получения рас дрожжей с требуемыми свойствами наиболее перспективным оказался метод гибридизации, так как при скрещивании двух родительских видов дрожжей можно подобрать расы с заранее известными свойствами. Этим способом был получен ряд гибридов, имеющих преимущества перед дрожжами рас Я и В. Гибриды содержат фермент α -галактозидазу, под действием которой раффиноза полностью превращается в сбраживаемые сахара. Кроме того, у отдельных дрожжевых гибридов повышена генеративная способность и лучше хлебопекарные свойства. Мальтазная активность гибрида 112 выше, хотя спирта он накапливает на 1 % меньше, чем дрожжи расы В. Гибриды 67 и 105 обеспечивают одинаковый выход спирта по сравнению с расой В, но проявляют высокую генеративную способность. Дрожжи расы Г-67 устойчивее к пониженному pH, при котором образуется больше спирта в результате сокращения расхода сахарозы на побочные и вторичные продукты.

При сбраживании сусла из крахмалсодержащего сырья применяют дрожжи расы XII. Они хорошо сбраживают мальтозу, сахарозу и фруктозу, но не сбраживают конечные декстрины. Гидролиз конечных декстринов продолжается во время сбраживания сусла под действием декстриназы солода или α -глюкоамилазы микробного происхождения. Поэтому скорость сбраживания сусла из крахмалсодержащего сырья лимитируется скоростью гидролиза конечных декстринов.

Большое практическое значение имеют результаты селекции термотолерантных рас дрожжей, позволяющих ускорить процесс выращивания производственных дрожжей и сбраживания сусла из крахмалсодержащего сырья, частично гидролизовать и сбраживать конечные декстрины, увеличивать выход спирта и снизить расход хладагента. Такими

дрожжами являются, например, *Schizosaccharomyces pombe* 80 и *Saccharomyces cerevisiae* K-81, выделенные, исследованные и внедренные на нескольких спиртовых заводах сотрудниками КТИПП (В. А. Маринченко, Л. В. Кислая, Т. Е. Мудрак). Оптимальная температура сбраживания сусла этими дрожжами 35...36°C. В зрелой бражке, полученной с применением термотолерантных дрожжей, содержится примерно в 10 раз меньше декстринов по сравнению с контрольной бражкой при использовании дрожжей *Sacch. cerevisiae* расы XII. Термотолерантные дрожжи расы K-81 в 2...2,5 раза больше накапливают высших спиртов и на 40...45 % меньше глицерина по сравнению с расой XII. Дрожжи *Sch. pombe* 80 накапливают в 10 раз меньше высших спиртов по сравнению с расой XII.

Способами генетической инженерии получены высокоэффективные расы дрожжей, обладающие амилолитической активностью. Промышленное использование таких дрожжей позволит существенно ускорить процесс сбраживания сусла и уменьшить расход осаживающих материалов.

2. Условия жизнедеятельности дрожжей

К условиям, обеспечивающим нормальную жизнедеятельность дрожжей, относятся прежде всего температура, pH и состав питательной среды.

Дрожжи живут и размножаются в ограниченных температурных пределах и для нормальной их жизнедеятельности необходима температура 29...30 °C. При очень высокой или очень низкой температуре жизнедеятельность дрожжей ослабляется или прекращается. Максимальная температура для развития дрожжей 38 °C, минимальная 5 °C; при температуре 50 °C дрожжи погибают.

Оптимальные температуры для развития и проявления максимальной бродильной активности не всегда совпадают. Дрожжи, выращенные при температуре, например, 17...22 °C, имеют большую бродильную энергию. Сбраживание мелассного сусла при температурах выше 30 °C отрицательно отражается на выходе и качестве дрожжей, выделяемых из зрелой бражки и используемых в качестве хлебопекарных. Ферментативная активность, подъемная сила и стойкость таких дрожжей при хранении понижаются, поэтому для выфаскивания дрожжей и сбраживания мелассного сусла рекомендуется следующий температурный режим: 28...29 °C в дрожжегенераторах, 30...31 °C в двух головных бродильных аппаратах и 28...29 °C в концевых аппаратах. Сусло из крахмалсодержащего сырья сбраживают при 28...32 °C.

При повышении температуры дикие дрожжи и бактерии размножаются значительно быстрее сахаромикетов. Если при 32 °C коэффициент размножения диких дрожжей в 2...3 раза больше коэффициента размножения сахаромикетов, то при 38 °C уже в 6...8 раз больше. В результате ускоренного развития бактерий повышается кислотность бражки. В обоих случаях уменьшается выход спирта.

На жизнедеятельность дрожжей значительно влияет активная кислотность среды. Водородные ионы изменяют электрический заряд коллоидов плазменной оболочки клеток и в зависимости от концентрации могут увеличивать или уменьшать ее проницаемость для отдельных веществ и ионов. От значения pH зависят скорость поступления питательных веществ в клетку, активность ферментов, образование витаминов. При изменении pH среды меняется и направление самого брожения. Если pH сдвигается в щелочную сторону, то увеличивается образование глицерина.

Жизнеспособность дрожжей сохраняется в пределах pH среды от 2 до 8; для их выращивания оптимальным является pH 4,8...5. При pH ниже 4,2 дрожжи продолжают развиваться, тогда как рост молочнокислых бактерий прекращается. Это свойство дрожжей используют для подавления развития бактерий в инфицированной среде, которую подкисляют до pH 2,8...4 и выдерживают определенное время.

О потребности дрожжей в питательных веществах судят по их химическому составу, зависящему от питательной среды, условий культивирования дрожжей и их физиологических особенностей. Средний элементарный состав дрожжевых клеток (%): углерод 47, водород 6,5, кислород 31, азот 7,5... 10, фосфор 1,6...3,5. Содержание других элементов незначительно (%): кальция 0,3...0,8, калия 1,5...2,5, магния 0,1...0,4, натрия 0,06...0,2, серы 0,2. В дрожжах найдены микроэлементы (мг/кг): железо 90...350, медь 20...135, цинк 100...160, молибден 15...65.

В прессованных дрожжах содержится 68...76 % воды и 32...24 % сухого вещества. В зависимости от состояния коллоидов в дрожжевой клетке может быть 46...53 % внутриклеточной влаги и 22...27 % межклеточной. При изменении общей влажности дрожжей меняется соотношение между количеством внутриклеточной и межклеточной влаги. Удаление 85 % воды из дрожжей при температуре не выше 50 °С почти не влияет на их жизнедеятельность.

Сухие вещества дрожжей включают в себя 23...28 % органических веществ и 5...7 % золы. Состав органических веществ следующий (%): белка 13...14, гликогена 6...8, целлюлозы 1,8...2 и жира 0,5...2.

Белок. Дрожжи содержат в среднем 50 % сырого белка в пересчете на сухое вещество и около 45 % истинного белка. В состав сырого белка входят все соединения азота, к которым относятся производные нуклеиновых кислот, - пуриновые и пиримидиновые основания, азот свободных аминокислот.

Гликоген. При отсутствии питательных веществ в среде гликоген превращается в спирт и диоксид углерода.

Наряду с гликогеном содержится трегалоза - очень мобильный резервный углевод, обуславливающий стойкость хлебопекарных дрожжей. Содержание трегалозы возрастает с уменьшением азота и при pH ниже 4,5.

Жир. В состав жира входят в основном олеиновая, линоленовая и пальмитиновая кислоты. Он содержит 30...40 % фосфатидов.

Зола. Зола состоит из следующих основных окислов (%): P_2O_5 - 25...60, K_2O -23...40, CaO - 1...8, MgO -4...6, SO_3 - 0,5...6, S_1O_2 - 1...2.

Фосфор содержится преимущественно в виде органических и неорганических орто-, пиро- и метафосфатов. Они входят в состав молекул нуклеиновых кислот, фосфолипидов и коферментов типа аденозинфосфата и тиамин. Так, ядерное вещество клетки (нуклеопротеиды) содержит фосфор в виде ортофосфата. В виде ортофосфата фосфор входит также в состав флавиновых ферментов, в виде пирофосфата - во многие коферменты. В виде различных соединений фосфор принимает важное участие в энергетических процессах клетки.

Сера входит в состав очень важных соединений - аминокислот (цистеин, цистин, метионин и глутатион) и витаминов (биотин, пантотин). В ферментах сера находится в виде сульфидных и тиоловых групп.

Железо содержится в цитохромах, цитохромоксидазе, пероксидазе, каталазе и других ферментах, участвующих в процессе дыхания. Оно способствует действию и других ферментов (зимогеназа, пирофосфатаза).

Магний активирует многие фосфатазы и энлазу. Ионы магния влияют на сохранение активности ферментов при нагревании. Магний и марганец ускоряют потребление дрожжами глюкозы. Влияние магния тем сильнее, чем ниже концентрация глюкозы в среде. В питательных средах должно содержаться 0,02...0,05 % магния в виде сульфата. Процессы брожения регулируются изменением концентрации ионов магния в результате присоединения его к органическим веществам.

Калий необходим не только как питательный элемент, но и как стимулятор размножения дрожжей. Стимулирующее действие объясняется существенной ролью его в окислительном фосфорилировании и в процессах гликолиза. Движение неорганического

фосфора внутрь клетки специфично стимулируется калием. Калий активирует дрожжевую альдозу, необходим для действия фермента пируваткарбоксилазы и влияет, так же как азот и сера, на липидный обмен дрожжевых клеток.

Кальций играет роль активатора в микробной клетке и обнаруживается в ней как в свободной форме, так и в связанной - с протеинами, углеводами и липидами. Ионы Ca^{2+} могут связываться с АТФ наряду с Mg^{2+} и Mn^{2+} . Кальций является кофактором транскетолазы хлебопекарных дрожжей и ингибитором некоторых ферментов, например пироглютаминатазы, эноллазы и аденозинтрифосфатазы. При повышенном содержании солей кальция угнетается размножение дрожжей, снижается накопление в них гликогена и повышается содержание стерина. Так, при содержании Ca^{2+} до 40 мг на 1 л среды стимулируется размножение дрожжей, при большем оно угнетается.

Микроэлементы. Они имеют важное значение для размножения и жизнедеятельности дрожжей, входя в состав ферментов, витаминов и других соединений, участвующих в их синтезе. Микроэлементы влияют на скорость и характер различных биохимических процессов. Например, кобальт стимулирует размножение дрожжей, повышает содержание в клетках азотистых веществ небелковой природы, прежде всего ДНК, РНК и свободных аминокислот. Он стимулирует также синтез витаминов - рибофлавина и аскорбиновой кислоты. Стимулирующее действие микроэлементов объясняется тем, что они образуют с ферментами металлоорганические и внутри комплексные соединения. Получаемый эффект зависит от прочности связи фермента с молекулой субстрата или активации субстрата в промежуточном активном комплексе.

Витамины и другие факторы роста. Для нормального развития и спиртового брожения дрожжи нуждаются в витаминах, которые являются кофакторами многих ферментов. Сахаромицеты в большей или меньшей мере могут синтезировать все витамины, за исключением биотина, который должен обязательно содержаться в питательной среде.

Ненасыщенные жирные кислоты с 18 атомами углерода, особенно олеиновая, также являются важными ростовыми факторами. Стимулирующее влияние олеиновой кислоты наблюдается только при малой ее концентрации, не превышающей 0,5 мг/мл. При увеличении концентрации рост дрожжей намного замедляется.

Различают экзогенное и эндогенное питание дрожжей: при экзогенном питательные вещества поступают в клетку из внешней среды, при эндогенном дрожжи используют (в основном при голодании) свои резервные вещества: гликоген, трегалозу, липиды, азотистые соединения.

Углеродное питание. Дрожжи (*Saccharomyces cerevisiae*) используют углерод из различных органических соединений: глюкозы, маннозы, галактозы, фруктозы (D-формы). Пентозы *Sacch. cerevisiae* не ассимилирует. В отсутствие глюкозы источником углерода могут служить также глицерин, маннит, этиловый и другие спирты, органические кислоты (молочная, уксусная, яблочная, лимонная).

Следует учитывать полиауксию - последовательность потребления различных источников углерода. При периодическом культивировании в первую очередь потребляются глюкоза и фруктоза. Последовательность усвоения жирных кислот зависит от расы применяемых дрожжей и состава этих кислот. Например, уксусная кислота препятствует потреблению молочной, а молочная - глицеролевой. Уксусная кислота и глюкоза усваиваются одновременно. Как правило, в первую очередь усваивается из смеси тот источник углерода, который обеспечивает большую скорость роста дрожжей.

При непрерывном культивировании дрожжей с увеличением скорости разбавления среды в ней остается больше углеродного компонента, который усваивается последним.

Различные виды дрожжей неодинаково относятся к ассимиляции одних и тех же веществ. Например, дикие дрожжи *Cand. natalensis*, *Cand. parapsilosis* хорошо потребляют

галактозу, а *Cand. claussoni* совсем не усваивают ее. Дрожжи *Sacch. cerevisiae* начинают сбраживать галактозу только на вторые сутки.

Дисахариды, из которых спиртовые дрожжи используют мальтозу и сахарозу, предварительно подвергаются гидролизу соответствующими ферментами дрожжей до моносахаридов. При переходе от анаэробных условий к аэробным ослабляется способность дрожжей сбраживать глюкозу и мальтозу, а сахарозная активность их повышается в 2,5 раза. Дрожжи потребляют мальтозу только при отсутствии в среде фруктозы и глюкозы. Мальтоза сбраживается почти полностью во время стационарной фазы роста дрожжей.

Органические кислоты имеют важное значение в метаболизме углерода, энергетическом обмене микроорганизмов, синтетических и диссимиляционных процессах. Использование кислот жирного ряда в качестве источника углерода зависит от вида и расы дрожжей, концентрации кислоты, длины ее углеродной цепи и степени электролитической диссоциации. Хорошими субстратами служат кислоты с длиной углеродной цепи от C2 до C4 (уксусная, пировиноградная, молочная, масляная и др.) при сравнительно низкой концентрации. Калийные соли кислот, содержащих в молекуле от 2 до 5 атомов углерода, стимулируют рост дрожжей в 1,4...3,3 раза сильнее по сравнению с соответствующими кислотами.

Жирные кислоты со средней длиной углеродной цепи в меньшей мере потребляются дрожжами и только в условиях очень низкой концентрации (0,02...0,05 %). При более высокой концентрации развитие дрожжей подавляется. Жирные кислоты с 12...17 атомами углерода в молекуле усваиваются избирательно в зависимости от рода и вида дрожжей.

Любой из промежуточных продуктов цикла Кребса (пировиноградная, лимонная, янтарная, фумаровая, яблочная кислоты) может быть единственным источником углерода для жизнедеятельности дрожжей.

Азотное питание. Дрожжи способны синтезировать все аминокислоты, входящие в состав их белка, непосредственно из неорганических азотистых соединений при использовании в качестве источника углерода органических соединений - промежуточных продуктов распада углеводов, которые образуются при дыхании и брожении.

Дрожжи *Sacch. cerevisiae* усваивают лишь две формы азота: аммиачный и органических веществ. Эти микроорганизмы эффективно используют азот сульфата и фосфата аммония, мочевины, аммиачных солей уксусной, молочной, яблочной и янтарной кислот. В присутствии сбраживаемых сахаров аммиачные соли являются для дрожжей источником лишь азота; однако при потреблении его освобождаются кислоты, изменяющие pH среды. Аммиачный азот потребляется дрожжами лучше, чем азот многих аминокислот.

Аминокислоты - одновременно источник азота и углерода, причем последний усваивается из кетокислот, образующихся в результате отщепления аминогрупп. Возможна и непосредственная ассимиляция аминокислот из питательной среды, содержащей их полный набор и какой-либо сбраживаемый сахар. Вследствие этого снижается расход сахара среды на питание дрожжей и несколько увеличивается выход спирта при брожении.

Благодаря ассимиляции аминокислот обеспечивается синтез белка, в том числе и ферментов, активируются некоторые уже имеющиеся в клетке ферменты, ускоряется процесс почкования дрожжевых клеток.

Для потребления органического азота (аминокислот, амидов) многим дрожжам необходимы витамины (биотин, пантотеновая кислота, тиамин, пиридоксин и др.). Дрожжи не усваивают такие азотистые соединения, как белки, бетаин, холин, пурины и амины в виде этиламина, пропил- и бутиламина. Пептиды занимают среднее положение между аминокислотами и белками. Потребление дрожжами пептидов снижается с

повышением их сложности. Некоторое количество пептидов в среде наряду с другими формами азота способствует использованию аминокислот.

На образование 10 млрд дрожжевых клеток расход азота в условиях анаэробно-брожения составляет 66...77 мг, в условиях аэробно-брожения 37...53 мг. Об условиях культивирования и физиологическом состоянии дрожжей судят по содержанию азота в них, которое зависит от состава среды, количества дополнительно вводимых питательных веществ и от расы дрожжей. В дрожжах, полученных на спиртовых заводах, общего азота 7... 10 % (иногда до 12 %) на сухое вещество.

Фосфорное питание. В анаэробных условиях дрожжи усваивают фосфор главным образом в начальный период брожения - 80...90 % от максимального количества в дрожжах. Молодые, энергично размножающиеся дрожжевые клетки богаче фосфором по сравнению с неподходящими старыми. Например, после 6 ч брожения дрожжи содержат 2,15 % фосфора на сухое вещество, к концу брожения - только 1 %.

В сусле из крахмалистого сырья имеется достаточное количество усваиваемых дрожжами фосфорсодержащих соединений, в меласном сусле их недостаточно, и приходится добавлять ортофосфорную кислоту.

3. Культивирование дрожжей из крахмалистого сырья

Производственными или зрелыми дрожжами в спиртовом производстве называют готовую культуру дрожжей, которую получают в результате сбраживания питательного сусла на 2/3 от первоначального содержания сухих веществ. Существуют периодический, полунепрерывный и непрерывный способы культивирования дрожжей.

Сущность способа периодического культивирования состоит в том, что все операции - подготовка сусла, ввод посевных дрожжей, их выращивание, вывод дрожжей, промывка стенок и их стерилизация, охлаждение и повторение наполнения - осуществляют последовательно в одном дрожжевом аппарате (дрожжанке). Это герметически закрытый цилиндрический аппарат, снабженный двумя рядами змеевиков (для пара и для воды) с мешалкой. Вместимость дрожжевого аппарата обычно около 8 % вместимости бродильного аппарата, а количество равно числу этих аппаратов (при подкислении дрожжевого сусла серной кислотой). В случае приготовления молочнокислых дрожжей число дрожжевых аппаратов примерно в 1,5 раза больше.

В дрожжевом отделении устанавливают также один-два сборника для кратковременного хранения маточных зрелых дрожжей, отбираемых из дрожжевого аппарата, содержимое которого спускают в очередной бродильный аппарат. Объем каждого сборника около 10 % от вместимости дрожжевого аппарата. По мере необходимости маточные дрожжи обрабатывают раствором серной кислоты до pH 2,5...3,0 и выдерживают 40...60 мин для очистки от посторонней микрофлоры.

Перед началом процесса культивирования дрожжевой аппарат моют горячей водой, стерилизуют паром, охлаждают, набирают сусло температурой 55...58 °C, добавляют в качестве азотистого питания солодовое молоко и выдерживают от 1 до 2 ч для осахаривания крахмала солода. После этого температуру повышают до 75 °C, пастеризуют сусло в течение 30 мин и охлаждают до 30 °C.

Затем в охлажденное сусло добавляют раствор серной кислоты до кислотности 0,7...0,9 (для зернового) или 0,9...1,2 (для картофельного) и pH 3,8...4,0. Большая титруемая кислотность сусла из картофеля объясняется повышенной буферностью.

В случае подкисления дрожжевого сусла молочной кислотой после пастеризации (75 °C) его охлаждают до 54 °C и вносят подготовленную культуру молочнокислых бактерий (штамм 52) в количестве 2...5 % от объема сусла в дрожжевом аппарате, перемешивают (при 52 °C) и в течение 8...10 ч происходит молочнокислое брожение до нарастания общей кислотности до 1,7... 1,9 в зерновом сусле и 2,0...2,4 в зерно-

картофельном. Затем отбирают в сборник маточную культуру молочнокислых бактерий, а остаток сусла пастеризуют 25...30 мин при 76...78 °С.

