

**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 *заочная*

СОДЕРЖАНИЕ

1. Конспект лекций

1.1 Лекция № 1 *Введение в производство спирта. Прием, хранение и подготовка сырья к переработке*

1.2 Лекция № 2 *Водно-тепловая обработка зерна и картофеля. Основная характеристика спиртовых дрожжей.*

1.3 Лекция № 3 *Сбраживание сусла. Выделение спирта из бражки и его очистка*

2. Методические материалы по выполнению лабораторных работ

2.1 Лабораторная работа № ЛР-1 *Методика определения качества зерна, используемого в производстве спирта. Определение качества картофеля*

2.2 Лабораторная работа № ЛР-2 *Определение качества солода и ферментных препаратов. Отбор проб ректифицированного спирта*

2.3 Лабораторная работа № ЛР-3 *Основная характеристика этилового спирта*

2.4 Лабораторная работа № ЛР-4 *Определение органолептических показателей ректифицированного спирта. Методика определения наличия фурфурола в спирте.*

2.5 Лабораторная работа № ЛР-5 *Дегустационная оценка водки. Определение полноты налива в бутылки*

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. Характеристика сырья, используемого при производстве спирта
- 1.3. Источники дополнительного питания дрожжей
- 1.4 Прием сырья для производства спирта
- 1.5. Подготовка зерна

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 амилалитических 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 B₁₂ (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 фармакопии.

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. 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), удлинённую (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).

3. 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.

4. 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 переживавшее 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 пневмоперегрузчика «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 преysкурaнтную 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.

5. 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 и 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 схода 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 выигампованы 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.

1.2 Лекция № 2 (2 часа)

Тема: «Водно-тепловая обработка зерна и картофеля. Основная характеристика спиртовых дрожжей»

1.2.1 Вопросы лекции:

- 1.1 Структурно-механические изменения сырья
- 1.2 Превращение сахаров
- 1.3 Способы разваривания сырья
- 1.4 Общая характеристика дрожжей.
- 1.5 Культивирование дрожжей из крахмалистого сырья

1.2.2 Краткое содержание вопросов:

1. Структурно-механические изменения сырья

Основная цель водно-тепловой обработки сырья - 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 сырья при повышенном давлении; сверхтонким механическим измельчением сырья на специальных машинах; механическим измельчением сырья 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 сырья. 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 °C 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 °C, то это значительно снижает потери сбраживаемых веществ от пережара, 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 сырья и химические превращения веществ, входящих в его состав.

Клубни картофеля имеют крупные клетки, заполненные соком и покрытые тонкой кожицей, 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 °C. При более высокой температуре часть клубней может разрушиться, вышедший из клеток клейстеризованный крахмал покроет слоем целые клубни, вследствие чего разваривание их будет продолжительным и неполным. Кроме того, перегрузка деформированного картофеля из предразварника в разварник затруднена. Температура 40...60 °C 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 °C, так как из-за клейстеризации свободных крахмальных гранул вязкость настолько возрастает, что кашка утрачивает текучесть. При температуре выше 50 °C вязкость резко возрастает и достигает очень больших значений. При разжижении достаточным количеством бактериальной α -амилазы вязкость картофельной кашки даже при нагревании до температуры 80 °C увеличивается только немного выше вязкости при 40 °C. 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 сусла 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 происходит 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.

Набухание зерна и уменьшение прочности ткани пограничных участков длится примерно 20 мин. В этот период повышаются 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 высокоплотчатого 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 из гексоз в кислой среде в результате дегидратации - отнятия трех молекул воды. Оксиметилфурфурол - нестойкое соединение, в свою очередь, распадающееся до левулиновой и муравьиной кислот.

Часть оксиметилфурфуrolа конденсируется, образуя красящие вещества (желто-коричневого цвета). Реакции образования из гексоз оксиметилфурфуrolа 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 гидролизует, 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 аминокислотой, 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 ВЛ.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. Основным путем снижения потерь сахара - смягчение режима разваривания в результате тонкого измельчения сырья, а также обработка сырья α-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 гидролизаться 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 (рН 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, лецитина и нуклеина). Кроме того, при распаде сахара образуются гуминовые вещества, муравьиная, левоулиновая 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 сусла.