Приготовленное сернокислосое или молочнокислосое дрожжевое сусло охлаждают до 30 °С и вносят засевные дрожжи до 8 % объема дрожжевого аппарата, содержимое перемешивают и охлаждают до 22...23 °С. Размножение дрожжей длится 18...20 ч при 27...30 °С. Цель первоначального снижения температуры (складки) до 22...23 °С - угнетение посторонней микрофлоры, пока концентрация дрожжей в сусле невелика. С точки зрения инфицирования сусла - это самый опасный период, когда численность дрожжевых клеток сильно возрастает, вероятность инфицирования снижается, так как в межвидовой борьбе побеждает численно превосходящая микрофлора.

Концентрация сусла при культивировании снижается от 17...18 до 5...6 %, а концентрация спирта возрастает до 4,5...5 %. Кислотность зрелых дрожжей не должна превышать начальную, определяемую при складке. При малейшем повышении кислотности дрожжи бракуют. Клетки готовой культуры дрожжей должны содержать гликоген, до 5 % почкующихся, не более 1 % мертвых при полном отсутствии живых посторонних микроорганизмов. На поверхности содержимого в дрожжевом аппарате должно просматриваться перемещение и его некоторое движение.

При обнаружении 1...2 палочек посторонней микрофлоры ее обрабатывают в сборнике раствором серной кислоты при указанной кислотности (рН 2,5...3,0), убивают до 50 % клеток дрожжей

и соответственно увеличивают объем засевных дрожжей, повышают начальную температуру брожения на 3...4 °С.

Если при сернокислотной обработке дрожжей не обеспечивается чистота брожения, то производственные дрожжи заменяют и выводят чистую культуру, начиная от пробирки.

При нормальной работе завода чистую культуру дрожжей выводят примерно один раз в год обычно с пуском завода после ремонта, а иногда и реже.

Чистую культуру дрожжей из пробирки переводят в колбу с дробно пастеризованным солодовым суслом объемом 200 мл, из нее - в бутылку с 2 л пастеризованного производственного сусла, а затем в бутылку с 10... 15 л такого же сусла, в сборник с 500 л сусла и, наконец, в дрожжевой аппарат.

На некоторых спиртовых заводах в течение нескольких лет пользуются производственными дрожжами, адаптированными к местным условиям. Такие дрожжи в чистом состоянии 1...2 мес. хранят на льду, а с пуском завода интенсифицируют их размножение на богатой питательной среде, строго соблюдая время пересева, температуру, рН, санитарно-гигиенические условия и др.

Для выведения таких чистых дрожжей необходим высокий уровень культуры производства и квалификации инженерно-технического персонала завода.

Весьма существенно отметить следующий недостаток. В периодическом культивировании в каждом дрожжевом аппарате накопление клеток идет от 10... 12 при засеве сусла до 100... 120 млн/мл при их готовности. И это циклически повторяется через каждые 18...20 ч. Такое резкое (в 10 раз) уменьшение плотности дрожжевой популяции может сопровождаться инфицированием, поэтому возникает необходимость в совершенствовании периодического способа культивирования.

Сущность способа полунепрерывного культивирования, предложенного Е. П. Скалкиной, заключается в том, что все операции приготовления дрожжевого сусла проводят в отдельном аппарате - пастеризаторе, расположенном выше двух дрожжевых аппаратов. Устройство пастеризатора такое же, как и дрожжевого аппарата, только вместимость его на треть меньше.

Приготовленное сусло сливают в один из дрожжевых аппаратов, добавляют маточные дрожжи, перемешивают и размешивают их при тех же температурных условиях, что и в периодическом способе. Концентрация дрожжевого сусла вначале находится в

пределах 14...15 %, когда она понизится до 4,0...4,5 %, половину содержимого передают во второй дрожжевой аппарат и в оба аппарата доливают свежее сусло из пастеризатора. Когда концентрация понизится до 4,0...4,5 %, из каждого дрожжевого аппарата отбирают по 1/3 в бродильные аппараты и дрожжевые аппараты вновь доливают пастеризованным суслом; так повторяется до тех пор, пока не возникнет необходимость в смене дрожжей.

В результате увеличения количества засевных дрожжей продолжительность культивирования сокращается до 6 ч и соответственно повышается производительность дрожжевого отделения. В производственных дрожжах содержится от 50 до 120 млн клеток/мл и до 4 % спирта. Однако для этого способа не была предусмотрена профилактическая стерилизация оборудования, поэтому он не получил широкого распространения. На отдельных заводах встречаются только некоторые модификации способа.

Известно несколько вариантов отъема бродящего сусла из бродильного аппарата. По одному из них, предложенному Я. К. Орловским, бражку отбирают в период главного брожения и направляют в дрожжевой аппарат. Подкисляют ее раствором серной кислоты до 0,7...0,8 и продолжают сбраживать для накопления дрожжевых клеток до нормы при 26...28 °С в течение 5...6 ч. Отъемный способ не получил распространения из-за инфицирования бражки.

Сущность метода непрерывного культивирования состоит в том, что он осуществляется проточно в одном или нескольких последовательно соединенных аппаратах - дрожжегенераторах. Осахаренное сусло поступает в первый (головной) аппарат, в который вносят и маточные дрожжи. Засеянная ими питательная среда перемещается по аппаратам и выводится в виде готовой культуры дрожжей из последнего (концевого) дрожжегенератора в бродильную батарею (головной ее аппарат).

Сусло поступает в сборники, в них оно доосахаривается при температуре 55 °С в течение 45...60 мин и насосом прокачивается через контактную головку для нагревания до 75...78 °С, пастеризуется в течение 20...30 мин в выдерживателе, проходит сепаратор, в котором выделяющийся из сусла вторичный пар отсасывается эжектором с помощью острого пара и возвращается в контактную головку. Далее сусло насосом подается в теплообменник, где охлаждается до 22...24 °С, а затем направляется в два головных дрожжегенератора. Одновременно из третьего дрожжегенератора подается 20 или 30 % маточной культуры дрожжей насосом. Непрерывное заполнение этих дрожжегенераторов в зависимости от объема маточной культуры дрожжей продолжается соответственно 16, 12 и 8 ч. Для поддержания постоянной концентрации дрожжевых клеток на уровне 80...90 млн/мл скорость притока сусла по времени должна возрастать.

Во второй ступени -дрожжегенераторе большего объема вместе с непрерывным притоком культуры из дрожжегенераторов вводится также непрерывно сусло температурой 30 °С из общей производственной магистрали. Культивирование продолжается такое же время, как и в дрожжегенераторах, при этом скорость притока сусла регулируется с расчетом поддержания концентрации дрожжевых клеток на уровне 80...90 млн/мл.

По аналогичному принципу и за такое же время заполняется концевой дрожжегенератор, имеющий объем, равный объему головного аппарата бродильной батареи. Сразу же после заполнения концевого дрожжегенератора его содержимое насосом перекачивается в указанный стерилизованный бродильный аппарат.

Благодаря расчленению процесса дрожжегенерации на три ступени, непрерывному последовательному наполнению суслом и периодическому освобождению дрожжегенераторов их можно стерилизовать через 8...16 ч, в результате чего обеспечиваются чистота и сохранность монокультуры дрожжей и не нарушается систематическая поставка посевных дрожжей для непрерывного брожения сусла в батарее бродильных аппаратов.

4. Культивирование дрожжей в производстве спирта из мелассы.

Дрожжи размножаются из чистой культуры, получаемой в пробирках из научно-исследовательских институтов и лабораторий. Зимой чистую культуру готовят на сусло-желатине, летом - на сусло-агаре. Во втором случае вместе с чистой культурой завод получает запаянную ампулу со стерильным суслом, которым смывают дрожжи с поверхности сусло-агара после выдерживания пробирки с чистой культурой, залитой этим суслом, при температуре 30 °С в течение 2...3 ч.

В лабораторных условиях дрожжи из пробирки размножают на стерильном сусле до объема 3 л, соблюдая микробиологическую чистоту. Затем их пересевают в четыре трехлитровые бутылки: из одной дрожжи направляют в аппарат чистой культуры (АЧК- 1) для дальнейшего размножения, а три хранят при температуре от +2 до -4 °С для последующей замены дрожжей. Когда в холодильной камере остается последняя бутылка, из нее снова дрожжи пересевают в четыре бутылки. Таким образом размножают дрожжи в течение месяца. Чистую культуру дрожжей из пробирки разводят один раз в месяц.

При размножении чистой культуры дрожжей в пробирках применяют неподкисленное сусло из измельченного сухого ячменного солода. Для размножения чистой культуры во второй - четвертой стадиях используют мелассное сусло с добавлением перед стерилизацией 10 % по объему солодового сусла; в пятой- седьмой стадиях - мелассное сусло с добавлением фосфорного и азотистого питания (ортофосфорной кислоты и карбамида).

Сусло готовят на воде, отвечающей требованиям, предъявляемым к питьевой. После стерилизации в специальных аппаратах при температуре 95... 100 °С в течение 1 ч его охлаждают до 30 °С. Во время охлаждения сусла принимают меры предосторожности против проникновения посторонней микрофлоры: воздушники в АЧК-1 и АЧК-2 закрывают биофильтрами.

АЧК-2 после введения в него дрожжей из АЧК-1 наполняют стерильным мелассным суслом в три приема (три «подмолodkaми»), так как количество задаваемых дрожжей составляет только 2...2,5 % полезного объема АЧК-2. Объем первой «подмолodka» составляет 50, второй - 30, третьей - 20 % полезного объема АЧК-2. Размножение в аппаратах чистой культуры ведут таким образом, чтобы к моменту передачи дрожжей в следующий аппарат содержание спирта в среде не превышало 2,5...3 об. %, т. е. видимая концентрация сухих веществ бражки была бы на 4,5...5 % ниже начальной.

Из АЧК-2 передают 80 % дрожжей в АЧК-3, а 20 % - в другой АЧК-2, в котором параллельно с прохождением седьмой и восьмой стадий постепенно разводят дрожжи в течение 2 сут. доливом стерильного мелассного сусла тремя «подмолodkaми», так же, как и в первом АЧК-2. При отсутствии второго АЧК-2 дрожжи (20 %) оставляют в первом АЧК-2, куда добавляют «подмолodka».

Через 2...3 сут. после включения дрожжегенераторов в работу дрожжи обменивают размножением чистой культуры в АЧК-3, куда помещают дрожжи из второго АЧК-2. Для следующего обмена дрожжей размножение начинают с АЧК-1, куда помещают дрожжи из бутылей, хранящихся в холодильниках. При наличии цехов хлебопекарных дрожжей проводят 10...12 обменов дрожжей в бродильной батарее, без таких цехов - 3...4 раза в месяц. Аппараты чистой культуры изготавливают из нержавеющей стали или алюминия.

Типовая технологическая схема размножения чистой культуры дрожжей включает в себя один стерилизатор вместимостью 1000 л и две самостоятельные линии аппаратов чистой культуры, каждая из которых состоит из трех аппаратов вместимостью 20, 1000 и 5000 л, что позволяет сбраживать мелассу по двухступенчатому способу с применением двух рас дрожжей.

Все аппараты имеют аэраторы, теплообменники, воздушники с биофильтрами, люки для чистки, трубопроводы для подачи среды из одного аппарата в другой при помощи сжатого воздуха, указатели уровня, дистанционные самопишущие термометры.

Разведение дрожжей по однопоточной схеме проводят следующим образом. В АЧК-1 набирают около 15 л стерильного сусла из стерилизатора, повторно его стерилизуют закрытым обогревом, охлаждают до 30 °С и вводят в пламени факела засевные дрожжи из трехлитровой бутылки. Через 24 ч бродящую среду с дрожжами по стерильному трубопроводу спускают в АЧК-2, куда предварительно набирают стерильное сусло (1/3 объема). Дрожжи в этом аппарате, размножаются при слабом периодическом аэрировании стерильным воздухом. Наполняют АЧК-2 стерильным суслом в три приема (три «подмолodkaми»): через 24, 12 и 8 ч.

Бродящее сусло с дрожжами передают стерильным сжатым воздухом в АЧК-3, предварительно заполненный стерилизованным суслом. Размножение дрожжей продолжается примерно 18 ч при слабом аэрировании, после чего сбрасываемую среду направляют в дрожжегенератор, предварительно заполненный на 1/3... 1/2 суслом. В дальнейшем сусло в первый дрожжегенератор подают в 2...3 приема. Дрожжи до полного объема первого дрожжегенератора накапливаются в течение 6...8 ч при непрерывном аэрировании. В сбрасываемой среде должно быть 120... 150 млн/мл (12... 16 г/л) дрожжевых клеток и 2...3 об. % спирта. Далее половину содержимого первого дрожжегенератора перепускают по нижней коммуникации во второй, предварительно стерилизованный дрожжегенератор, и накопление дрожжей ведут при непрерывном притоке сусла и аэрировании среды.

После наполнения первых двух дрожжегенераторов в течение 4...5 ч сбрасываемую среду из них по нижней коммуникации направляют в третий дрожжегенератор и выращивают дрожжи 4...5 ч при непрерывном притоке сусла в трех дрожжегенераторах и т. д. Все дрожжегенераторы заполняются новым суслом с дрожжами за 18...20 ч. Заменяют дрожжи в дрожжегенераторах через 48...72 ч. Выращивание дрожжей в отделении чистой культуры продолжается 80...90 ч.

В анаэробных условиях на меласном сусле дрожжи развиваются медленно, поэтому их выращивают при слабом аэрировании. Дрожжегенерирование проводят непрерывно при тщательном перемешивании сусла. Свежее сусло поступает в дрожжегенератор, и бродящее сусло выводится из него с одинаковой скоростью при постоянном объеме. При этом устанавливается динамическое равновесие между скоростью разбавления и скоростью размножения дрожжей. Поддерживать равенство (удельная скорость размножения дрожжей равна скорости разбавления бродящего сусла) можно изменением скорости притока, интенсивностью аэрирования (скорость насыщения кислородом) и перемешивания. Температуру поддерживают постоянной - 28 ± 1 °С.

Известно, что в условиях аэробно-анаэробного при понижении концентрации растворенного в среде кислорода до 0,5... 1 мг/л, считающейся критической, размножение дрожжей почти прекращается. Скорость использования растворенного кислорода дрожжами, а, следовательно, и скорость размножения их не зависит от концентрации кислорода, если она выше критической.

При расходе воздуха на аэрирование сусла в дрожжегенераторах с барботажным воздухо-распределением $1,9...6,6 \text{ м}^3/(\text{м}^3\cdot\text{ч})$ количество используемого кислорода воздуха изменяется незначительно и составляет в среднем 3,12 %. Потребление кислорода на 1 кг прироста сухих веществ дрожжей изменяется от 23 до 83 г и зависит главным образом от количества воздуха, используемого на аэрирование. При расходе его от 2,25 до 3,5 $\text{м}^3/(\text{м}^3\cdot\text{ч})$ дрожжи потребляют в среднем 39 г/кг кислорода, при расходе 3,8...5,3 $\text{м}^3/(\text{м}^3\cdot\text{ч})$ - 62 г/кг. Из 1 м^3 воздуха, необходимого для аэрирования 1 м^3 сбрасываемой среды в дрожжегенераторах в 1 ч, на прирост 1 кг дрожжей затрачивается 13,3 г кислорода.

Коэффициент скорости использования дрожжами кислорода, отнесенный к $1 \text{ м}^3/(\text{м}^3 \text{ ч})$ воздуха, составляет 2...4 г кислорода на 1 кг сухих веществ дрожжей в 1 ч, а прирост дрожжей 75%-ной влажности на 1 м^3 полезного объема дрожжегенераторов - 2,0...2,5 кг/ ($\text{м}^3\text{-ч}$).

Коэффициент полезного действия барботажного воздухораспределения по сравнению с другими его видами самый низкий. При использовании более совершенных аэрирующих устройств количество кислорода воздуха, используемого дрожжами, может достигать 20 %, а иногда и более.

Наибольший ограничивающий фактор при передаче кислорода - его малая растворимость в питательной среде. При полном насыщении воды при 30°C в ней содержится 7,63 мг/л. Растворимость кислорода уменьшается с повышением в питательной среде концентрации сухих веществ, pH и температуры. В сусле, находящемся в дрожжегенераторах, при полном насыщении его кислородом растворяется около 5 мг/л, чем больше скорость разбавления среды, тем меньше средний возраст клеток в аппарате и тем выше их физиологическая активность. За единицу возраста дрожжевых клеток принимают время, в течение которого количество клеток удваивается.

Конструкция дрожжегенератора должна удовлетворять следующим основным требованиям: обеспечивать высокую скорость массообмена, что достигается интенсивным перемешиванием суслу во всем объеме, тонким диспергированием воздуха и непрерывным удалением пены и флотируемых дрожжей; предусматривать герметичность аппарата и минимальное число в нем внутренних устройств простой конструкции для предотвращения инфицирования суслу посторонними микроорганизмами и доступность для механизированной мойки и дезинфекции.

Обычно дрожжегенератор имеет форму цилиндра с коническим днищем и крышкой. Внутри него находятся воздухораспределительное устройство, направляющий цилиндр и змеевик с поверхностью охлаждения $0,25 \text{ м}^2$ на 1 м^3 суслу.

Удельная производительность дрожжегенератора с пневмо- циркуляционным аэратором составляет $3,1 \text{ кг}/(\text{м}^3\text{-ч})$, а с трубчатым - $1,8 \text{ кг}/(\text{м}^3\text{-ч})$. В дрожжегенераторах с трубчатыми аэраторами удельная скорость размножения дрожжей 0,15...0,16 ч, с пневмоциркуляционными - 0,25...0,27 ч и более. Таким образом, объем дрожжегенераторов с эффективными аэрирующими устройствами может быть значительно уменьшен.

В производственных дрожжах определяют видимую концентрацию сухих веществ и кислотность через каждые 2 ч, содержание спирта и биомассу дрожжей - один раз в смену. Концентрация биомассы должна быть 12...15 г/л, а в случае выделения хлебопекарных дрожжей - 16...18 г/л. Температуру производственных дрожжей контролируют и регулируют автоматически при помощи многоточечных мостов и блоков реле.

Датчиками температуры служат термометры сопротивления; вторичными приборами для контроля и регулирования температуры - электронные мосты типа ЭМП-209. Вторичные приборы через блоки реле и электродвигательные исполнительные механизмы типа ДР управляют работой регулирующих органов подачи холодной воды в теплообменники.

1.6 Лекция №6 (2 часа)

Тема: «Сбраживание суслу»

1.6.1 Вопросы лекции:

- 1.6.1 Сбраживание зерно-картофельного суслу
- 1.6.2 Технологические показатели брожения
- 1.6.3 Сбраживание мелассного суслу

1.6.2 Краткое содержание вопросов:

1.Сбраживание зерно-картофельного сусла

Все сусло кроме той части, что идет на приготовление дрожжей, направляют в бродильные аппараты, и содержащийся в нем сахар сбраживается дрожжами в спирт. При сбраживании зерно- картофельного сусла одновременно происходит доосахаривание декстринов. Бродящее сусло называют бражкой, или культуральной жидкостью.

Показание сахарометра в фильтрате бражки - это видимая плотность, показание сахарометра в фильтрате бражки после отгонки спирта и доведения дистиллированной водой до первоначального объема - содержание истинных сухих веществ бражки. Последние всегда больше видимой плотности. Этими терминами заменены ранее применявшиеся - соответственно видимый и истинный отброды.

Содержание спирта в зрелой бражке (и в водно-спиртовом растворе) в объемных процентах называют крепостью бражки (и этилового спирта).

На отечественных спиртовых заводах в настоящее время применяют в основном непрерывно-проточный, проточно-рециркуляционный и циклический, а на малых заводах еще периодический способы сбраживания сусла.

Непрерывно-поточный способ. Сущность этого способа заключается в непрерывном притоке осахаренного сусла и вводе дрожжей в головной аппарат бродильной батареи, состоящей из нескольких последовательно соединенных между собой сосудов, в непрерывном сбраживании этого сусла и оттоке зрелой бражки из последнего, концевой, аппарата.

Концентрация дрожжей в батарее поддерживается на определенном уровне скоростью притока сусла, а отток идет по принципу сообщающихся сосудов.

Автором идеи и первым исследователем непрерывного спиртового брожения на мелассном сусле был С. В. Лебедев. Продолжили эти исследования на мелассе Д. Н. Климовский, И. Ф. Гладких. При данном способе ускоряется процесс и увеличивается мощность бродильного цеха на 30 %, повышается выход спирта на 0,5 % из 1 т условного крахмала, облегчается труд, снижаются затраты и создаются условия для автоматизации процесса. Однако в промышленном масштабе непрерывный способ долго не удавалось осуществить из-за инфицирования зерно- картофельного сусла посторонней микрофлорой, что вызывало значительные нарастания кислотности, инактивацию амилалитических ферментов и потери спирта.

Проблема непрерывного брожения была успешно решена В. Л. Яровенко с сотрудниками в 1955 г. Непрерывно-проточный способ освоен и внедрен на многих отечественных заводах. За рубежом (США, Япония, Германия) непрерывное брожение еще не внедрено, хотя попыток было много.

При изучении и освоении непрерывно-проточного способа были установлены некоторые его особенности и закономерности. Главная из них - неравномерность перемещения сусла в батарее бродильных аппаратов. Так, за один оборот головного аппарата, т. е. за одну смену объема сусла, в нем остается (задерживается) около 36 % первоначального (старого) сусла и такое же количество прилитого свежего (нового) сусла выносится из аппарата. С увеличением числа оборотов количество задерживаемого старого сусла уменьшается. С увеличением числа оборотов и порядкового номера аппарата в батарее возрастает продолжительность задержки старого сусла, а вместе с ним и развитие посторонних микроорганизмов, главным образом молочнокислых бактерий.

Если учесть, что полное освобождение первого бродильного аппарата от остатков старого сусла наступает через 6...7 оборотов (один оборот занимает 6...7 ч) и 6-й аппарат батареи полностью освобождается от указанного сусла только через 14 оборотов, то станет понятно влияние неравномерности перемещения сусла в батарее и его неоднородности на

результаты брожения. Постепенно создается серьезный очаг инфекции, который неизбежно ведет сначала к сверхнормативному нарастанию кислотности, а затем к полному прекращению брожения. Это усугубляется еще ограниченным объемом засеваемых производственных дрожжей (8...15 %), характерным для способа периодического брожения. При движении бродящего сусла по переточным трубам из одного аппарата в другой происходит неравномерное распределение скоростей, следствием чего является задержка сусла у стенок труб и аппаратов, что также способствует развитию инфекции.

В этом отношении периодическое сбраживание сусла имеет то преимущество, что оно строго ограничено во времени и от начала до конца проводится в одном аппарате, который по завершении цикла стерилизуют паром. Проточное брожение - непрерывное, в каждом из аппаратов батареи осуществляется лишь часть общего процесса, продолжительность его теоретически не ограничена и не предусмотрена остановка для стерилизации. Однако из-за указанных выше особенностей и закономерностей проточного сбраживания необходимо проводить профилактическую стерилизацию аппаратов строго последовательно, по номерам аппаратов - от головного к концевому через определенные промежутки времени и независимо от состояния, степени и стадии брожения. При этом большое значение приобретает правильная трансформация параметров процесса брожения: продолжительность пребывания сусла в аппаратах, численность клеток дрожжей, скорость притока сусла, рН, температура.

Сущность профилактической стерилизации заключается в том, что через определенные промежутки времени (3 сут) непрерывный приток сусла в батарею переключается на второй головной бродильный аппарат и в него же насосом перекачивается содержимое первого головного аппарата, который затем моют, стерилизуют паром, охлаждают, вновь засевают дрожжами из дрожжегенератора и восстанавливают приток свежего сусла. Пока аппарат наполняется, содержимое аппарата 6 перекачивается в аппарат. Аппарат моют, стерилизуют, охлаждают и наполняют перетоком из аппарата 5. Далее содержимое аппарата насосом перекачивается в аппарат 8, первый из них также моют, стерилизуют, охлаждают и подключают к перетоку. По такому же принципу осуществляют наполнение, освобождение и стерилизацию остальных аппаратов с их трубопроводами и арматурой. За стерилизуемым бродильным аппаратом сусло перекачивается насосом 12, а непрерывность его подачи во время стерилизации трубопровода обеспечивается таким же дублиром, остальное время работающим параллельно.

Профилактическая стерилизация всей батареи - от головного до концевого, бродильных аппаратов - совершается через каждые 3 сут.

В зависимости от всхожести солодового зерна, степени инфицирования солода, физиологического состояния перерабатываемого сырья и чистоты дрожжей время до очередной профилактической стерилизации батареи может увеличиваться до 5 и 10 сут. или уменьшаться до 1,5 сут.

На инфицированность продуктов брожения сильно влияет правильность монтажа бродильной батареи. Нижняя точка концевого днища бродильного аппарата должна быть на 0,5 м выше всасывающей трубы насоса: с уменьшением этого расстояния насос не может перекачивать бродящее сусло, его приходится разбавлять водой, что приводит к инфицированию и перерасходу пара на перегонку. Продуктовые трубопроводы должны иметь уклон в сторону движения сусла и бражки, их надо систематически промывать и стерилизовать текучим паром. На переточных трубах следует устанавливать запорные диски для локализации стерилизуемых аппаратов на ходу.

Для обеспечения непрерывности брожения сусло должно поступать в батарею по двум параллельным линиям, и она пугается через первый головной, а во время его стерилизации - через второй головной аппарат. Трубопроводы, осахариватели, насосы и

теплообменники стерилизуют отдельно в каждой линии ежедневно и последовательно. Стерилизация, неоднократно повторяющаяся через определенные периоды времени независимо от степени сброженности сусла, называется дробной профилактической стерилизацией.

При непрерывно-проточном способе сбраживания в головном бродильном аппарате устанавливается нормативная численность дрожжевых клеток 90...120 млн/мл, что достигается увеличением объема засевных производственных дрожжей до объема головного аппарата и поддержанием в нем заданной концентрации таким регулированием притока свежего сусла, чтобы скорость разбавления была равной удельной скорости роста дрожжей. Указанная выше численность клеток поддерживается во всех аппаратах, начиная от разводки в дрожжегенераторах, в головном и во всех остальных сосудах батареи. При этом дрожжи в большей части батареи размножаются в стационарной фазе роста с совмещением экспоненциальной и лаг-фазы.

Проточно-рециркуляционный способ. При рециркуляции отсепарированной биомассы дрожжей без ее антисептирования возможно инфицирование продуктов брожения. Поэтому был разработан способ рециркуляции сбраживаемой среды из 2, 3 и 4-го аппаратов в 1-й аппарат батареи (В. Л. Яровенко, Б. М. Нахманович, В. П. Леденев, С. И. Караичев и др.). Таким способом из аппаратов 1 - 4 образуется рециркуляционный контур, в котором можно создать нужную скорость разбавления 1,5...2 ч⁻¹ и больше и этим воздействовать на повышение удельной скорости роста микроорганизмов при стабилизации этих показателей в остальной части (5... 10 аппаратах) батареи. Объем рециркулируемой сбраживаемой среды составляет 100 % от исходного притока сусла в батарею, что позволяет включить дополнительный приток этого сусла в количестве 40 об. % от основного. Благодаря меньшему нарастанию кислотности в процессе брожения межстерилизационный период удлиняется с двух до трех суток, производительность бродильной батареи повышается на 40 %, выход спирта увеличивается при продолжительности брожения 60 ч на 0,8 дал/т крахмала, а при 48 ч - на 1,2 дал/т.

В результате рециркуляции снижается унос дрожжей, происходящий при непрерывно-проточном брожении, обеспечивается повторное использование дрожжей, а, следовательно, уменьшается расход сахара на синтез их биомассы, что сопровождается повышением выхода спирта на 0,1 дал/т крахмала.

При дальнейшем совершенствовании непрерывно-проточного брожения может быть использован способ обработки сбраживаемого сусла в головной части батареи действием вакуума для удаления ингибиторов брожения - спирта и промежуточных продуктов. Снижением концентрации спирта до 2 %, дополнительным вводом ферментов достигается интенсификация доосахаривания и брожения, а в конечном результате сокращение процесса до одних суток.

2. Технологические показатели брожения

Видно, что брожение заканчивается быстрее при рециркуляционно-проточном способе, чем при непрерывно-про-точном, медленнее - по циклическому и еще медленнее - по периодическому. Рециркуляционно-проточный и непрерывно- проточный способы имеют и другие преимущества: большие выходы спирта из 1 т крахмала и его съём с 1 м³ бродильного аппарата в сутки.

Технологические показатели зрелой бражки характеризуют работу не только бродильного цеха, но и всех предыдущих цехов и участков производства - разваривания сырья, выращивания солода или культуры плесневых грибов, осахаривания, вакуум-охлаждения, приготовления дрожжей и др. Ошибки в технологии, допущенные в предыдущих цехах, обнаруживаются в показателях зрелой бражки. Важнейшие из этих

показателей: содержание РВ и истинных сухих веществ, видимая плотность, кислотность и крепость бражки (содержание спирта).

Видимая плотность бражки зависит от доброкачественности сусла: чем она выше, тем ниже плотность. При высокой доброкачественности, например, 90%-ной для кукурузы, плотность равна +1,2 %; для ячменя с 80%-ной доброкачественностью плотность будет +1,1 %. Ориентировочно при увеличении и уменьшении доброкачественности на 1 % соответственно видимая плотность понижается или повышается на 0,2 %. Первоначальная концентрация сусла существенно влияет на значение видимой плотности.

При осахаривании разваренной массы сырья ферментами плесневых грибов и бактерий, особенно глубинной их культуры, видимая плотность значительно выше, чем при осахаривании солодом. Увеличение ее объясняется гидролизом пектиновых веществ, гемицеллюлоз, р-глюканов и других веществ зерна, не гидролизующихся солодом из-за отсутствия в нем соответствующих ферментов.

О качестве брожения правильнее всего судить по количеству оставшихся несброженных РВ, которые определяют в фильтрате бражки до двухчасового гидролиза с 2%-ной НС1 и после него. По этим двум значениям можно составить представление о составе оставшихся несброженных Сахаров и декстринов. Несброженные сахара бражки состоят из пентоз (ксилозы, арабинозы), мальтозы и глюкозы. Однако редуцирующей способностью обладают и декстрины, что не учитывается при определении РВ до гидролиза (все редуцирующие вещества принимаются за мальтозу). Кроме того, к декстринам относят все вещества, образующие при кислотном гидролизе редуцирующие вещества, в том числе и другой природы. В бражке из дефектного овса обнаружены растворимые вещества, которые не осахариваются солодом, но после гидролиза с НС1 редуцируют раствор Фелинга.

Если показатели, определенные при анализе бражки, значительно превышают пределы, указанные в табл., особенно содержание декстринов, то это свидетельствует о ненормально проходившем брожении и досахаривании. Об инфицировании спиртового брожения судят по нарастанию кислотности зрелой бражки. Если приняты достаточные меры по устранению инфицирования, то в бражке развиваются только дрожжи и ее кислотность повышается на 0,2 %; большее нарастание кислотности указывает на развитие инфекции.

При спиртовом брожении дрожжам сопутствуют главным образом молочнокислые бактерии. Нарастание кислотности на 0,2 % сверх нормальной соответствует тратам примерно 0,6 % всего сбраживаемого сахара, а нарастание на 1 вызывает понижение выхода спирта на 2,3 дал из 1 т крахмала. С нарастанием кислотности бражки уменьшается рН. Начиная с рН 4,2 (титруемая кислотность 0,8), амилазы солода в бражке не обнаруживаются. Глюкоамилаза и мальтаза аспергиллов в отличие от ферментов солода кислотоустойчивы и осахаривают крахмал при рН 4...3,8; α -амилаза инактивируется при таком же рН, как и солодовая, но в меньшей мере.

Сопоставление показателей табл. показывает, что лучшая зрелая бражка получается по проточным способам, средняя - по циклическому и худшая - по периодическому способу.

При всех преимуществах непрерывно-проточный способ брожения внедряется медленно, больше заводов работает по циклическому способу. Сказывается пока отсутствие действенных стимулов в борьбе за качество и экономичность производства конечного продукта.

3. Сбраживание мелассного сусла

Способ непрерывного сбраживания мелассного сусла в промышленном масштабе впервые был применен С. В. Лебедевым и Д. Н. Климовским в 1937 г. на

Монастырищенском спиртовом заводе. Сущность этого способа заключалась в том, что основное сусло сбраживалось в четырех последовательно соединенных аппаратах дрожжами, выделенными из зрелой бражки на сепараторах. Производственные дрожжи из дрожжегенераторов (активаторов) и основное сусло поступали в нижнюю часть 1-го бродильного аппарата, бражка поднималась, переливалась в нижнюю часть 2-го аппарата, из него - в 3-й. Два последних аппарата были соединены трубой в верхней части. Зрелую бражку отводили из нижней части 4-го аппарата, где осаждались дрожжи, перед сепарированием ее направляли в декантатор для отделения мертвых дрожжевых клеток и осадков. Нижний слой спускали в сборник бражки, а верхний - сепарировали, направляя бражку в тот же сборник.

Для получения производственных дрожжей готовили мелассное (дрожжевое) сусло концентрацией 11... 12 % СВ, подкисляли его серной кислотой до 1,1...1,3е (рН 4), обогащали минеральными питательными солями и непрерывно подавали в два поочередно работающих активатора, в которых дрожжевое сусло смешивалось с дрожжами. В активаторах дрожжевое сусло сбраживалось до 5 % СВ и непрерывно сливалось в 1-й бродильный аппарат, где смешивалось с основным суслом концентрацией 30...34 % СВ в соотношении 1:1. Степень сбраживания основного сусла регулировали его притоком. Видимую плотность бражки поддерживали в 1-м бродильном аппарате 14 %, во 2-м 10, в 3-м 6,5 и в 4-м до 6,1 %. Крепость зрелой бражки была 8,8...9,0 об. %.

Основной принцип двухпоточного способа сохранился до настоящего времени. Его особенность - сепарирование дрожжей и возвращение их в начало бродильной батареи для многократного использования, в результате чего снижаются затраты сахара на синтез новой биомассы и повышается выход спирта приблизительно до 2 %.

При многократном использовании дрожжей, несмотря на высокую концентрацию жизнеспособных дрожжевых клеток, в результате быстрого наступления стадии главного брожения угнетается процесс дыхания и замедляется процесс почкования клеток. Прирост новых дрожжевых клеток уравнивается отмиранием старых; неактивные клетки восполняются молодыми, физиологически деятельными. Чем выше концентрация жизнеспособных дрожжей и чем меньше остается в сусле питательных веществ, тем слабее идет процесс почкования и размножения; скорость размножения обратно пропорциональна концентрации дрожжевых клеток.

Многократное использование возвращаемых дрожжей ведет к сокращению и устранению лаг-фазы, даже логарифмической фазы, и приводит к повышению интенсивности брожения. Дрожжи все время находятся в стационарной фазе развития. Энергия брожения при 2-4-кратном их использовании повышается.

В УкрНИИСПе изучали влияние высоких концентраций дрожжей и многократного их использования на процесс сбраживания мелассного сусла. С увеличением концентрации засевных дрожжей снижается их прирост. С каждым последующим возвратом от сепарированных из зрелой бражки дрожжей для сбраживания сусла увеличивается количество мертвых и уменьшается число почкующихся клеток. При шестикратном возврате дрожжей, выделенных из зрелой бражки, содержание летучих кислот повышается с 350 до 600 мг/л, содержание альдегидов - с 0,0062 до 0,0074 об. %. При сбраживании мелассного сусла повышенным количеством дрожжей, накопленных путем возврата из зрелой бражки, ускоряется процесс брожения, сокращается стадия взбраживания и интенсивнее протекает главное брожение. С увеличением концентрации дрожжей с 30 до 60...80 г/л продолжительность брожения сокращается с 24...26 до 13... 14 ч, при этом крепость бражки увеличивается на 0,4...0,5 %. При дальнейшем увеличении концентрации дрожжей выход спирта уменьшается.

В связи с тем, что систематический возврат отсепарированных дрожжей в головные аппараты бродильной батареи сопровождается инфицированием продуктов брожения, получил распространение бессепарационный способ.

При двухпоточном способе дрожжи выращивают на меласном сусле низкой концентрации (10... 12 % СВ), а на сбраживание поступает меласное сусло концентрацией 32...35 %. Из-за необходимости приготовления сусла двух концентраций усложняется аппаратное оформление, но двухпоточная схема имеет технологические преимущества.

Меласса из железнодорожных цистерн, взвешенных на вагонных весах, при помощи наклонного переносного лотка сливается в заглубленный резервуар откуда через ловушку при помощи насоса подается в мелассохранилище.

Если на завод поступает дефектная или трудносбраживаемая меласса, нуждающаяся в дополнительной обработке, ее направляют из приемного сборника непосредственно на взвешивание или в специально выделенный резервуар-хранилище.

Кислоты из железнодорожных цистерн, и принимают при помощи насоса. Откачивают кислоту из цистерн через верхний люк, заполняя трубопроводы на всасывающей стороне кислотой из сборника. Затем переключают вентили и насосом перекачивают кислоту из цистерны в сборник.

Растворы антисептиков и питательных веществ готовят в сборниках и с мешалками и насосами перекачивают в производство.

Взвешенная меласса, предназначенная для основного сусла, поступает через смеситель без добавления кислот и питательных солей в сборник суточного запаса. В эту мелассу вносят только раствор антисептика из напорного сборника.

Из сборников асептированную мелассу насосом подают в напорные сборники, а из них она поступает в смеситель для приготовления дрожжевого сусла мелассу, предназначенную для основного сусла, насосом подают в напорный сборник, установленный перед смесителем, и по мере потребления она поступает в смеситель. Требуемую температуру сусла поддерживают изменением соотношения холодной и горячей воды из напорных сборников.

Дрожжевое сусло из смесителя непрерывным потоком поступает через расходомеры в дрожжегенераторы.

В стерилизатор и аппараты для чистой культуры дрожжей меласное сусло подают из смесителя, пар и воздух - через фильтр. Чистую культуру дрожжей вводят в дрожжегенераторы из большого аппарата.

Производственные дрожжи из каждого дрожжегенератора непрерывно отводят через специальные воронки в общий наклонный коллектор, в головной аппарат бродильной батареи, состоящей из десяти аппаратов.

В головной аппарат непрерывным потоком направляют основное сусло из смесителя в отношении 1:1 к количеству производственных дрожжей, поступающих из дрожжегенераторов.

Подачу основного сусла и производственных дрожжей регулируют так, чтобы видимое содержание сухих веществ в бражке в головном бродильном аппарате было 10...12 % и содержание спирта 5...6 об. %. Бражка по переточным трубам проходит бродильную батарею и насосом подается в передаточный аппарат, а из него - на перегонку.

Пеногасители вводят в дрожжегенераторы и в бродильную батарею из сборников при помощи насоса.

Газы брожения из дрожжегенераторов через пеноловушку и из бродильных аппаратов направляют в отдельные спиртоловушки. Освобожденный от спирта диоксид углерода, удаляемый из бродильных аппаратов, поступает в цех жидкого диоксида углерода, а из дрожжегенераторов - в атмосферу. Спиртоводная жидкость из спиртоловушек поступает через кювету в сборники и в передаточный бак.

При пониженном содержании сахара в сусле дрожжи находятся в более активном физиологическом состоянии и накапливают меньше вторичных и побочных продуктов

брожения, поэтому производственные дрожжи по двухпоточному способу выращивают на сусле концентрацией, не превышающей 12 % СВ.

По обычному двухпоточному способу в дрожжегенераторы с мелассой вводят 27 % сахара, остальные 73 % его направляют в головной бродильный аппарат. Подачу сахара (мелассы) в батарею заканчивают на 6-7-м часу процесса брожения, включая и время дрожжегенерирования. По усовершенствованному двухпоточному способу в дрожжегенераторы с мелассой вводят только 18... 18,5 % сахара и 82...81,5 % его равными частями направляют в 1, 2 и 3-й бродильные аппараты. В этом случае подачу сахара с мелассой в бродильную батарею заканчивают на 11-12-м часу брожения, включая и время дрожжегенерирования, и дображивание ведут периодически. Это снижает концентрацию сухих веществ в дрожжегенераторах с 5,5...6 до 2,4...2,8 %, а на стадии главного брожения - с 13,5...14 до 8,5...9,0 %.

При работе по усовершенствованному способу бродящее сусло в дрожжегенераторах содержит спирта значительно меньше (2,8 %), чем по обычному двухпоточному способу (3,8 %). В зрелой бражке несброженного сахара меньше на 15...20 %, кислот - на 17, альдегидов - на 21 и глицерина - на 20...30 %. При этом полнее используются сахар и несахара мелассы, брожение протекает интенсивнее и заканчивается примерно на 2 ч раньше. Выход спирта в процессе брожения по усовершенствованному способу на 0,5 % выше, чем по обычной двухпоточной схеме.