3. 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. Полное 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 трудно гидролизуемых соединений.

4. 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* К-81 - 0,5...0,62, дрожжей *Schizosaccharomyces pombe* - 0,46. Дрожжи расы К-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 рибозонуклеопротейды, 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 в следствие 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 органоид клетки 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 рН, 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. 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 °С. 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.

5. 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 цилиндрикоконический 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 осаживания 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 °C.

Приготовленное сернокислое или молочнокислое дрожжевое сусло охлаждают до 30 °C и вносят засевные дрожжи до 8 % объема дрожжевого аппарата, содержимое перемешивают и охлаждают до 22...23 °C. Размножение дрожжей длится 18...20 ч при 27...30 °C. Цель первоначального снижения температуры (складки) до 22...23 °C - 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 0С.

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 бутыль с 2 л пастеризованного производственного сусла, а затем в бутыль 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 °C 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 °C в течение 45...60 мин и насосом прокачивается, через контактную головку для нагревания до 75...78 °C, 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 °C, 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 °C 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 концевой дрожжегенератор 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 бродильного аппарата.

1.3 Лекция №3 (2 часа)

Тема: «Сбраживание сусла. Выделение спирта из бражки и его очистка»

1.3.1 Вопросы лекции:

- 1.1 Сбраживание зерно-картофельного сусла
- 1.2 Технологические показатели брожения
- 1.3 Получение ректификованного спирта
- 1.4 Потери спирта на ректификационных установках

1.3.2 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 амилолитических 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, pH, 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 дублером, 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 питается через первый головной, а во время его стерилизации - через второй головной аппарат. Трубопроводы, осаживатели, 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 $1,5 \dots 2 \text{ ч}^{-1}$ 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-проточном, 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.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 непрерывно действующих 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. Примерный состав и количественное содержание примесей в спирте-сырце даны в табл. 34.

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 ректифицированном 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 этиламины, 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. Спиртоводная 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 спиртоводной жидкостью могут рассматриваться как ТЛК. Они будут уходить в остаток. Типичными хвостовыми примесями являются, например, уксусная кислота и фурфурол.

Промежуточные примеси обладают двоякими 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 эспурацией, а колонна - эспурационной. 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 именуется 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. Попад 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 спиртоводном 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 спиртоводным 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 спиртоводным 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. Спиртоводный пар, выходящий из бражной колонны, поступает в конденсатор Ж. В эспурационную колонну Б подают спиртоводный (бражный) дистиллят, поступающий из конденсатора Ж.

Спиртоводный 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 четырехколонные 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 ректифицированного спирта) спиртовой колонны. Пар конденсируется за счет отвода теплоты охлаждающей водой.

Ректифицированный (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 ректифицированного 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 эшюрэционной и ректификационной колонн.

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

Брагореректификационные 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.

4. 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 брагореректификационных 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 брагореректификационных установках, утвержденные «пищепромом 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 брагореректикации 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 брагореректикации, 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.

2. МЕТОДИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ ПО ВЫПОЛНЕНИЮ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

2.1 Лабораторная работа №1 (2 часа)

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

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

2.1.2 Задание: освоить методику и определить качество зерна, используемого в производстве спирта, ознакомление с основными органолептическими и физико-химическими показателями качества на картофель

2.1.3 Перечень приборов, материалов, используемых в лабораторной работе:

образцы зерна, шпатели, совочки, разборные доски, аналитические весы, лупы, штангенциркуль, весы лабораторные, образцы картофеля.

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 (сухостей, 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 двоякое 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 хрсту; 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%.

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).