Особенностью аппаратурно-технологической схемы установки для сбраживания мелассного сусла с рециркуляцией дрожжей является наличие узлов концентрирования, обработки дрожжевой суспензии антисептиком и возврата ее в головной бродильный аппарат. Для рециркуляции дрожжей, выделенных из бражки через 5...12 ч от начала брожения, из 5-го или 6-го бродильного аппарата бражку насосом подают в сепаратор. Концентрированную дрожжевую суспензию направляют в сборник для ее антисептирования сульфенолом и ортофосфорной кислотой в количествах соответственно 0,025...0,050 и 0,5 об. % при выдержке до 0,5 ч. Из сборника для антисептирования дрожжевая суспензия поступает в головной бродильный аппарат. Обездрожженную бражку из сепаратора отводят в бродильный аппарат, следующий за тем, из которого отбирали бражку для выделения дрожжей.

Благодаря рециркуляции дрожжей и повышенному их содержанию в головных бродильных аппаратах до 40...60 г/л сокращается (на 50 %) количество вновь выращиваемых дрожжей, уменьшается доля аэробно-ассимилируемых сахаров и снижается их потеря при дрожжегенерировании. С увеличением скорости разбавления среды от 0,4 до 0,8 ч⁻¹ повышается активность ферментов гликолиза дрожжей - гексокиназы и фосфофруктокиназы и удельная производительность аппаратуры по спирту соответственно увеличивается. Выход спирта сохраняется.

1.7 Лекция №7 (2 часа)

Тема: «Выделение спирта из бражки и его очистка»

1.7.1 Вопросы лекции:

- 1.7.1 Получение ректификованного спирта
- 1.7.2 Потери спирта на ректификационных установках
- 1.7.3 Получение абсолютного спирта

1.7.2 Краткое содержание вопросов:

1. Получение ректификованного спирта

Ректификованный спирт может быть получен из спирта-сырца или непосредственно из бражки.

Из спирта-сырца ректификованный спирт получают на периодически или непрерывнодействующих ректификационных установках.

В спиртовой промышленности ректификованный спирт получают исключительно из бражки, что считается экономически более целесообразным. Получение ректификованного спирта непосредственно из бражки осуществляется на непрерывнодействующих брагоректификационных установках (БРУ), на которых можно выделить спирт из бражки и освободить его от сопутствующих летучих примесей.

Летучие примеси спирта очень различны. В основном они появляются в процессе брожения, однако их содержание в бражке зависит от водно-тепловой обработки крахмалсодержащего сырья, антисептирования.

В процессе ректификации спирта образуются эфиры, ацетали и альдегиды..

Важно знать влияние на органолептическую и аналитическую оценку спирта тех или иных примесей. Кроме того, надо охарактеризовать примеси по их токсичности, так как некоторые из них, являясь сильными ядами, существенно изменяют органолептические показатели. Например, метиловый и пропиловый спирты при небольшом содержании не влияют на органолептическую оценку, однако они обладают высокой токсичностью: метанол токсичнее этанола в 80 раз, пропанол - в 4 раза. Метиловый спирт вызывает тяжелое отравление, сопровождающееся потерей зрения, возможен и летальный исход. Фурфурол в малых концентрациях придает приятный аромат ржаного хлеба, но он, как и метанол, токсичен, поэтому наличие этих примесей в ректификованном спирте недопустимо. Присутствие спиртов, содержащих четыре и более атомов углерода, ухудшает вкус и запах этилового спирта. Бутиловый и амиловый спирты имеют сивушный запах и жгучий вкус, гексиловый - запах и привкус прогорклого масла. Все они ядовиты.

Альдегиды (муравьиный, уксусный, пропионовый, масляный, валериановый) придают спирту резкие привкус и горечь. Особенно неприятный запах и жгучий вкус обуславливают непредельные соединения - акролеин и кротоновый альдегид. Напротив, энантовый альдегид способствует появлению приятного аромата. Диацетил (6 мл/л) в зерно-картофельном спирте высшей очистки вызывает жгучий вкус и запах, характерный для мелассного спирта.

Из кислот только уксусная кислота в небольших количествах сообщает спирту приятный привкус, угольная кислота смягчает вкус. Другие органические кислоты, как правило, ухудшают органолептическую оценку спирта: муравьиная кислота придает ему резкий привкус, пропионовая - горечь, масляная, валериановая - неприятный запах пота и горечь.

Диэтиловый эфир в небольших количествах усиливает запах спирта, муравьиноэтиловый и уксусноэтиловый эфиры смягчают вкус спирта. Тем же свойством обладает аммиак. Эфиры с большим числом атомов углерода сообщают спирту несвойственный ему фруктовый или цветочный запах. Метили этиламина, меркаптаны, диоксид серы, сернистый водород вызывают неприятный вкус и запах, например, триметиламин обладает отвратительным запахом воровани и рыбьего жира.

Характерный жгучий вкус спирту придают терпены и терпен-гидраты. Некоторые примеси, не определяемые прямыми аналитическими методами, могут влиять на время окисляемости спирта и пробу с серной кислотой. Ничтожное содержание акролеина и кротонового альдегида приводит к резкому ухудшению пробы спирта на окисляемость, а

присутствие 0,0005 % их в ректифицированном спирте делает его нестандартным по пробе с серной кислотой. Аналогичное действие проявляет и диацетил. Серосодержащие соединения значительно ухудшают пробу на окисляемость.

Цель процесса очистки спирта - освободить его от большинства сопутствующих примесей и получить спирт стандартной концентрации. Одновременно отбираемые примеси должны быть максимально сконцентрированы и освобождены от этилового спирта. В этом случае потери спирта с побочными продуктами будут минимальными.

При очистке спирта от сопутствующих летучих примесей приходится подвергать разделению многокомпонентную смесь, для чего применяют несколько последовательно работающих ректификационных колонн, каждая из которых разделяет поступающую в нее смесь на дистиллят, состоящий из одного или нескольких легколетучих компонентов, и остаток - из одного или нескольких труднолетучих компонентов.

Для оценки летучести примесей по сравнению с летучестью этилового спирта введено понятие коэффициент ректификации примесей

Коэффициент ректификации показывает, на сколько увеличивается или уменьшается содержание в паре примеси по отношению к этанолу в сравнении с жидкостью. Он позволяет в наглядной форме представить поведение примеси в процессе ректификации.

Коэффициенты испарения и ректификации примесей зависят от концентрации этанола в водном растворе, из которого выделяются примеси. Так как в спирте-сырце содержание примесей невелико (обычно в сумме не превышает 0,5 % от количества этанола), допускают, что летучесть отдельных примесей не зависит от наличия в растворе других примесей.

Все известные примеси по летучести можно сгруппировать в четыре вида: головные, хвостовые, промежуточные и концевые.

К головным примесям относят те, которые обладают большей летучестью, т. е. большим коэффициентом испарения, чем этиловый спирт, при всех концентрациях его в растворе. Для них всегда $A > 1$. При введении в полную ректификационную колонну водно-спиртовой жидкости в смеси с головными примесями последние легко извлекаются из смеси в отгонной части колонны и концентрируются в концентрационной части как ЛЛК. Спирто-водная смесь в данном случае выступает в роли ТЛК. Основные представители головных примесей - уксусный и масляный альдегиды, акролеин, муравьиноэтиловый, уксуснометиловый, уксусноэтиловый и диэтиловый эфиры и др.

Летучесть хвостовых примесей всегда меньше летучести спирта ($K < 1$), поэтому хвостовые примеси в смеси со спирто-водной жидкостью могут рассматриваться как ТЛК. Они будут уходить в остаток. Типичными хвостовыми примесями являются, например, уксусная кислота и фурфурол.

Промежуточные примеси обладают двойными свойствами: при высоких концентрациях этанола они имеют характер хвостовых примесей ($K < 1$), при низких, напротив, - характер головных примесей ($K > 1$). При определенной концентрации этанола в водно-спиртовых растворах летучесть промежуточных примесей равна летучести этанола ($K = 1$). В связи с этим промежуточные примеси в полной ректификационной колонне, где концентрация спирта изменяется от нуля до азеотропной точки, будут накапливаться в ее средней части, где $K = 1$, так как ниже этой зоны промежуточные примеси ведут себя как головные и стремятся двигаться вверх по колонне; выше они ведут себя как хвостовые и оттесняются вниз более летучим компонентом — этиловым спиртом. Промежуточные примеси отбирают обычно из зоны максимального их накопления и, как правило, в средней части полной ректификационной колонны.

Основные представители промежуточных примесей - изоамиловый, изобутиловый, пропиловый спирты, изовалерианоизоамиловый, уксусноизоамиловый, изовалерианоэтиловый эфиры. Для каждой промежуточной примеси есть своя зона

максимального накопления, где K для нее равен 1. Промежуточные примеси, имеющие коэффициент ректификации $K = 1$ при концентрации этанола >70 об. %, условно именуют верхними, при меньшей концентрации - нижними промежуточными примесями. К числу верхних

Для концевых примесей, как и для промежуточных, характерна летучесть в локальных условиях, однако в противоположность им концевые примеси имеют коэффициент ректификации $K > 1$ при высоких концентрациях спирта и $A < 1$ при низких концентрациях. В связи с этим концевая примесь не накапливается в середине колонны, а в зависимости от концентрации этанола идет или вверх по колонне (как головная примесь), или вниз (как хвостовая). Характерная концевая примесь.

Летучая часть бражки обусловлена пятью основными компонентами или группами компонентов: этиловым спиртом С, головными примесями Г, промежуточными примесями Я, концевыми примесями К и хвостовыми Х. Концевые и промежуточные примеси в локальных условиях могут быть отнесены к головным или хвостовым примесям, поэтому рассматриваемую смесь можно привести к трехкомпонентной - С, Х.

В практике ректификации применяют схемы, построенные как по, так и по II варианту, однако преимущественное распространение получил вариант. Это объясняется тем, что коэффициенты ректификации почти всех головных примесей выше при низкой концентрации спирта, в связи с чем выделить их из низкоконцентрированного спирта легче - при меньшем числе тарелок в колонне и меньшем расходе пара. В данном случае в колонне А выделяются головные примеси; этот процесс называется эспирацией, а колонна - эспирационной. Спирт- сырец, освобожденный от головных примесей, получил название

Наличие промежуточных и концевых примесей усложняет процесс очистки спирта. Чтобы освободить спирт от промежуточных примесей, необходимо обеспечить их предварительное концентрирование. Это можно осуществить только в средней части колонны, по высоте которой концентрация спирта изменяется в пределах, охватывающих зону максимального накопления промежуточной примеси. Наилучшими условиями концентрирования всех промежуточных примесей будут такие, при которых концентрация спирта по высоте колонны будет изменяться от нуля до азеотропной точки. Исходя из этого, выделить промежуточные примеси, очевидно, можно только в колонне Б I варианта схемы или в колонне А II варианта схемы, как показано на рис. 95, б. Эти колонны именуются спиртовыми.

Концевые примеси при средних концентрациях спирта имеют коэффициенты испарения, близкие к спирту, поэтому в колонне А в схеме I и II вариантов они будут в значительной мере сопутствовать этиловому спирту. Попадая в колонну Б I варианта

схемы, концевые примеси пойдут вверх вместе с этиловым спиртом. Движение их вниз по колонне Б возможно, но в небольших количествах, так как коэффициенты испарения их при низких концентрациях спирта остаются больше 1, но меньше, чем у этанола. Часть концевых примесей уйдет с головными примесями в колонне А.

Для получения этанола, свободного от концевых примесей, по I варианту схемы необходимо установить дополнительную колонну. Для очистки спирта по варианту II не требуется монтажа дополнительной колонны, так как в колонну Б вводится концентрированный спирт (освобожденный от воды); при этих условиях концевые примеси имеют коэффициент ректификации $K > 1$ и будут уходить вместе с головными примесями. Колонна В получила название колонны окончательной очистки.

Содержание концевых примесей в спирте-сырце обычно невелико, в связи с чем в практике ректификации спирта вместо колонны окончательной очистки часто применяют «пастеризацию спирта». Суть ее заключается в следующем. В зоне высокой концентрации спирта концевые примеси имеют большую летучесть, чем этиловый спирт, поэтому содержание их в жидкой фазе всегда меньше, чем в паровой, поступающей на данную тарелку. В связи с этим спирт (пастеризованный) отбирают из жидкой фазы с 4... 10-й

тарелки (считая сверху) спиртовой колонны. На верхних тарелках, в дефлегматоре и конденсаторе происходит незначительное концентрирование примесей. При пастеризации (отборе спирта из жидкой фазы) необходимо из верхней части колонны (практически из конденсатора) отбирать небольшое количество продукта (непастеризованного спирта), обогащенного концевыми примесями. В результате пастеризации спирт освобождается и от остатка головных примесей, которые по той или иной причине не полностью выделились в эспурационной колонне А. Очистка спирта от примесей пастеризацией тем эффективнее, чем выше коэффициент испарения примеси при концентрации пастеризованного спирта и чем больше флегмовое число (орошение). Несомненно, что пастеризация будет эффективна только при небольшом содержании примеси. Если же концентрация примеси высока, необходимо установить колонну окончательной очистки, в которой, по существу, происходит повторная эспурация спирта, но при высокой его концентрации.

Верхний продукт из колонны содержит целевой продукт - этанол, загрязненный концевыми и головными примесями. Он может быть использован как товарный (например, технический спирт) или направлен на повторную очистку. Фракция, отбираемая из средней части колонны не является чистым промежуточным продуктом, однако концентрация его значительно больше, чем в промежуточной фракции, отбираемой из колонны Б. В связи с тем что, промежуточные примеси составляют основу сивушного масла, колонна Д для выделения (концентрирования) этих примесей получила название сивушной.

По составу спирто-водный пар, выходящий из бражной колонны, и бражный дистиллят отличаются от спирта-сырца только по концентрации. Если в спирте-сырце концентрация спирта не менее 88 об. %, то в спирто-водном паре и бражном дистилляте - 35...55 об. %. Состав и концентрация примесей спирта в основном такие же.

В зависимости от способа включения бражной колонны в схему различают брагоректификационные установки прямого, непрямого (косвенного) и полупрямого действия.

Принципиальная особенность установок прямого действия заключается в питании спиртовой колонны спирто-водным паром, выходящим непосредственно из бражной колонны. В установках прямого действия теплота греющего пара используется двукратно. Свежий греющий пар вводится только в нижнюю часть бражной колонны А, а эспурационная колонна Б и спиртовая В обогреваются спирто-водным паром, выходящим из верхней части бражной колонны. В бражную колонну подают бражку, освобожденную от головных примесей (эспурированную), и флегму, поступающую из спиртовой колонны. Таким образом, в бражной колонне происходит совместное извлечение спирта из бражки и флегмы. Концентрация сухих веществ в барде при этом понижается за счет разбавления ее лютерной водой, получающейся после извлечения спирта из флегмы.

Принципиальная особенность установок непрямого (косвенного) предварительное извлечение из бражки спирта и сопутствующих ему примесей, в результате чего получается спирт-сырец (бражный дистиллят), который в жидком виде направляется в эспурационную колонну, а затем в спиртовую для очистки. Спирто-водный пар, выходящий из бражной колонны, поступает в конденсатор Ж. В эспурационную колонну Б подают спирто-водный (бражный) дистиллят, поступающий из конденсатора Ж.

Спирто-водный дистиллят в колонне Б очищается от головных примесей под действием свежего пара, вводимого в нижнюю часть колонны. Поступающий в колонну В жидкий эспурат освобождается от хвостовых и промежуточных примесей также в результате ввода свежего греющего пара.

Следует отметить, что в установках косвенного действия колонны связаны между собой только жидкостными потоками, в то время как в установках прямого действия - жидкостными и паровыми потоками.

На отечественных спиртовых заводах за типовые приняты брагоректификационные установки косвенного и полупрямого действия, именуемые авторами косвенно-прямоточными. Установки косвенного действия стабильны в работе, легки в управлении и регулировке, на них получают спирт высокого качества. Косвенно-прямоточные установки более сложны в эксплуатации, но примерно на 20 % потребляют меньше феющего пара и охлаждающей воды.

Наибольшее распространение получили трехколонные установки. Машиностроительные заводы поставляют также четырех- колонные установки (с дополнительной колонной окончательной очистки) производительностью 1000, 1500 и 2000 дал/сут спирта и пятиколонные (с двумя дополнительными колоннами - окончательной очистки и сивушной) производительностью 3000 и 6000 дал/сут. На крупных заводах в качестве дополнительной (4, 5 или 6-й) применяют колонны для выделения спирта из головной фракции (разгонную колонну).

В этой установке бражная колонна имеет 23...28 одноколпачковых тарелок двойного кипячения с межтарелочным расстоянием 280 мм либо 24...28 ситчатых тарелок с межтарелочным расстоянием 500...550 мм. Ситчатыми тарелками оснащены бражные колонны установок производительностью 3000 дал/сут и более.

В эспирационной колонне независимо от производительности обычно размещают 39...41 многоколпачковую или клапанную тарелку с межтарелочным расстоянием 170 мм. Питание вводят на 20; 27- или 36-ю тарелку, считая снизу. В спиртовой колонне должно быть 71...74 тарелки того же типа, что и в эспирационной. Ввод питания предусмотрен на 16-ю тарелку снизу колонны.

Колонны обогревают открытым или закрытым паром. К каждой из них подключены теплообменники для конденсации пара, выходящего из колонн. Спиртоводный пар из бражной колонны проходит пеноловушку (иногда ее встраивают внутрь колонны) и конденсируется частично в подогревателе бражки. Остальная часть пара конденсируется в основном и дополнительном конденсаторах, отдавая теплоту конденсации охлаждающей воде. Бражный дистиллят из подогревателя бражки и конденсаторов направляют на питание эспирационной колонны.

Бражка, поступающая в установку, нагревается в подогревателе, затем в сепараторе диоксида углерода освобождается от него и других неконденсирующихся газов, после чего вводится в бражную колонну. Вместе с неконденсирующимися газами уносится некоторое количество паров спирта, который улавливается в конденсаторе сепаратора диоксида углерода. Конденсат направляется в верхнюю часть эспирационной колонны. В нижней части к бражной колонне подключен бардоотводчик или гидравлический затвор с пробным холодильником.

Пар, выходящий из эспирационной колонны, конденсируется в основном в дефлегматоре и только небольшая часть - в конденсаторе в результате отвода теплоты охлаждающей водой. Часть пара, конденсирующаяся в конденсаторе, имеет максимальную концентрацию головных и концевых примесей и называется головной фракцией (fФ).

Освобожденный от головных и частично концевых примесей бражный дистиллят - эспират подается на питание спиртовой колонны, оснащенной дефлегматором и конденсатором. Основная масса пара, выходящего из спиртовой колонны, конденсируется в дефлегматоре и в виде флегмы поступает на орошение колонны. Небольшая часть пара направляется в конденсатор, где после конденсации образуется так называемый непастеризованный спирт, который устремляется в верхнюю часть эспирационной колонны. С ним отводятся головные и концевые примеси, выделенные и сконцентрированные в пастеризационной части (выше места отбора ректификованного спирта) спиртовой колонны. Пар конденсируется за счет отвода теплоты охлаждающей водой.

Ректификованный (пастеризованный) спирт, отбираемый с 3...10 тарелки, считая сверху спиртовой колонны, проходит холодильник, контрольный снаряд и поступает в спиртоприемное отделение.

Промежуточные примеси выводятся из спиртовой колонны в виде двух продуктов - сивушной парообразной фракции (с 5, 7, 9 или 11-й тарелки) и сивушного спирта (с 17...20-й и 25-й тарелок, считая снизу колонны). С сивушной фракцией в основном выводятся нижние промежуточные примеси - изоамиловый, изобутиловый и частично пропиловый спирты, с сивушным спиртом - верхние (эфиры и частично пропиловый спирт).

После конденсации, охлаждения и экстрагирования из сивушной фракции этанола получают сивушное масло, являющееся товарным побочным продуктом. Сивушный спирт охлаждается и также удаляется из установки в виде побочного продукта. Лютерная вода спускается из колонны через гидравлический затвор. Для более полного улавливания паров спирта из неконденсирующихся газов воздушники всех конденсаторов соединены со спиртоловушками.

Каждая колонна снабжена верхним и нижним вакуум-прерывателями, регуляторами подачи пара и воды. Регуляторы также монтируют на линиях подачи бражки и отвода ректификованного спирта. Для размещения термометров предусмотрены гильзы: на линии подачи нагретой бражки перед вводом в колонну, над верхней тарелкой и в кубе каждой колонны, а также на 8-й и 16-й (питающей) тарелках спиртовой колонны. Предусмотрены термометры для замера температуры воды, отходящей из основного конденсатора бражной колонны, дефлегматоров эспирационной и ректификационной колонн.

Для непрерывного контроля за работой установок на линии подачи бражки, отбора головной фракции, непастеризованного, сивушного и ректификованного спиртов, а также сивушной фракции применяют расходомерные устройства, обычно ротаметры.

Брагоректификационные установки монтируют в отдельном изолированном помещении. Все оборудование размещают на четырех этажах. На отметке 4,8...6 м должно быть рабочее место аппаратчика, где сосредоточены все контрольно-измерительные

приборы и средства регулирования и управления, там же стоит щит КИПиА. На отметке 16... 18 м (для установок большой мощности - 24 м) помещают подогреватели бражки, дефлегматоры, конденсаторы, сепаратор диоксида углерода и спиртоловушки.

2. Потери спирта на ректификационных установках

Общие потери спирта в процессе ректификации складываются из потерь с бардой, лютерной водой, с отходящими из аппаратов неконденсирующимися газами, а также вследствие утечки через неплотности в оборудовании, трубопроводах и арматуре.

Допустимые потери спирта нормированы в зависимости от производительности установок, времени года и составляют в брагоректификационных установках 0,8... 1,2 % ; в ректификационных - около 0,6; в сырцовых 0,2 %. На количество потерь влияют конструкция ректификационной установки, число колонн в ней, режим работы, температура охлаждающей воды, качество исходного сырья и степень очистки спирта. Потери зависят также от правильности эксплуатации установки и опытности аппаратчика. Чтобы снизить потери спирта, в первую очередь необходимо стремиться к стабилизации подачи бражки или спирта-сырца, подачи пара и воды.

Особенно большие потери спирта могут быть при остановках из-за перебоев в подаче греющего пара или охлаждающей воды. При внезапном прекращении поступления воды спиртовой пар выбрасывается в значительных количествах через воздушники; при прекращении подачи пара спирт теряется с бардой и лютером. За одну остановку из-за отсутствия пара может теряться до 0,1 % суточной выработки, а при отсутствии воды - до 0,5 %.

Нормы потерь спирта на непрерывнодействующих ректификационных установках и брагоректификационных установках, утвержденные «пищепромом СССР 13.12.1978 г. ситчатых, решетчатых или чешуйчатых тарелках в бражных колоннах (до 0,2 %).

Некоторая потеря спирта с бардой и лютерной водой неизбежна. Согласно технологической инструкции допускается наличие спирта в барде не более 0,015 об. %, что соответствует его потере около 0,2 % общего количества спирта, поступающего с бражкой. Эти потери могут быть уменьшены до 0,1 % (при содержании спирта в барде около 0,007 об. %). На основании технико-экономических расчетов установлено, что для работы ректификационных установок в оптимальном режиме необходимо, чтобы спирта в лютерной воде было около 0,04 об. %, однако по технологической инструкции это не допускается. Как увеличение, так и уменьшение содержания спирта по сравнению с указанным экономически невыгодно: первое приводит к необоснованно высоким потерям спирта, второе - к дополнительным затратам пара, стоимость которого выше стоимости извлекаемого при этом спирта.

Потери спирта с неконденсирующимися газами при брагоректификации обычно не превышают 0,11 % количества спирта, введенного с бражкой. С целью снижения потерь необходимо стремиться подводить к спиртоловушкам возможно более холодную воду, имеющуюся в распоряжении завода. Объем газа, выделяемого при брагоректификации, около 0,11 м³ на 1 дал спирта, а содержание спирта в газе в зависимости от температуры составляет 20...70 г/м³.

Потери спирта через неплотности в трехколонной брагоректификационной установке косвенного действия при удовлетворительном ее состоянии могут составить 0,08 % от вводимого в нее спирта. На каждую дополнительную колонну потери возрастают на 0,015 %. Потери через арматуру и трубопроводы независимо от производительности установки 1 дал/сут.

Для снижения потерь спирта рекомендуется выполнять коммуникации с минимальным количеством фланцевых соединений, прокладки в них ставить на масляных красках, в качестве сальниковой набивки в арматуре применять фторопластовый уплотнительный материал или использовать бессальниковую арматуру.

3. Получение абсолютного спирта

Абсолютный спирт вырабатывают в небольших количествах для промышленности органического синтеза и для лабораторных работ. Абсолютный спирт образует устойчивые смеси с бензином, и в ряде стран его используют как добавку к моторному топливу.

Спирт можно абсолютировать связыванием воды твердыми или жидкими материалами (например, негашеной известью, глицерином) и ректификацией под вакуумом или в присутствии солей, при этом азеотропная точка смещается в сторону большего содержания спирта. Эти способы получили некоторое распространение в лабораторной практике.

В промышленности для абсолютирования обычно пользуются методом тройных нераздельно кипящих (азеотропных) смесей. Суть его заключается в следующем. К ректификованному спирту прибавляют бензол. Тройная смесь этанол - вода - бензол образует азеотропную смесь, состоящую из 19,5 мас. % этанола, 7,4 мас. % воды и 74,1 мас. % бензола и кипящую при температуре 64,85 °С. Азеотропная смесь ведет себя в колонне как ЛЛК, при охлаждении она разделяется на два слоя: верхний, состоящий в основном из бензола, и нижний - из смеси этанола и воды. При температуре 15 °С в верхнем слое содержится (мас. %): бензола 85, этилового спирта 13,3 и воды 1,7; в нижнем - спирта 49,7, воды 41,3 и бензола 9.

Абсолютный спирт может быть получен как из ректификованного спирта, так и непосредственно из бражки. В обоих случаях ректификованный спирт и бензол вводят в дегидратационную колонну, в которой отгоняется тройная азеотропная смесь, содержащая

большее количество воды, чем исходная жидкость. Обезвоженный спирт отводят снизу колонны. Дегидратационная колонна имеет 60...65 многоколпачковых тарелок, в том числе 10 в концентрационной части, и закрытый обогрев.

Азеотропная смесь после охлаждения поступает в декантатор, где расслаивается: верхний слой возвращается в дегидратационную колонну, а нижний поступает в спиртовую колонну. Здесь спирт концентрируется и вместе с бензолом возвращается в дегидратационную колонну, а вода отводится из нижней части. Спиртовая колонна также имеет 60...65 многоколпачковых тарелок, в том числе 40...43 в концентрационной части. В установке постоянно циркулирует определенное количество бензола, который выполняет функцию переносчика воды из дегидратационной колонны в декантатор.

При получении абсолютного спирта непосредственно из бражки установку для абсолютирования связывают в единую систему с брагоректификационной установкой, в которой получают ректификованный спирт и без охлаждения сразу же вводят в дегидратационную колонну.

На выработку 1 дал абсолютного спирта расходуется 15...20 кг пара, около 0,25 м³ воды и 0,01 кг бензола. Потери последнего компенсируются периодическим добавлением его в дегидратационную колонну. Предельно допустимые потери спирта при абсолютировании составляют 1 % исходного ректификованного спирта.

1.8 Лекция №8 (2 часа)

Тема «Выход спирта, его учет и хранение»

1.8.1 Вопросы лекции:

1.8.1 Выход спирта

1.8.2 Учет и хранение спирта

1.8.2 Краткое содержание вопросов:

1 Выход спирта

Выход спирта - это количество его в декалитрах, получаемое из 1 т сбраживаемых углеводов сырья (крахмала, сахара) в пересчете на крахмал.

Коэффициент для пересчета сахарозы в условный крахмал $324,2 : 342,2 \cdot 0,95$.

Потери сбраживаемых углеводов и спирта. В производстве учитывают сумму механических и технологических потерь. Механические потери вызваны неисправностью оборудования или недосмотром обслуживающего персонала и могут быть на всех стадиях производства. Механические потери - это рассыпание при перевозках зерна и картофеля, утечка полупродуктов и спирта через неплотности во фланцевых соединениях трубопроводов, через сальники насосов и запорную арматуру, потери полупродуктов при мойке технологического оборудования, испарение спирта через фланцы колонн, дефлегматоров, конденсаторов, холодильников и т. п.

Меры устранения механических потерь вполне понятны и не нуждаются в пояснении.

Технологические потери обусловлены самой сущностью процессов спиртового производства, имеют скрытый характер и могут быть выявлены только при постадийном химико-технологическом контроле и учете производства.

Подготовка сырья к брожению. Потери при мойке картофеля вследствие повреждения и проскакивания мелких клубней через решетку принимают не более 0,1 %. Потери крахмала при измельчении зерна не должны превышать 0,3 % от содержания его в сырье.

Потери сбраживаемых углеводов в процессе разваривания крахмалсодержащего сырья в связи со сложностью их учета принимают равными 3,5...4,0 %.

При подготовке мелассы к брожению потерь не должно быть.

Солодоращение. Потери сбраживаемых углеводов на этой стадии не должны превышать 16 % от количества крахмала солодового зерна, или 1,0... 1,4 % от всего крахмала, введенного в производство.

Потери при производстве культур плесневых грибов. При поверхностном и глубинном культивировании плесневых грибов нормативные потери углеводов составляют 85 %.

Культуральная жидкость ферментного препарата Глюкаваморина Гх-466 содержит 40 кг крахмала в 1 м³. Это количество крахмала следует учитывать при расчете крахмала, введенного в производство.

Брожение. Потери на данной стадии складываются из трат сбраживаемых углеводов на образование биомассы дрожжей и вторичных продуктов брожения, нарастание кислотности бражки и углеводов, оставшихся несброженными и затраченных на образование спирта, уносимого из бражки диоксидом углерода.

При переработке в спирт крахмалсодержащего сырья траты сбраживаемых углеводов на синтез биомассы дрожжей принимают 1,5 %, на образование глицерина 2,5, а всего 4 %; при переработке мелассы - на синтез биомассы 1,8...4,0 %, на образование вторичных продуктов 3,8...5,8, всего 5,5...9,8 %.

Количество несброженных углеводов - интегральный показатель работы спиртового завода, так как отражает правильность не только процесса брожения, но и всех предшествующих ему стадий технологии. ВНИИПрБ на основании разработанного им антроново-колориметрического метода определения сбраживаемых углеводов в бражке предложил следующую оценку работы заводов по этому показателю (г/100 мл) : 0,25 и менее - отличная; 0,25...0,35 - хорошая; 0,35.. .0,45 - удовлетворительная;

более 0,45 - неудовлетворительная. Определение видимой плотности зрелой бражки используют лишь в целях ориентировочного оперативного контроля процесса брожения.

По данным ВНИИППД, содержание несброженного сахара в зрелой бражке, определенное резорциново-колориметрическим методом, не должно быть более 0,30 г на 100 мл. Потери сбраживаемых Сахаров вследствие недоброда не должны превышать 2,0 % по отношению к введенному в производство сахару.

Нарастание кислотности в процессе сбраживания зерно-картофельного сусла не должно быть более 0,2. При большем нарастании количество потерь сбраживаемых углеводов.

Повышенная кислотность зрелой бражки свидетельствует об инфицированности.

Потери спирта с газами брожения принимают равными 0,8 %. При наличии герметически закрытых бродильных аппаратов и спиртоловушек потери не должны превышать 0,2 %.

Потери спирта при выделении его из бражки и очистке были рассмотрены ранее.

Неопределяемые потери сбраживаемых углеводов при переработке зерно-картофельного сырья представлены главным образом сахаром, разложившимся при разваривании; при переработке мелассы - сахаром, разложившимся при стерилизации и затраченным на образование спирта, увлеченного воздухом в дрожжегенераторах. Неопределяемые потери на меласно-спиртовых заводах составляют 0,5...0,6 %, а на зерно-картофельных - 0,3 и принимаемых на разваривание - до 4,0 %.

Установленные нормы выхода спирта из 1 т крахмала в зависимости от вида сырья приведены.

Приведенные нормы выхода спирта распространяются на периодический и непрерывный способы производства спирта из мелассы и на любой из зерно-

картофельного сырья с учетом надбавок на герметическое закрытие бродильных аппаратов и установку спиртоловушек.

При внедрении технологических усовершенствований утверждены следующие надбавки к нормам выхода спирта (дал на 1 т крахмала):

удлинение срока брожения до 72 ч - 0,8, в том числе за каждые 6 ч сверх 48 ч - 0,2;

применение непрерывно-проточного или циклического способа брожения при сроке 60 ч (приравнивается к 72 ч периодического брожения) - 0,8;

осахаривание с вакуум-охлаждением - 0,1; полная замена солода поверхностной культурой плесневых грибов - 0,3, частичная замена - 0,2;

полная замена солода глубинной культурой - 0,7, частичная замена - 0,2.

Для установок, производительность которых отличается от указанной в табл. 36, но не превышает 6000 дал/сут, норма потерь определяется интерполированием значений, соответствующих двум ближайшим значениям по производительности. При этом полученное значение округляется до второго знака после запятой.

Практический выход спирта. Практический выход спирта меньше теоретического, так как часть сбраживаемых углеводов и образующегося при брожении спирта теряется. Практический выход спирта колеблется от 81,5 до 93 % от теоретического. Чем совершеннее технология и оборудование спиртового производства, тем меньше потери сбраживаемых углеводов и спирта и, следовательно, больше практический выход приближается к теоретическому.

Практический выход находят на основании следующих данных производственного учета: масса переработанного сырья; содержание в нем сбраживаемых веществ; содержание безводного спирта в зрелой бражке; объем, температура и относительная плотность полупродуктов; количество полученного безводного спирта. Если в результате переработки G (т) сырья, содержащего I (%) сбраживаемых веществ, получено Q (дал) безводного спирта, то практический выход спирта из 1 т условного крахмала (дал)

Потери спирта с газами брожения принимают равными 0,16 % от количества полученного безводного спирта.

На образование биомассы дрожжей и вторичных продуктов спиртового брожения, за исключением глицерина, расходуется сахара.

2. Учет и хранение спирта

Количество выработанного спирта учитывают в декалитрах, приведенных к температуре 20 °С, в пересчете на безводный спирт. Объем спирта измеряют с помощью контрольных приборов, а также конических и цилиндрических мерников. Контрольные приборы предназначены только для оперативного учета спирта, полученного на брагоректификационной установке за определенный промежуток времени. Прибором определяют объем прошедшего через него ректификованного спирта и одновременно его крепость и объем безводного спирта. Показания контрольного прибора верны при температуре спирта 20 °С. В зависимости от температуры спирта отклонения от истинного количества безводного спирта могут достигать 1 %.

Ректификованный спирт, головная фракция этилового спирта и сивушное масло поступают в спиртоприемное отделение, оборудованное спиртоприемниками прямоугольной или цилиндрической формы и коническими и цилиндрическими мерниками. Спиртоприемники рассчитаны на хранение одно-двухсуточной выработки спирта. Из них спирт подают в мерники, а затем в спиртохранилище закрытого типа или в цистерны, расположенные на открытом воздухе.

Мерники спирта имеют первый класс точности и допускают погрешность между действительной и истинной вместимостью не более $\pm 0,2$ %. Конические мерники, изготавливаемые вместимостью 250... 1000 дал, служат для измерения больших количеств спирта, цилиндрический мерник - для измерения объемов спирта до 75 дал.

Спиртоприемное отделение оборудуют двумя коническими и одним цилиндрическим мерником для учета спирта. Такими же мерниками учитывают и головную фракцию. Зная объем спирта при 20 °С и крепость при той же температуре, вычисляют количество безводного спирта в данном объеме. Если температура спирта отличается от 20 °С, то находят объем его при фактической температуре, а затем определяют истинную крепость спирта. По истинной крепости спирта и его температуре, пользуясь специальной таблицей, находят множитель, на который необходимо умножить объем спирта при фактической температуре для определения объема содержащегося в нем безводного спирта, приведенного к температуре 20 °С.

Хранят спирт в металлических резервуарах вместимостью 100...4000 м³. Спиртохранилище рассчитывают на 15...20-суточный запас спирта. Для оперативной передачи его из одного резервуара в другой во время ревизии склада и на случай ремонта одной из них устанавливают не менее двух цистерн.

Резервуары закрытого типа снабжены молниеотводами, устанавливаемыми на крыше здания, резервуары открытого типа — молниеотводами и заземлителями.

При хранении и перекачке спирта возникают потери, количество которых зависит от времени года, дальности перевозки, вида и объема тары, числа перекачек.

Причина потерь спирта при хранении — «дыхание» резервуаров, вызываемое изменением температуры наружного воздуха, вследствие чего происходит движение газов через дыхательный клапан. Для уменьшения потерь спирта в закрытом складе поддерживают постоянную температуру, резервуары на открытом воздухе покрывают белой краской, а летом орошают холодной водой. Резервуары должны иметь минимальный незаполненный объем.

2. МЕТОДИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ ПО ВЫПОЛНЕНИЮ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

2.1 Лабораторная работа №1 (2 часа)

Тема: «Методика определения качества зерна, используемого в производстве спирта»

2.1.1 Цель работы: изучить методику определения качества зерна, используемого в производстве спирта

2.1.2 Задание: освоить методику и определить качество зерна, используемого в производстве спирта

2.1.3 Перечень приборов, материалов, используемых в лабораторной работе:

Образцы зерна, шпатели, совочки, разборные доски, аналитические весы.

2.1.4 Описание (ход) работы:

Нормально вызревшее зерно, не подвергшееся неблагоприятным воздействиям, имеет свойственные ему форму, размеры, состояние покровных тканей, окраску и т. п. Состояние зерна по этим признакам имеет общее название свежести.

Внешний вид (цвет и блеск) - признаки, изменяющиеся из-за неблагоприятных условий в период формирования и созревания (суховей, ранние заморозки, прорастание в колосе), поражения вредителями, активного развития фитопатогенных и сапрофитных микроорганизмов, неправильной обработки (сушки, очистки, обеззараживания).

Зерно с измененным цветом имеет химический состав, отличающийся от химического состава нормального зерна, а также деформированную структуру оболочек, что влияет на его технологические достоинства. Такое зерно в соответствии со

стандартами обычно относится к черновой, а иногда и к сорной примесям, содержание которых в стандартах нормируется.

Результаты исследований, проводимых ВНИИЗом, показали, что обесцвечивание зерна ухудшает его качество, а в сильных пшеницах по этой причине снижается их смесительная ценность - способность улучшать слабые пшеницы, кроме того, снижается выход муки, особенно высшего сорта, повышается ее зольность

Запах в зерне появляется в результате неблагоприятных воздействий на него. Запахи делятся на две группы сорбционного происхождения (запахи эфирных масел, приобретаемые во время обработки и хранения зерновых масс, при нарушении правил обращения) и разложения, возникающие в результате протекающих в зерне биологических процессов, образования продуктов распада органических веществ (типичные запахи этой группы — амбарный, солодовый, затхлый и гнилостный). Посторонние запахи в продовольственном зерне не допускаются, так как они сохраняются в продуктах его переработки (муке, крупе). Возможность использования зерна с посторонними запахами на выработку комбикормов решается ветеринарными органами.

Вкус зерна определяют, когда возникают сомнения при определении запахов (например, если зерно имеет солодовый или полынный запах).

Партии зерна и семян бобовых культур, зараженные вредителями и зерновками, считаются некондиционными. Ограничительными кондициями допускается зараженность их только клещами. Потери в массе и качестве зерна и продуктов его переработки очень велики. Они не только поедают зерно, но и загрязняют его, а в некоторых случаях делают непригодным для использования по прямому назначению. Наибольшую опасность как по ареалу распространения, так и по причиняемому ущербу представляют амбарный и рисовый долгоносики, малый мучной хрущак, притворяшки, зерновой точильщик, рыжий мукоед, амбарная (хлебная) моль, мельничная огневка, хлебные клещи.

Зараженность зерна вредителями в зависимости от значения показателя суммарной плотности заражения (количество экземпляров на 1 кг) характеризуют пятью степенями.

- I степень - до 1 экз. на кг
- II степень - св. I до 3 экз. на кг
- III степень - св. 3 до 15 экз. на кг
- IV степень - св. 15 до 90 экз. на кг
- V степень - св. 90 экз. на кг

Зараженность семян бобовых культур зерновками выражают в процентах к массе исследуемой навески (100 г - для гороха, чины, нута, люпина, вики;

200 г - для чечевицы, фасоли, кормовых бобов).