Таблица 1 – Требования, предъявляемые к свежему продовольственному картофелю в соответствии ГОСТ 7176-85

Показатели качества	Нормы для картофеля	
	Раннего	Позднего
Внешний вид	Клубни должны быть целыми, сухими, непроросшими, незаргазненными, без заболеваний, могут быть однородными или разнородными по окраске и форме, для позднего картофеля зрелые с плотной кожурой	
Размеры клубней (по наибольшему диаметру) в мм, не менее:		
округло-овальной формы	30	35
удлиненной формы	25	30
Содержание мелких клубней в % к массе, не более:		
округло-овальной формы	5	5
удлиненной формы	5	5
Содержание клубней с израстаниями, наростами, а также позеленевшими на поверхности не более 1/4 в % к массе, не более	2	2
Содержание клубней с		

механическими повреждениями (разрезанных, побитых)	3	3
Содержание раздавленных клубней	Не допускается	
Содержание клубней, поврежденных с/х вредителями, в том числе:	2	2
проволочником при наличии более одного хода в % к массе, не более		
Содержание клубней пораженных болезнями в % к массе, не более:	Не допускается	2
паршой или оспорозом, при поражении свыше ¼ поверхности клубня		
мокрой, сухой кольцевой, пуговичной гнилями и фитофторой	Не допускается	
Содержание клубней подмороженных, запаренных, с признаками «удушья»	Не допускается	
Наличие земли, прилипшей к клубням, в % к массе:	1	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.

2.2 Лабораторная работа №2 (2 часа)

Тема «Определение качества солода и ферментных препаратов. Отбор проб ректифицированного спирта»

2.2.1 Цель работы: изучить определение качества солода и ферментных препаратов

2.2.2 Задание: освоить методику определения качества солода и ферментных препаратов

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

2.2.4 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 гидролизироваться 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 мл: $50 : 80 = 0,625 \text{ мл}$.

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

Лабораторная работа №3 (2 часа)

Тема «Основная характеристика этилового спирта»

2.3.1 Цель работы: изучить показатели качества этилового спирта, методику отбора проб ректификованного спирта

2.3.2 Задание: ознакомление с основными органолептическими и физико-химическими показателями качества на этиловый спирт, методику отбора проб ректификованного спирта

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

2.3.4 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, бутылки, 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 ректифицированный 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 ректифицированный 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.

- пищевой 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), пищевой 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.

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, отобравших 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.

2.4 Лабораторная работа №4 (2 часа)

Тема «Определение органолептических показателей ректификованного спирта. Методика определения наличия фурфурола в спирте»

2.4.1 Цель работы: изучить определение органолептических показателей ректификованного спирта, методику определения наличия фурфурола в спирте

2.4.2 Задание: освоить методику определения органолептических показателей ректификованного спирта, изучить методику определения наличия фурфурола в спирте

2.4.3 Перечень приборов, материалов, используемых в лабораторной работе:

пробирки из бесцветного стекла вместимостью 10 см, цилиндры, стаканы, вода дистиллированная, 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 пришлифованными пробками, кислота уксусная ледяная, х.ч., анилин, свежеперегнанный.

2.4.4 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.

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 с термометром, соединенной через воздушный холодильник с приемной колбой. 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 пришлифованной 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.

2.5 Лабораторная работа №5 (2 часа)

Тема «Дегустационная оценка водок. Определение полноты налива в бутылки»

2.5.1 Цель работы: ознакомление и проведение классической дегустации водок, проведение определения физико-химических показателей водок, освоить методику и научиться определять полноту налива в бутылки.

2.5.2 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), определить по полноту налива в исследуемых образцах коньяка.

2.5.3 Оборудование и материалы: 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, сосуды-рюмки, 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, штангенрейсмасы, термометры с ценой деления не более 0,5 °С и пределами измерения 0-100 °С.

2.5.4 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 водки (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, десятичные 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.

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 термостат, в котором поддерживают температуру $(20 \pm 0,5)$ °С. Через 30 мин бутылку вынимают из термостата, вытирают досуха и ставят на ровную горизонтальную поверхность, куда помещают и штангенрейсмасс. Измерительную ножку штангенрейсмасса закрепляют в таком положении, чтобы ее поверхность с ребром находилась внизу, а плоская - сверху.

Измерение высоты бутылки. Измерительную ножку штангенрейсмасса 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 соприкасаться 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.