Влажность зерна как показатель качества имеет двойное значение: экономическое и технологическое. В основу расчетов за зерно при купле (продаже) его, а также для учета зерна в государственных ресурсах положены базисные нормы по влажности. За отклонения влажности от базисных кондиций применяются скидки или надбавки к физической массе в соотношении 1:1, кроме того взимается плата за сушку.

Чтобы зерновые массы сохранялись длительное время с минимальными потерями, они должны находиться в сухом состоянии, т.е. когда в них нет свободной влаги. Для переработки зерна также требуется определенная влажность, которая для злаковых и бобовых культур обычно находится в пределах 14-16%, а для масличных еще ниже. Если влажность выше установленных пределов, то зерно перед переработкой подлежит сушке.

Засоренность - количество примесей в зерне, выраженное в процентах к его массе. В основу классификации примесей в товарном зерне положен принцип: степень влияния данного вида примесей на выход и качество вырабатываемых продуктов, а в фуражном зерне - на кормовую ценность.

На основании этого зерновая масса делится на три части:

- основное зерно

- зерновая примесь

- сорная примесь.

Рассмотрим эти три части на примере зерна пшеницы.

Основное зерно - целые и поврежденные зерна пшеницы, по характеру повреждений не относящиеся к сорной или к зерновой примесям.

Зерновая примесь - зерна основной культуры, деформированные (проросшие, щуплые, давленные, раздутые при сушке), недозревшие, поврежденные самосогреванием, изъеденные и битые независимо от характера и размера повреждения, в количестве 50% от их массы (остальные 50 % относятся к основному зерну), зерна других культурных растений, по ценности приближающиеся к зерну основной культуры и используемые по целевому назначению. Поскольку проросшие зерна резко снижают качество клейковины в пшенице, содержание их в этой культуре, в зависимости от класса, строго регламентируется (1-5%).

Сорная примесь - органический и минеральный сор, семена всех дикорастущих растений, семена культурных растений, не отнесенные к зерновой примеси, испорченные зерна, вредная примесь. В числе минеральной примеси ограничивается одним процентом трудноотделимая примесь - галька. При переработке зерна и хлебопекарную муку, галька должна быть отделена, в случае невозможности полного отделения полученная мука будет нестандартно по хрусту; также регламентируется общее количество и состав вредной примеси, при общем допустимом количестве - 1%, спорыньи и головни допускается не более 0,05%. семян ядовитых сорных растений не более 0,3%, триходесма седая не допускается. В противном случае мука будет непригодной на пищевые цели.

Натура зерна - масса зерна в определенном объеме. В России и в ряде других стран, где введена метрическая система мер, натура характеризуется массой литра зерна в граммах или гектолитра в килограммах. Техника определения натуры зерна предельно проста и непродолжительна. Применяемый в России метод определения натуры аналогичен методам, принятым в Европе, США, Канаде и ряде других стран.

Научными исследованиями и опытом работы мукомольных предприятий подтверждено, что чем выше натура, тем более выполненное зерно (при прочих одинаковых показателях качества), т. е. оно содержит больше эндосперма и меньше оболочек, что в конечном счете определяет получение большего количества муки и меньшего количества отрубей.

Снижение натуры пшеницы против нормы по мельничным кондициям (775 г/л) на каждый грамм уменьшает количество получаемой продовольственной продукции (муки) на 0,05% за счет увеличения кормовой продукции - отрубей в таком же размере. Пшеницу с натурой ниже 690 г на сортовые помолы использовать нецелесообразно.

За рубежом натуре зерна также придается большое значение и нормы ее в стандартах поддерживаются на высоком уровне. Например, канадским стандартом для высшего класса пшеницы Западная яровая белозерная № 1 установлена минимальная норма по натуре 78,0 кг/гЛ и № 2 76,0 кг/гЛ. Пользующаяся мировой известностью швейцарская фирма "Бюллер", строящая мельницы с самой совершенной технологией, гарантирует получение 75% муки типа высшего сорта лишь при условии переработки пшеницы с натурой не менее 785 г/л.

Выравненность зерна - однородность партии по его крупности. Если в партии зерно в основном одинаковое по размерам, то ее считают выравненной. Выравненность зерна зависит от следующих факторов: посева откалиброванными семенами, энергии прорастания семян, одновременности и качества проведения всех агрономических мероприятий по уходу за посевами, однородности почвы данного поля (рельефа и других показателей). Основным из этих факторов является посев сортовыми семенами. В этом случае зерно выращенного урожая при прочих равных условиях будет более выравненным, чем при посеве рядовым зерном. Этому также способствует высокая

энергия прорастания семян, что обеспечивает дружное созревание и хорошую выравненность зерна.

При высокой агротехнике и хороших почвенно-климатических условиях зерно также бывает более выравненное. Но даже при соблюдении всех агротехнических правил зерно в партиях не может быть все одинаковых размеров. Это объясняется неодновременным его созреванием в колосе, метелке, кисти, так как цветки в соцветиях цветут не в одно время, особенно в соцветиях метелок овса, проса, риса и кисти гречихи.

Выравненное зерно легче очистить от примесей, так как проще подбирать сита и регулировать воздушный поток зерноочистительных машин. При очистке плохо выравненного зерна в нем остается больше примесей, в отходы попадает полезное зерно. При переработке выравненного зерна общий выход продукции и ее качества будет выше. Например, при шелушении на крупозаводах невыравненного зерна, более крупные зерна дробятся и попадают в отходы, что снижает выход продукции, а мелкие остаются в пленках, это ухудшает качество продукта.

Выравненность и содержание мелких зерен в ячмене, предназначенном для пивоварения, крупяного, мукомольного и спиртового производства, а также в зерне овса крупяного и бобовых культур, строго нормируются.

Содержание ядра и пленчатость. В тесной связи с показателями выполненности, крупности и выравненности находится соотношение между количеством цветочных пленок и остальной частью зерна (ядра). Общий выход крупы и ее отдельных сортов при переработке зерна пленчатых культур зависит прежде всего от процентного содержания чистого ядра и пленок. Поэтому в стандартах на зерно крупяных культур указывается минимально допустимое для кондиционного зерна содержание ядра: для овса не менее 63 %, для гречихи – 71 %, для проса и риса – 74 %.

2.2 Лабораторная работа №2(2 часа)

Тема: «Определение качества картофеля»

2.2.1 Цель работы: изучить показатели качества на картофель

2.2.2 Задание: ознакомление с основными органолептическими и физико-химическими показателями качества на картофель

2.2.3 Перечень приборов, материалов, используемых в лабораторной работе: лупы, штангенциркуль, весы лабораторные, образцы картофеля, разборные доски.

2.2.4 Описание (ход) работы:

Обязательная сертификация свежего картофеля проводится по схемам 2, 2а, 3, 3а, 5, 7, 9, 9а, 10, 10а. Схема 9 применяется для продукции фермерских хозяйств и свежего картофеля реализуемого через магазины потребительской кооперации, при этом декларация о соответствии представляется заготовительной организацией.

Идентификацию партий свежего картофеля по маркировке на соответствие ГОСТам (ГОСТ 51074 «Информация для потребителей. Общие требования») на свежий картофель проводят по следующим показателям: внешний вид, запах, вкус, размер, зрелость, механические повреждения и повреждения от вредителей и болезней, процент загнивших, зеленых или увядших клубней.

Показатели, подлежащие при обязательной сертификации свежего картофеля следующие: токсичные элементы – свинец, мышьяк, кадмий, ртуть, медь, цинк, нитраты, пестициды, микотоксины, радионуклиды.

Свежий продовольственный картофель (ранний и поздний) должен соответствовать требованиям, ГОСТ 7176-85. Картофель свежий продовольственный (таблица 1)

Клубнями удлиненной формы считают клубни, у которых отношение ширины (наибольшего поперечного диаметра) к длине (наибольшему диаметру) составляет 1: 1,5 и более; клубни с меньшим отношением ширины к длине считают округло-овальными.

В районах распространения фитофторы допускается при заготовках позднего картофеля не более 2 % клубней от партии, пораженных болезнью. В удостоверении о качестве указывается процент содержания клубней, больных фитофторой. Поставка такого картофеля допускается по согласованию с торгующими организациями для потребления в пределах республики. Не допускаются к приемке партии картофеля с посторонними запахами, вызванными условиями выращивания (от применения сточных вод и ядохимикатов), транспортирования и хранения.

Содержание остаточных количеств пестицидов не должно превышать нормативов, утвержденных министерством здравоохранения

Отобрать совком две точечные пробы картофеля (каждая не менее 3 кг), объединить их. Определить сорт картофеля по размерам клубней, вычислить процент клубней с наростами, пораженных болезнями, грызунами, позеленевшей площадью, механическими повреждениями и др. в соответствии с показателями качества.

По анализу объединенной пробы выявить является ли картофель стандартным или не стандартным и записать отклонения согласно ГОСТу.

2.3 Лабораторная работа №3 (2 часа)

Тема: «Исследование качественных показателей воды»

2.3.1 Цель работы: провести исследование органолептических и аналитических показателей водопроводной воды.

2.3.2 Задание: определить цвет, вкус, запах, привкус, мутность, общую жесткость и содержание сухого остатка в водопроводной воде.

2.3.3 Перечень приборов, материалов, используемых в лабораторной работе:
Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 20292-74 вместимостью: пипетки 10, 25, 50 и 100 мл без делений, бюретка 25 мл, колбы конические по ГОСТ 25336-82 вместимостью 250 мл, капельница по ГОСТ 25336-82, трилон Б (комплексон III, двунатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты) по ГОСТ 10652-73, аммоний хлористый по ГОСТ 3773-72, аммиак водный по ГОСТ 3760-79, 25 % - ный раствор, гидроксилламин солянокислый по ГОСТ 5456-79, кислота соляная по ГОСТ 3118-77, натрий сернистый (сульфид натрия) по ГОСТ 2053-77, натрий хлористый по ГОСТ 4233-77, спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962 - 67, цинк металлический гранулированный по ГОСТ 989-75. Магний сернокислый-фиксанал, хромогенчерный специальный ЕТ-00 (индикатор), хромтемно-синий кислотный (индикатор), шкаф сушильный с терморегулятором, баня водяная, посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770-74, вместимостью: колбы мерные 250 и 500 мл; пипетки без деления 25 мл; чашка фарфоровая выпарительная 50-100 мл, эксикаторы по ГОСТ 25336-82, натрий углекислый безводный по ГОСТ 83-79, вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72, натрий углекислый х.ч.

2.3.4 Описание (ход) работы:

1. Органолептические показатели. Вкус воды обуславливается присутствием в воде веществ природного происхождения или веществ, которые попадают в нее со стоками. Различают четыре основных вида вкуса: соленый, кислый, сладкий и горький. Все другие виды вкусовых ощущений называются привкусами, например, щелочной, металлический

и др. Вкус воды определяют в момент отбора пробы при температуре 20 °С. В рот набирают 10-15 мл воды и держат в течение 3-5 секунд, не проглатывая.

В воде определяют характер запаха и его интенсивность. Для этого в колбу вместимостью 250 мл с пришлифованной пробкой вносят 100 мл анализируемой воды при температуре 20 °С. Колбу закрывают пробкой, содержимое ее несколько раз перемешивают вращательными движениями, после чего колбу открывают и определяют характер и интенсивность запаха.

2. Определение мутности. Мутность воды определяют визуально путем сравнения проб анализируемой воды с чистой дистиллированной водой.

Определение проводят в цилиндрах из бесцветного одинакового стекла высотой 30-40 см и диаметром 3-4 см. В один из цилиндров наливают анализируемую, а в другой - чистую дистиллированную воду. Для получения сопоставимых результатов слой воды в цилиндрах должен быть одинаковой высоты.

Цилиндры ставят на белый лист бумаги, устанавливают боковое освещение (затемняют цилиндры каким-либо экраном черного цвета) и визуально сравнивают мутность слоев испытуемой и дистиллированной воды. Результаты выражают словами: вода прозрачная, едва заметная муть, слабая муть, значительная и весьма сильная.

3. Определение реакции воды. Анализ проводят в двух фарфоровых чашках. В одну наливают дистиллированную, а в другую - анализируемую воду. В обе чашки погружают полоски синей и красной лакмусовых бумажек, и выдерживают там, в течение 15-20 мин, затем вынимают и сравнивают их между собой. Если цвет синий, то это указывает на щелочность воды, а если красный - на кислотность. Реакция нормальных естественных вод должна быть слабощелочной на лакмус.

Дистиллированная вода, перегнанная дважды в стеклянном приборе, используется для разбавления проб воды.

4. Приготовление 0,05 Н раствора трилона Б. 9,31 г трилона Б растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1 л. Если раствор мутный, то его фильтруют. Раствор устойчив в течении нескольких месяцев.

5. Приготовление буферного раствора. 10 г хлористого аммония растворяют в дистиллированной воде, добавляют 50 мл 25 %- ного раствора аммиака и доводят до 500 мл дистиллированной водой. Во избежание потери аммиака раствор следует хранить в плотно закрытой склянке.

6. Приготовление индикаторов. 0,5 мл индикатора растворяют в 20 мл буферного раствора и доводят до 100 мл этиловым спиртом. Раствор индикатора хромтемного-синего может сохраняться длительное время без изменения. Раствор индикатора хромгенчерного устойчив в течении 10 суток. Допускается пользоваться сухим индикатором. Для этого 0,25 г индикатора смешивают с 50 г сухого хлористого натрия, предварительно тщательно растертого в ступке.

7. Приготовление раствора сернистого натрия. 5 г сернистого натрия растворяют в 100 мл дистиллированной воды. Раствор хранят в склянке с резиновой пробкой.

8. Приготовление раствора солянокислого гидроксиламина. 1 г солянокислого гидроксиламина растворяют в дистиллированной воде и доводят до 100 мл.

9. Приготовление 0,1 Н раствора хлористого цинка. Точную навеску гранулированного цинка (3,269 г) растворяют в 30 мл соляной кислоты, разбавленной 1:1. Получают точный 0,1 Н раствор. Разведением этого раствора вдвое получают 0,05 Н раствор. Если навеска неточная (больше или меньше, чем 3,269), то рассчитывают количество миллилитров исходного раствора цинка для приготовления точного 0,05 Н раствора, который должен содержать 1,6345 г цинка в 1 л.

10. Приготовление 0,05 Н раствора сернокислого магния. Раствор готовят из фиксанала, прилагаемого к набору реактивов для определения жесткости и рассчитанного

на приготовление 1 л 0,01 Н раствора. Для получения 0,05 Н раствора содержимое ампулы растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора в мерной колбе до 200 мл.

11. Установка поправочного коэффициента к нормальности раствора трилона Б. В коническую колбу вносят 10 мл 0,05 Н раствора хлористого цинка или 10 мл 0,05 Н раствора сернокислого магния и разбавляют дистиллированной водой до 100 мл, прибавляют 5 мл буферного раствора, 5 – 7 капель индикатора и титруют при сильном взбалтывании раствором трилона Б до изменения окраски в эквивалентной точке. Окраска должна быть синей с фиолетовым оттенком при прибавлении индикатора хромтемно-синего и синего с зеленоватым оттенком при прибавлении индикатора хромоген-черный.

Титрование следует проводить на фоне контрольной пробы, которой может быть слегка перетитрованная проба.

В коническую колбу вносят 100 мл отфильтрованной испытуемой воды или меньший объем, разбавленный до 100 мл дистиллированной водой. При этом суммарное содержание ионов кальция и магния во взятом объеме воды не должно превышать 0,5 мг*экв. Затем прибавляют 5 мл буферного раствора, 5 – 7 капель индикатора или приблизительно 0,1 г сухой смеси индикатора хромоген – черного с сухим хлористым натрием и сразу же титруют при сильном взбалтывании 0,05 Н раствором трилона Б до изменения окраски в эквивалентной точке (окраска должна быть синей с зеленоватым оттенком).

Если на титрование было израсходовано больше 10 мл 0,05 Н раствора трилона Б, то это указывает, что в отмеренном объеме воды суммарное содержание ионов кальция и магния больше 0,5 мг*экв. В таких случаях следует определение повторить, взяв меньший объем воды и разбавив его до 100 мл дистиллированной водой.

Нечеткое изменение окраски в эквивалентной точке указывает на присутствие меди и цинка. Для устранения влияния мешающих веществ к отмеренной для титрования пробе воды прибавляют 1 - 2 мл раствора сульфида натрия, после чего проводят испытание, как указано выше.

Если после прибавления к отмеренному объему воды буферного раствора и индикатора титруемый раствор постепенно обесцвечивается, приобретая серый цвет, что указывает на присутствие марганца, то в этом случае к пробе воды, отобранной для титрования, до внесения реактивов следует прибавить пять капель 1 % раствора солянокислого гидроксиламина и далее определять жесткость, как указано выше.

Если титрование приобретает крайне затяжной характер с неустойчивой и нечеткой окраской в эквивалентной точке, что наблюдается при высокой щелочности воды, ее влияние устраняется прибавлением к пробе воды, отобранной для титрования, до внесения реактивов 0,1 н соляной кислоты в количестве, необходимом для нейтрализации щелочности воды с последующим кипячением или продуванием раствора воздухом в течение 5 мин. После этого прибавляют буферный раствор, индикатор и далее определяют жесткость, как указано выше.

Пробы воды отбирают по ГОСТ 2874 – 82 и ГОСТ 4979 – 49.

Объем пробы воды для определения сухого остатка должен быть не менее 300 мл.

Натрий углекислый х.ч., точный раствор, готовят следующим образом: 10 г безводной соды растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора дистиллированной водой до 1 л.

1 мл раствора содержит 10 мг соды.

12. Определение сухого остатка без добавления соды (проводится в день отбора). 250 – 500 мл профильтрованной воды выпаривают в предварительно высушенной до постоянной массы фарфоровой чашке. Выпаривание ведут на водяной бане с дистиллированной водой. Затем чашку с сухим остатком помещают в термостат при 110 °С и сушат до постоянной массы.

13. Определение сухого остатка с добавлением соды. 250 – 500 мл профильтрованной воды выпаривают в фарфоровой чашке, высушенной до постоянной массы при 150 0С. После того, как в чашку прилита последняя порция воды, вносят пипеткой 25 мл точного 1 % раствора углекислого натрия с таким расчетом, чтобы масса прибавленной соды примерно в 2 раза превышала массу предполагаемого сухого остатка. Для обычных пресных вод достаточно добавить 250 мг безводной соды. Раствор хорошо перемешивают стеклянной палочкой. Палочку обмывают дистиллированной водой, собирая воду в чашку с осадком. Выпаренный с содой сухой остаток высушивают до постоянной массы при 150 0С. Чашку с сухим остатком помещают в холодный термостат и затем поднимают температуру до 150 0С. Разность в массе между чашкой с сухим остатком и первоначальной массой чашки и соды (1 мл раствора соды содержит 10 мг соды) дает величину сухого остатка во взятом объеме воды.

2.4 Лабораторная работа №4-5 (4 часа)

Тема «Определение качества солода и ферментных препаратов»

2.4.1 Цель работы: изучить определение качества солода и ферментных препаратов

2.4.2 Задание: освоить методику определения качества солода и ферментных препаратов

2.4.3 Перечень приборов, материалов, используемых в лабораторной работе: методические указания, образцы ферментных препаратов

2.4.4 Описание (ход) работы:

В процессе приготовления осахаренного сусла необходимо на стадии приготовления и водно-тепловой обработки замеса вносить α -амилазу разжижающего действия, при этом происходят частичная декстринизация крахмала и снижение вязкости замеса.

При переработке зерновой культуры с высоким содержанием некрахмалистых полисахаридов (рожь, ячмень) для гидролиза пентозанов необходимо вносить ксиланазу, при этом происходит снижение вязкости замесов.

Для получения дополнительных сбраживаемых углеводов необходимо вносить β -глюканазу и целлюлазу для гидролиза β -глюканов и целлюлозы

Для снижения вязкости замесов на стадии водно-тепловой и ферментативной обработки для гидролиза белка можно вносить нейтральную протеазу.

На стадии осахаривания замеса необходимо вносить глюкоамилазу, гидролизующую крахмал до сбраживаемых углеводов – глюкозы, мальтозы. От дозы внесения глюкоамилазы зависит степень гидролиза крахмала. При недостаточном количестве глюкоамилазы остаются продукты частичного гидролиза крахмала – декстрины, которые продолжают гидролизоваться в процессе брожения. Время гидролиза декстринов определяется временем сбраживания осахаренного зернового сусла.

Для дополнительного азотистого питания дрожжей после внесения глюкоамилазы и проведения процесса осахаривания сусла необходимо вносить кислую протеазу с целью гидролиза белка до аминокислот и пептидов. Аминокислоты являются дополнительным азотистым питанием для дрожжей, что приводит к повышению их бродильной активности и в конечном счете к полноте сбраживания сусла.

При выборе ферментных препаратов, содержащих те или иные ферменты гидролитического действия, необходимо учитывать оптимум действия ферментов, входящих в их состав (температуру и pH среды).

Выбор ферментных препаратов проводится на основании технологической инструкции или сертификата, которые прилагаются к данным ферментным препаратам.

При проведении данной лабораторной работы используются ферментные препараты, активность и оптимум действия которых приведены в приложении.

Расход ферментных препаратов рассчитывается исходя из активности ферментного препарата и дозировки внесения фермента на 1 г условного крахмала.

Рассчитать расход ферментного препарата для разжижения 50 г крахмала. Активность ферментного препарата 1600 ед./мл, норма расхода – 1,0 ед. АС на 1 г крахмала.

Всего единиц АС (амилолитической активности) необходимо $1,0 \times 50 \text{ г} = 50 \text{ ед.}$ В 1 мл ферментного препарата содержится 1600 ед. АС. Для внесения 50 ед. АС необходимо $50/1600 = 0,031 \text{ мл}$ ферментного препарата.

Так как для проведения ферментативной обработки замесов в лабораторных условиях на небольшое количество зерна требуется не большое количество ферментного препарата, то для удобства внесения столь малого количества необходимо предварительно провести разбавление ферментного препарата в дистиллированной воде.

Тогда приготовление и расчет количества вносимого препарата будет проходить следующим образом.

1 мл ферментного препарата с активностью 1600 ед. АС/мл разбавляем в 20 мл воды, получаем в разведенном растворе ферментного препарата 80 ед. активности в 1 мл ($1600 \text{ ед.} : 20 \text{ мл H}_2\text{O} = 80 \text{ ед./мл}$).

Если на 1 г крахмала необходимо внести 1,0 ед. АС, то на 50 г крахмала – 50 ед., а разбавленного ферментного препарата необходимо внести $0,625 \text{ мл}$: $50 : 80 = 0,625 \text{ мл}$.

Аналогичным образом рассчитываются ферментные препараты различного спектра действия – амилолитического, протеолитического, целлюлолитического.

2.6 Лабораторная работа №6-7 (4 часа)

Тема «Основная характеристика этилового спирта»

2.6.1 Цель работы: изучить показатели качества этилового спирта

2.6.2 Задание: ознакомление с основными органолептическими и физико-химическими показателями качества на этиловый спирт

2.6.3 Перечень приборов, материалов, используемых в лабораторной работе: образцы этилового спирта весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,01 кг, ГОСТ на этиловый спирт.

2.6.4 Описание (ход) работы:

Этиловый ректификованный спирт разливают в специально оборудованные и предназначенные для него цистерны или резервуары, изготовленные из материалов, разрешенных Минздравом России для контакта с продуктом данного вида. Цистерны и резервуары должны герметически закрываться крышками, иметь воздушники, оборудованные предохранительными клапанами. Для установления уровня спирта применяют поплавковые или другие безопасные указатели уровня.

Цистерны и резервуары со спиртом, расположенные вне помещений, должны быть опломбированы.

Допускается разливать спирт в чистые бочки по ГОСТ 13950 или по ГОСТ 6247, бутылки по ГОСТ Р 51477, канистры по ГОСТ 5105 и другие емкости, изготовленные из материалов, разрешенных Минздравом России для контакта с продуктом данного вида, которые должны быть опечатаны или опломбированы. Упаковка и укупорка тары с

этиловым ректификованным спиртом должны обеспечивать его сохранность и соответствовать требованиям ГОСТ 26319.

Упаковывание спирта при поставках в районы Крайнего Севера и труднодоступные районы должно производиться в соответствии с требованиями ГОСТ 15846.

Транспортная маркировка - по ГОСТ 14192.

Маркировка, характеризующая транспортную опасность груза, - по ГОСТ 19433 с указанием следующей информации:

- наименование предприятия-изготовителя, его адрес;
- наименование продукции;
- объем, дал;
- масса брутто, кг;
- номер бочки, бутыли, канистры и партии;
- надпись "легковоспламеняющаяся жидкость";
- знак опасности (черт. 3); классификационный шифр 3212; номер ООН - 1170;
- обозначение настоящего стандарта.

Этиловый спирт по степени воздействия на организм человека относится к 4-му классу опасности по ГОСТ 12.1.007.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) паров этилового спирта в воздухе рабочей зоны производственных помещений - 1000 мг/м³.

Этиловый спирт - бесцветная легковоспламеняющаяся жидкость. Температура вспышки - не менее 13 °С, температура самовоспламенения - не менее 404 °С. Категория и группа взрывоопасной смеси этилового спирта с воздухом - 11 А-Т2. Методы определения - по ГОСТ 12.1.044.

Резервуары, технологическое оборудование, трубопроводы и сливно-наливные устройства, связанные с приемом, хранением и перемещением этилового спирта, должны быть защищены от статического электричества в соответствии с правилами защиты от статического электричества, утвержденными в установленном порядке.

Электрооборудование должно быть во взрывобезопасном исполнении.

В аварийных условиях при повышенной концентрации этилового спирта в воздухе, а также при пожаре следует использовать средства индивидуальной защиты органов дыхания - фильтрующие противогазы марки А или БКФ.

Средства пожаротушения: распыленная вода, песок, асбестовое одеяло, все виды огнетушителей.

При работе с этиловым спиртом следует применять специальную одежду в соответствии с отраслевыми нормами.

Этиловый ректификованный спирт транспортируют всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки опасных грузов, действующими на данном виде транспорта, и правилами перевозки жидких грузов наливом в вагонах-цистернах, действующими на железнодорожном транспорте.

Хранение спирта осуществляют в соответствии с инструкцией по приемке, хранению, отпуску, транспортированию и учету этилового спирта, утвержденной в установленном порядке.

Срок хранения этилового спирта не ограничен.

ГОСТ 32036-2013 распространяется на спирт этиловый-сырец, этиловый ректификованный и этиловый пищевой 95%-ный из пищевого сырья (далее - спирт), зерновые и висковые дистилляты, спиртные зерновые дистиллированные напитки, виски, ром и устанавливает правила приемки, методы отбора проб (кроме спиртных напитков) и методы анализа:

- определение полноты налива (для этилового пищевого 95%-ного спирта в бутылках);
- определение органолептических показателей;

- определение объемной доли этилового спирта;
- определение чистоты (кроме спирта этилового-сырца);
- определение наличия фурфурола (кроме спирта этилового-сырца);
- определение окисляемости (кроме спирта этилового-сырца);
- определение массовой концентрации альдегидов;
- определение массовой концентрации сивушного масла;
- определение массовой концентрации свободных кислот (кроме спирта этилового-сырца);
- определение массовой концентрации сложных эфиров;
- определение объемной доли метилового спирта.

В ГОСТе 32036-2013 «Спирт этиловый из пищевого сырья. Правила приемки и методы анализа» применены термины, а также следующие термины с соответствующими определениями:

- спирт этиловый-сырец: этиловый спирт крепостью не менее 88%, изготовленный перегонкой зрелой бражки, содержащий сопутствующие летучие примеси.
- головная фракция этилового спирта: этиловый спирт, образующийся при брагоректификации или ректификацией этилового спирта-сырца, произведенного из пищевого сырья, содержащий повышенные концентрации летучих органических примесей и являющийся отходом спиртового производства.
- ректифицированный этиловый спирт из пищевого сырья: этиловый спирт из пищевого сырья крепостью не менее 96 %, изготавливаемый методом спиртового брожения с последующей брагоректификацией бражки или ректификацией этилового спирта-сырца, а также головной фракции этилового спирта.
- питьевой этиловый спирт 95 %: смесь ректифицированного этилового спирта из пищевого сырья высшей очистки или спирта "Экстра" или "Люкс" с исправленной водой, подвергнутая фильтрованию и выдержке, объемной долей этилового спирта 95,0 %.
- зерновой дистиллят: алкогольная продукция крепостью до 94,8 % об., получаемая одно- или многократной дистилляцией сброженного зернового сусла из зерна злаковых культур и/или сброженного солодового сусла из зерна злаковых культур, имеющая вкус и аромат исходного сырья, невыдержанная или выдержанная в постоянном контакте с древесиной дуба.
- висковый дистиллят: дистиллят крепостью от 60,0 % об. до 94,8 % об., изготовленный одно- или многократной дистилляцией сброженного зернового и/или солодового сусла из зерна злаковых культур (ячмень, и/или рожь, и/или пшеница, и/или кукуруза), имеющий вкус и аромат исходного сырья, невыдержанный или выдержанный не менее трех лет в дубовых бочках вместимостью не более 700 дм куб.
- спиртной зерновой дистиллированный напиток: Спиртной напиток крепостью от 35,0 % об. до 60,0 % об., изготовленный из невыдержанных или выдержанных зерновых дистиллятов, с добавлением или без добавления сахара и других сахаросодержащих продуктов, натуральных вкусоароматических компонентов, натурального красителя (сахарного колера), питьевой исправленной воды.
- виски: спиртной напиток крепостью от 40,0 % об. до 60 % об., изготовленный купажированием висковых солодовых выдержанных дистиллятов, висковых зерновых выдержанных дистиллятов или их смеси с исправленной водой с добавлением или без добавления сахарного колера.
- ром: спиртной напиток с объемной долей этилового спирта от 40,0 % до 50,0 %, изготовленный из ромовых дистиллятов.

2.8 Лабораторная работа №8 (2 часа)

Тема «Правила приемки и методы анализа этилового спирта из пищевого сырья»

2.8.1 Цель работы: изучить правила приемки и методы анализа этилового спирта из пищевого сырья

2.8.2 Задание: ознакомление с методами приемки и анализа этилового спирта из пищевого сырья

2.8.3 Перечень приборов, материалов, используемых в лабораторной работе: образцы этилового спирта, ГОСТ на этиловый спирт.

2.8.4 Описание (ход) работы:

Спирт принимают партиями. Партией считают любой объем спирта, изготовленный одним изготовителем, одного наименования, одной даты розлива и оформленный одним документом, удостоверяющим качество и безопасность продукции в соответствии с законодательством государства, принявшего стандарт.

В документе, удостоверяющем качество и безопасность продукции, указывают: -дату выдачи и номер; - наименование спирта и обозначение документа, в соответствии с которым он изготовлен; - наименование использованного сырья; - наименование и адрес изготовителя; - объем отгружаемого спирта, дкл; - количество мест в партии; - результаты контроля органолептических и физико-химических показателей; - номер товаротранспортной накладной; - номер и срок действия лицензии на право производства, хранения и поставки; - дату розлива; - информацию о подтверждении соответствия; - наименование и адрес получателя. Документ, удостоверяющий качество и безопасность продукции, подписывают ответственные лица предприятия с указанием должности и заверяют оригинальной печатью.

При транспортировании спирта в цистернах каждую цистерну принимают за партию.

При приемке спирта проверку качества упаковки и правильности маркирования на соответствие требованиям ГОСТ 14192, ГОСТ 19433, ГОСТ 26319 проводят по каждой цистерне, бочке, канистре и каждому бидону.

Качество спирта в бочках, бидонах, канистрах и бутылках определяют по всем органолептическим и физико-химическим показателям, отбирая от партии методом случайного отбора проб выборку в количестве 10 %, но не менее трех единиц.

Качество спирта в цистерне определяют по органолептическим и физико-химическим показателям по объединенной пробе.

При приемке этилового питьевого 95 %-ного спирта в бутылках проверку качества, упаковки и правильность маркирования на соответствие требованиям, действующим на территории стран, принявших стандарт, проводят, отбирая выборку методом случайного отбора.

Качество спирта в бочках, бидонах, канистрах и бутылках определяют по всем органолептическим и физико-химическим показателям, отбирая от партии методом случайного отбора проб выборку в количестве 10 %, но не менее трех единиц.

Качество спирта в цистерне определяют по органолептическим и физико-химическим показателям по объединенной пробе.

При приемке этилового питьевого 95 %-ного спирта в бутылках проверку качества, упаковки и правильность маркирования на соответствие требованиям, действующим на территории стран, принявших стандарт, проводят, отбирая выборку методом случайного отбора.

Партию этилового питьевого 95 %-ного спирта в бутылках принимают, если количество бутылок в выборке, имеющих дефекты, в том числе негерметичность укупоривания, деформацию, разрывы, перекосы, морщины этикеток, подтеки клея, следы выступления штемпельной краски на лицевой стороне этикетки, подтеки и разводы от

нестойких красок, нечеткие рисунки, наличие на бутылках глубоких царапин, потертостей, придающих поверхности матовость, ржавчины и других загрязнений, меньше или равно приемочному числу, и бракуют, если оно больше или равно браковочному числу.

При получении неудовлетворительных результатов хотя бы по одному органолептическому, физико-химическому показателю или полноте налива проводят повторные анализы на удвоенной выборке спирта от той же партии. При получении повторно неудовлетворительного результата по тому же органолептическому, физико-химическому показателю или полноте налива анализируемую партию спирта бракуют.

2.9 Лабораторная работа №9 (2 часа)

Тема «Отбор проб ректифицированного спирта»

2.9.1 Цель работы: изучить методику отбора проб ректифицированного спирта

2.9.2 Задание: ознакомление с методами отбора проб этилового ректифицированного спирта из пищевого сырья

2.9.3 Перечень приборов, материалов, используемых в лабораторной работе:
образцы этилового спирта, ГОСТ на этиловый спирт.

2.9.4 Описание (ход) работы:

Для определения органолептических и физико-химических показателей качества спирта в цистернах на соответствие требованиям, действующим на территории стран, принявших стандарт, от каждой цистерны отбирают объединенную пробу, объем которой должен быть не менее 2,0 дм³.

Для составления объединенной пробы от цистерны отбирают несколько раз пробоотборником из верхнего, среднего и нижнего слоев мгновенные пробы объемом не менее 0,2 дм³ каждая. Мгновенные пробы помещают в чистую стеклянную емкость, ополоснутую тем же спиртом, и тщательно перемешивают.

Для составления объединенной пробы спирта из бочек, бидонов, канистр и бутылей от каждой единицы выборки отбирают мгновенную пробу из трех слоев с расчетом, чтобы общий объем объединенной пробы был не менее 2,0 дм³. Мгновенные пробы помещают в чистую стеклянную емкость, ополоснутую тем же спиртом, и тщательно перемешивают. Объединенную пробу, разливают в четыре чистые сухие бутылки вместимостью 0,5 дм³ каждая, предварительно ополоснутые тем же спиртом, и закрывают плотно пригнанными с прокладкой из пергаментной бумаги корковыми или полиэтиленовыми пробками.

Составляют акт отбора проб в двух экземплярах, в котором указывают: - наименование и адрес изготовителя; - наименование спирта и состав исходного сырья; - объем спирта в партии, от которой отобрана проба, дкл; - номер железнодорожной цистерны или автоцистерны, из которой отобрана проба; - номер удостоверения качества партии спирта и номер акта об отгрузке (при наличии); - дату и место отбора пробы; - должность, фамилии и подписи лиц, отбравших пробу.

Для проведения органолептического и физико-химического анализов используют две бутылки с объединенной пробой из четырех бутылок, которые вместе с актом отбора направляют в лабораторию.

Две оставшиеся бутылки с объединенной пробой хранят в лаборатории в течение 2 мес в случае разногласий в оценке качества спирта.

Горловину каждой бутылки с объединенной пробой, отобранной для хранения, обертывают куском ткани или целлофана и обвязывают шпагатом, концы которого скрепляют пломбой или сургучной печатью на картонной или деревянной бирке с прошнурованной этикеткой, на которой указывают реквизиты в соответствии с 5.5...5.9

Качество этилового питьевого 95 %-ного спирта в бутылках определяют по органолептическим и физико-химическим показателям на соответствие требованиям, действующим на территории стран, принявших стандарт.

От партии этилового питьевого 95 %-ного спирта в бутылках методом случайного отбора отбирают выборку в количестве: -20 бутылок-для определения полноты налива; - четырех бутылок вместимостью 0,5 дм³ - для определения органолептических и физико-химических показателей. При другой вместимости бутылок общий объем отобранного продукта должен составлять не менее 2 дм³.

2.10 Лабораторная работа №10 (2 часа)

Тема «Определение органолептических показателей ректификованного спирта»

2.10.1 Цель работы: изучить определение органолептических показателей ректификованного спирта

2.10.2 Задание: освоить методику определения органолептических показателей ректификованного спирта

2.10.3 Перечень приборов, материалов, используемых в лабораторной работе: пробирки из бесцветного стекла вместимостью 10 см, цилиндры, стаканы, вода дистиллированная.

2.10.4 Описание (ход) работы:

Цвет спирта и водки определяют визуально, а цвет ликеров - визуально или с применением ФЭК любой марки.

Метод основан на визуальном определении чистоты цвета (или оттенка) анализируемой продукции на белом фоне или в проходящем свете и степени его насыщенности.

В лаборатории в одну пробирку наливают анализируемые спирт или водку, а в другую аналогичную пробирку - воду дистиллированную. Визуально сравнивают цвет содержимого обеих пробирок, помещенных на белом листе бумаги.

Ликер или ликероводочное изделие наливают в пробирку и визуально определяют его цвет в проходящем свете. Определяют основную окраску анализируемого изделия. Отмечают интенсивность цвета, степень насыщенности, оттенок и дополнительные тона.

При дегустации определение цвета проводят в пробе.

Цвет анализируемой продукции определяют в проходящем свете на белом фоне, наклоняя дегустационный бокал от себя примерно на 35-45°. Метод основан на обонятельных ощущениях дегустатора, возбуждаемых летучими веществами, содержащимися в анализируемой продукции.

2.11 Лабораторная работа №11-12 (4 часа)

Тема «Методика определения наличия фурфурола в спирте»

2.11.1 Цель работы: изучить методику определения наличия фурфурола в спирте

2.11.2 Задание: освоить и изучить методику определения наличия фурфурола в спирте

2.11.3 Перечень приборов, материалов, используемых в лабораторной работе:

Термометр жидкостный стеклянный, холодильник стеклянный лабораторный ХПТ-3-300, колба КПВ-100, колба КД-100, электроплитка бытовая, пипетка 1-2-2-10, пробирки П-1-25-ХС с шлифованными пробками, кислота уксусная ледяная, х.ч., анилин, свежеперегнанный.

2.11.4 Описание (ход) работы:

Отбор проб - по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

Перед проведением определений анилин подвергают перегонке.

Прибор для перегонки анилина состоит из перегонной круглодонной колбы 4 с термометром 3, соединенной через воздушный холодильник 2 с приемной колбой 1. При перегонке первые порции отбрасывают, а для анализа используют фракцию, отобранную при 183 °С - 184 °С.

Анилин хранят в темной плотно закрытой склянке. Срок хранения реактива определяют по изменению его цвета.

В пробирку с шлифованной пробкой вместимостью 25 см помещают 10 см исследуемого этилового спирта или спиртного напитка, добавляют 0,5 свежеперегнанного анилина и 2 см ледяной уксусной кислоты. Пробирку закрывают пробкой, ее содержимое (раствор) перемешивают и выдерживают при температуре 20 °С - 25 °С в течение 20 мин.

Если через 20 мин раствор остается бесцветным, то в нем отсутствует фурфурол.

Если в течение 20 мин раствор принимает светло-розовую окраску, то фурфурол в растворе присутствует.

Результаты двух определений, полученных при анализе одной и той же пробы одним и тем же лаборантом за короткий промежуток времени, должны быть идентичными.

2.13 Лабораторная работа №13-14 (4 часа)

Тема «Определение крепости водки»

2.13.1 Цель работы: изучить методику определения крепости водки

2.13.2 Задание: освоить методику определения крепости водки

2.13.3 Перечень приборов, материалов, используемых в лабораторной работе:

ареометры стеклянные для спирта типа АСП, термометры жидкостные стеклянные с ценой деления 0,1 °С, холодильник стеклянный лабораторный ХШ-3-400 ХС, каплеуловитель КО-14/23-60 ХС, колбы 2-250-2, 2-500-2, цилиндры 1-50/335, вода дистиллированная.

2.13.4 Описание (ход) работы:

Крепость водки определяют ареометрическим или пикнометрическим методом.

Допускается определять крепость водки с применением автоматических электронных приборов, включенных в Государственный реестр средств измерений.

Ареометрический метод. Метод основан на измерении объемной доли этилового спирта (крепости) в водно-спиртовых растворах ареометром для спирта.

Крепость водок, содержащих добавки, определяют после предварительной перегонки спирта, которую осуществляют на лабораторной установке для перегонки спирта или на автоматических дистилляторах. Перегонку спирта на дистилляторах осуществляют по инструкции, прилагаемой к прибору.

Лабораторная установка для перегонки спирта может быть двух исполнений - I или II и состоит из перегонной (плоскодонной или круглодонной) колбы, соединенной через каплеуловитель с шлифованной нижней частью холодильника. Допускается

использовать колбу, закрывающуюся резиновой пробкой с отверстием, в которое вмонтирован каплеуловитель с оплавленным концом.

Холодильник соединен с приемной колбой стеклянной трубкой с вытянутым узким концом, который должен доходить почти до дна приемной колбы, но не касаться его.

Лабораторная установка для перегонки спирта должна отвечать требованиям герметичности.

Для проведения перегонки 250 - 500 куб. см водки отмеряют мерной колбой соответствующей вместимости при температуре $(20 \pm 0,2) ^\circ\text{C}$, помещают в плоскодонную или круглодонную перегонную колбу вместимостью 500 - 1000 куб. см соответственно. Мерную колбу ополаскивают два - три раза дистиллированной водой, сливая ее содержимое в перегонную колбу с таким расчетом, чтобы объем дистиллированной воды не превышал 60 - 100 куб. см.

Приемной колбой служит та же мерная колба, которой отмеряют анализируемую водку. В нее наливают 10 - 15 куб. см дистиллированной воды и погружают узкий конец стеклянной трубки холодильника для получения водяного затвора. Затем колбу помещают в баню с холодной водой или льдом и начинают перегонку.

После заполнения приемной колбы примерно наполовину ее объема колбу опускают так, чтобы конец трубки холодильника не погружался в дистиллят. Конец трубки холодильника ополаскивают 5 куб. см дистиллированной воды и продолжают перегонку без водяного затвора.

После заполнения приемной колбы дистиллятом на $\frac{4}{5}$ объема перегонку прекращают. Колбу с дистиллятом доливают дистиллированной водой немного ниже метки и выдерживают в течение 20 - 30 мин. при температуре $(20 \pm 0,2) ^\circ\text{C}$ в водяной бане. Затем содержимое приемной колбы доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Стеклянный цилиндр для ареометра вместимостью 250 или 500 куб. см ополаскивают небольшим количеством анализируемого дистиллята 20 куб. см. Оставшийся в колбе дистиллят переливают по стенке в цилиндр, перемешивают его стеклянной мешалкой по всей высоте столба жидкости, измеряют температуру дистиллята и определяют объемную долю этилового спирта по ГОСТ 3639, которая соответствует крепости анализируемой водки.

Пикнометрический метод. Определение крепости водок пикнометрическим методом - по ГОСТ 3639.

Определение крепости водок с применением электронных автоматических приборов

Оптический спиртомер "ИКОНЭТ-М" предназначен для определения объемной доли этилового спирта в водно-спиртовых и многокомпонентных спиртосодержащих растворах без предварительной перегонки спирта. Метод основан на сравнении оптических характеристик анализируемого раствора с характеристиками эталонного водно-спиртового раствора.

Определение крепости водок проводят по инструкции, приложенной к прибору.

Электронный прибор "Денсимат-Алкомат" предназначен для определения объемной доли этилового спирта в водно-спиртовых растворах с использованием принципа гидростатических весов.

Данный прибор позволяет определять плотность водно-спиртовых растворов с точностью до $\pm 0,00005$ г/куб. см и температуру с точностью до $\pm 0,05 ^\circ\text{C}$ в диапазоне 0,05 - 2,25 г/куб. см и приводить значение плотности к стандартному при температуре $20 ^\circ\text{C}$.

Объемную долю этилового спирта в водках, содержащих добавки, определяют после предварительной перегонки спирта.

Значения плотности растворов при температуре 20 °С, полученные на приборе "Денсимат", переводят в значения объемной доли спирта на приборе "Алкомат".

2.15 Лабораторная работа №15-16 (4 часа)

Тема «Определение массовой концентрации альдегидов в водке»

2.15.1 Цель работы: изучить методику определения массовой концентрации альдегидов в водке

2.15.2 Задание: освоить определение массовой концентрации альдегидов в водке

2.15.3 Перечень приборов, материалов, используемых в лабораторной работе:

Весы лабораторные любого типа, среднего класса точности, с наибольшим пределом взвешивания до 200 г, с дискретностью 0,01 г, колориметр фотоэлектрический лабораторный, термометр жидкостный стеклянный с ценой деления 0,1 °С, секундомер, штатив для пробирок, пробирки вместимостью 45 куб. см с пришлифованными пробками, стаканчик для взвешивания, колба 2-100-2, пипетки 1-1-2-5, кислота серная особой чистоты, резорцин фармакопейный с массовой долей основного вещества более 99 %, вода дистиллированная.

2.15.4 Описание (ход) работы:

Газохроматографический метод определения массовой концентрации альдегидов - по ГОСТ Р 51698.

В процессе производства водок (внутри предприятий) применяют газохроматографический метод.

Метод основан на измерении интенсивности окраски анализируемого раствора, образующейся после реакции присутствующих в водке альдегидов с резорцином в сильноокислой среде с применением фотоэлектроколориметра.

О содержании альдегидов в водке судят по оптической плотности анализируемого раствора, окрашенного в светло-желтый цвет, пропорциональной массовой концентрации альдегидов.

Водки крепостью более 40 % разбавляют дистиллированной водой до необходимой крепости при температуре (20 +/- 0,2) °С.

Крепость полученного водно-спиртового раствора измеряют ареометром для спирта в цилиндре вместимостью 500 куб. см.

Приготовление раствора резорцина. Навеску резорцина массой (2,00 +/- 0,01) г растворяют при помешивании в 50 куб. см дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 100 куб. см, объем раствора доводят до метки дистиллированной водой при температуре (20 +/- 0,2) °С и перемешивают. Раствор резорцина хранят в холодильнике не более 15 дней.

Для построения градуировочного графика зависимости оптической плотности от массовой концентрации альдегидов используют стандартные образцы - типовые реактивы.

В три пробирки с пришлифованными пробками наливают по 10 куб. см концентрированной серной кислоты, затем приливают по 5 куб. см стандартного образца с разным содержанием альдегидов с таким расчетом, чтобы не происходило смешивания жидкостей, а образовывалось два слоя. Затем в каждую пробирку добавляют по 5 куб. см водного раствора резорцина массовой концентрации 2 г/100 куб. см. Пробирки закрывают пробками, их содержимое энергично перемешивают и выдерживают в кипящей водяной бане в течение 5 мин. Затем пробирки погружают в проточную холодную воду или водяную баню со льдом для охлаждения реакционной смеси до температуры (20+/-5) °С. Интенсивность образовавшейся желтой окраски содержимого каждой пробирки измеряют

на фотоэлектроколориметре при световой длине волны 400 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм в сравнении с дистиллированной водой.

Анализ каждого стандартного образца проводят не менее трех раз и из полученных значений оптической плотности вычисляют среднеарифметическое значение.

По полученным после колориметрирования результатам строят градуировочный график зависимости оптической плотности анализируемого раствора от содержания альдегидов, откладывая на оси абсцисс массовую концентрацию альдегидов (мг/куб. дм безводного спирта), а на оси ординат - соответствующие значения оптической плотности.

Зависимость между оптической плотностью и массовой концентрацией альдегидов в исследуемых растворах должна быть прямолинейной.

При использовании новых партий реактивов градуировочный график следует построить заново.

Анализ проводят, используя вместо стандартного образца 5 куб. см анализируемого образца водки.

Водки анализируют после предварительной перегонки.

2.17 Лабораторная работа №17 (2 часа)

Тема «Дегустационная оценка водок»

2.17.1 Цель работы: ознакомление и проведение классической дегустации водок, проведение определения физико-химических показателей водок.

2.17.2 Задание: классическим методом подвергнуть дегустации, предложенные виды водок. По каждому предложенному вину определить физико-химические показатели: плотность (ареометрическим методом); кислотность (титрованием); содержание сухих веществ (рефрактометрическим методом).

2.17.3 Перечень приборов, материалов, используемых в лабораторной работе:

рефрактометр, весы лабораторные, стаканы химические вместимостью 250 см³, вода дистиллированная, ареометр, фенолфталеин 3% спиртовой раствор; бюретка для титрования; гидроокись натрия, раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм³, сосуда-рюмки.

2.17.4 Описание (ход) работы:

Водки перед органолептической оценкой доводят до определенной температуры.

Показатели оценивают в следующей последовательности:

- внешний вид (прозрачность, окраска, цвет, осадок);
- прозрачность (бокал помещают между источником света и глазом, но не на одной линии);
- осадок (определяют визуально);
- текучесть (изучают переливанием или вращением вина в бокале);
- окраска, цвет (определяют при естественном освещении на белом фоне);
- запах, аромат, букет (берут бокал в руку, делают 2-3 плавных вращательных движения для смачивания стенок и увеличения поверхности испарения жидкости);
- вкус вина (определяют его качество, сложение, интенсивность послевкусия, наличие особых оттенков и типичности).

Оценка качества винодельческой продукции проводится по 10 бальной системе методом прямой дегустации.

Средний балл рассчитывается как среднее арифметическое из оценок членов комиссии с точностью до второго десятичного знака.

Порядок работы на рефрактометре ИРФ-454 Б2М. Рефрактометр лабораторный предназначен для измерения показателя качества преломления n_D и средней дисперсии $n_F - n_C$ неагрессивных жидких сред, а также для непосредственного измерения процентного содержания сахарозы. С помощью существующих методик, ГОСТ, таблиц и справочных устройств рефрактометр можно применять в пищевой промышленности для измерения содержания сахара и сухих веществ по сахарозе в напитках, плодах, ягодах, содержания алкоголя и экстракта в винах, водке, пиве, ликерах и т.п.

Рефрактометр следует эксплуатировать в помещениях с кондиционированием или частично кондиционированным воздухом при температуре от 18 до 20 °C и относительной влажности не более 80 %.

Принцип действия и оптическая схема. Принцип действия рефрактометра основан на явлении полного действия внутреннего отражения при прохождении светом границы раздела двух сред с разными показателями преломления.

Рефрактометром можно исследовать вещества с показателем преломления от 1,20 до 1,7, а также определять массовую долю растворимых в воде сухих веществ.

Все измерения следует проводить в «белом» свете (дневном или электрическом).

На чистую полированную поверхность измерительной призмы стеклянной палочкой или пипеткой осторожно, не касаясь призмы, нанести две-три капли жидкости. Опустить осветительную призму и прижать ее крючком.

Измерения прозрачных жидкостей проводить в проходящем свете, когда он проходит через открытое окно осветительной призмы, при этом окно измерительной призмы закрыто зеркалом.

Измерение показателя преломления. После установки исследуемого образца на измерительной призме установить окуляр на отчетливую видимость перекрестия. Поворотом зеркала добиться наилучшей освещенности шкалы. Вращением маховика границу светотени ввести в поле зрения окуляра.

Вращать маховик до исчезновения окраски граничной линии. Наблюдая в окуляр, маховиком навести границу светотени точно на перекрестие и по шкале показателей преломления, соответствующей выбранному рефрактометрическому блоку, снять отчет. Индексом для отсчета служит неподвижный вертикальный штрих призмы.

Цена деления шкалы -5-10-4.

Целые, десятые, сотые и тысячные доли отсчитывать по шкале, десятитысячные доли оценивать на глаз.

Результаты дегустации сводят в дегустационный лист.

Методом ранжирования определяют 3 образца вина. Сущность метода: заключается в присвоении ранга каждому образцу по всем показателям.

Данные оценки сводят в дегустационный листы.

Определяют физико-химические показатели предоставленных вин.

Полученные данные свести в таблицу 19.2 - Основные физико-химические показатели, 19.1 – основные органолептические показатели, 19.3 – полученные результаты после метода ранжирования.

2.18 Лабораторная работа №18-19 (4 часа)

Тема: «Определение полноты налива в бутылки»

2.18.1 Цель работы: освоить методику и научиться определять полноту налива в бутылки.

2.18.2 Задание: определить по полноту налива в исследуемых образцах коньяка.

2.18.3 Перечень приборов, материалов, используемых в лабораторной работе:
колбы стеклянные с градуированной горловиной, колбы мерные на 250 см³, пипетки на 5 и 10 см³, цилиндры на 500 см³, термометры с ценой деления не более 0,5 °С и пределами измерения 0-100 °С, воронки типа В, секундомер, термостат, штангенрейсмассы, термометры с ценой деления не более 0,5 °С и пределами измерения 0-100 °С.

2.18.4 Описание (ход) работы:

Определение фактического объема при розливе «По объему». Колбу с градуированной горловиной ополаскивают исследуемым коньяком. Остаток промывной жидкости из колбы сливают так, чтобы вытекли последние капли, накапливающиеся на горле колбы. Затем из бутылки, подлежащей проверке, вино или коньяк наливают через воронку в колбу с градуированной горловиной.

После того как жидкость из бутылки будет полностью слита, бутылку выдерживают в положении горлом вниз еще 2 мин и отмечают объем жидкости в колбе по уровню нижнего края мениска. Если уровень коньяка будет выше верхней отметки на колбе, то избыток жидкости отбирают пипеткой до средней отметки и отмечают объем жидкости в пипетке. Если уровень вина или коньяка будет ниже нижней отметки на колбе, то недостающее количество жидкости вносят из пипетки до средней отметки и отмечают объем коньяка, вылитого из пипетки. Сразу же после измерения объема коньяка измеряют их температуру.

Примечания:

1. Допускается вместо колбы с градуированной горловиной применять мерную колбу соответствующей вместимости.

Ополаскивание мерной колбы коньяком, налив их из бутылки, отбор или дополнительное внесение испытуемой жидкости пипеткой производят так же, как указано для колбы с градуированной горловиной.

2. При розливе коньяка в сувенирные бутылки и художественно оформленные сосуды, номинальная вместимость которых не соответствует вместимости колб с градуированной горловиной, полноту налива определяют с помощью мерных цилиндров.

Определение высоты газовой камеры при розливе «По уровню». Бутылку с коньяком помещают в термостат, в котором поддерживают температуру (20±0,5) °С. Через 30 мин бутылку вынимают из термостата, вытирают досуха и ставят на ровную горизонтальную поверхность, куда помещают и штангенрейсмассу. Измерительную ножку штангенрейсмассы закрепляют в таком положении, чтобы ее поверхность с ребром находилась внизу, а плоская - сверху.

Измерение высоты бутылки. Измерительную ножку штангенрейсмассы перемещают до соприкосновения ее ребра с верхней поверхностью венчика бутылки у линии одного из швов бутылки, затем винтом фиксируют подвижную рамку и отсчитывают по шкале с нониусом. Измерение проводят дважды. При втором измерении ребро измерительной ножки должно соприкоснуться с верхней поверхностью венчика у линии противоположного шва бутылки.

Измерение высоты жидкости в бутылке. Измерительную ножку перемещают до совпадения ее ребра с нижним краем мениска жидкости в бутылке. Для более точной регулировки положения измерительной ножки используют микрометрическую подачу. Затем фиксируют винтом подвижную рамку и отсчитывают по шкале с нониусом. Измерение проводят дважды.

2.20 Лабораторная работа №20-21. (4 часа)

Тема: «Фальсификация и идентификация водок»

2.20.1 Цель работы: освоить методику и научиться определять фальсификацию, проводить идентификацию водок.

2.20.2 Задание: определить фальсификацию и идентификацию исследуемых образцов водок.

2.20.3 Перечень приборов, материалов, используемых в лабораторной работе: бокалы овальной формы, дистиллированная вода, стакан мерный на 100 см³, пипетка на 10 мл, плитка электрическая, колбы конические вместимостью 250 см³, фенолфталеин 3 % спиртовой раствор, вода дистиллированная, бюретка для титрования, гидроокись натрия, раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм³, цилиндр мерный на 100 см³.

2.20.4 Описание (ход) работы:

Определить фальсификацию водки можно по маркировке, при дегустации и с помощью лабораторных исследований.

Для подтверждения ассортиментной характеристики вина, приведенной на этикетке, проводят органолептический анализ и определение основных и наиболее характерных показателей физико-химического состава водки.

При органолептическом исследовании качества водки определяют прозрачность, цвет, вкус,. Прозрачность вина определяют в проходящем свете. Степень прозрачности может быть разной и зависит от возраста водки и качества его обработки. Цвет позволяет идентифицировать тип водки.

Заключительным этапом дегустации является опробование, при котором оценивают букет и вкус водки. Букет представляет собой комплексное восприятие вкусо-ароматических свойств водки органами чувств.

Большое значение при характеристике водки имеют обнаружение и идентификация посторонних запахов, которые возникают либо из-за погрешностей технологии, либо при внесении в водку посторонних ароматических веществ.

При характеристике вкуса водки обращают внимание на его спиртуозность, сладость, кислотность, терпкость и экстрактивность (тело). Сочетание этих компонентов должно быть гармоничным и полностью соответствовать типу водки. Идентификация послевкусия позволяет установить некоторые пороки вина (мышинный привкус, прогоркание), а также обнаружить присутствие добавок, не свойственных натуральному вину (глицерина, ванилина и других).

Для обобщения впечатлений, полученных при дегустации, оценивают показатель "типичность", который комплексно характеризует соответствие внешнего вида, вкуса и о том, какими они должны быть у каждого конкретного наименования водки. Безусловно, такую оценку может произвести только опытный дегустатор.

Каждый оцениваемый показатель выражается количественно в баллах в соответствии с принятой в каждой стране балльной системой оценки качества водки. Действует единая десятибалльная система, в которой баллы распределяются по показателям качества следующим образом: прозрачность - 0,5 балла, цвет - 0,5 балла, букет - 3 балла, вкус - 5 баллов.

Характеристика качества вина дается в зависимости от суммарного оценочного балла: чем выше балл, тем выше качество. При этом виноградные вина допускаются к выпуску и реализации только в том случае, если они получили общую дегустационную оценку не ниже следующей: вина и обработанные виноматериалы коллекционные - 9,2, марочные - 8,8, выдержанные - 8,6, молодые и без установленной выдержки - 8,0; вина шампанские и игристые выдержанные - 9,0, специальных наименований - 8,8; вина газированные - 8,2. Если вина получили более низкую оценку (но не ниже 7 баллов), то они не могут быть реализованы под теми наименованиями, которые указаны в маркировке.

В этом случае вина направляются либо на дополнительную обработку с целью повышения качества, либо на купажирование с менее качественными виноматериалами, либо на промышленную переработку (для изготовления винного спирта и т. д.). Виноградные вина, получившие оценку ниже 7 баллов, имеют серьезные отклонения качества (болезни, пороки) или являются фальсифицированными и подлежат утилизации для технических целей.

В соответствии с ГОСТ к стандартным физико-химическим показателям относятся: объемная доля этилового спирта (%), массовая концентрация сахаров (г/дм³), массовая концентрация титруемых и летучих кислот в пересчете на уксусную кислоту (г/дм³), массовая концентрация общей сернистой кислоты (г/дм³), массовая концентрация железа, меди и свинца (г/дм³). Для определения перечисленных показателей используют стандартные методы анализа, обеспечивающие высокую точность и сходимость результатов.

При положительных результатах идентификации проводят обязательную сертификацию виноградных вин по показателям безопасности, при которой определяют содержание токсичных элементов (мышьяка, кадмия и ртути), консервирующих веществ (сорбиновой кислоты или сорбата натрия) и радионуклидов. Таковы требования системы обязательной сертификации ГОСТ Р.

Согласно рекомендациям МОБВ для идентификации водки проводят следующий физико-химический анализ: определение цвета и прозрачности, объемной массы при 20°C, спиртуозности при 20 °C, общего сухого экстракта (г/л), pH, содержания сахаров (г/л), диоксида серы общего (мг/л), общей и летучей кислотности (мг-экв./л), а также избыточного давления диоксида углерода для игристых или шипучих вин. Эти определения составляют основу торговых соглашений.

