

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

САНКТ-ПЕТЕРБУРГСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ
ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ
ИНФОРМАЦИОННЫХ ТЕХНОЛОГИЙ, МЕХАНИКИ И ОПТИКИ

ИНСТИТУТ ХОЛОДА И БИОТЕХНОЛОГИЙ



Н.В. Баракова

**АНАЛИЗ СЫРЬЯ,
ПРИГОТОВЛЕНИЕ
ОСАХАРЕННОГО СУСЛА,
ЗРЕЛОЙ БРАЖКИ
И ЭТИЛОВОГО СПИРТА**

Учебно-методическое пособие



**Санкт-Петербург
2013**

УДК 663.5

Баракова Н.В. Анализ сырья, приготовление осахаренного сусла, зрелой бражки и этилового спирта: Учеб.-метод. пособие. – СПб.: НИУ ИТМО, 2013. – 37 с.

Описаны процессы приготовления и сбраживания осахаренного зернового сусла, перегонки бражки и получения этилового спирта. Даны контрольные вопросы для закрепления полученных знаний и навыков. Приведены таблицы для оформления отчета по лабораторной работе. Учебное пособие предназначено студентам специальности 260204 и магистрантам направления 260100 очной и заочной форм обучения.

Рецензент: доктор техн. наук, проф. А.Г. Новосёлов

**Рекомендовано к печати редакционно-издательским советом
Института холода и биотехнологий**



В 2009 году Университет стал победителем многоэтапного конкурса, в результате которого определены 12 ведущих университетов России, которым присвоена категория «Национальный исследовательский университет». Министерством образования и науки Российской Федерации была утверждена программа его развития на 2009–2018 годы. В 2011 году Университет получил наименование «Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики».

© Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет
информационных технологий, механики и оптики, 2013

© Баракова Н.В., 2013

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время при производстве этилового спирта основным видом сырья являются зерновые культуры.

Процесс получения этилового спирта состоит из следующих технологических операций: дробления зерна, приготовления замеса, водно-тепловой и ферментативной обработки замеса, получения и сбраживания осахаренного сусла, перегонки зрелой бражки.

Дробление сырья необходимо проводить таким образом, чтобы получить помол максимально мелкого и однородного состава. При тонком измельчении сырья улучшаются условия гидролиза его составных частей, в том числе частично целлюлозы и гемицеллюлозы клеточных стенок. Измельчение сырья до размеров частиц не более 0,25 мм позволит разваривать его при температуре не выше 100 °С.

Приготовление замеса заключается в смешивании измельченного сырья с водой и подогреве его до определенной температуры.

При водно-тепловой и ферментативной обработке зерна выбирают такой режим, чтобы провести процесс, при котором разрушается клеточная структура сырья и переходят в растворимое состояние крахмал и другие компоненты зернового сырья. Для гидролиза крахмала и получения сбраживаемых углеводов используют зерновой солод или ферментные препараты амилолитического действия. Для гидролиза некрахмалистых полисахаридов – целлюлозы, гемицеллюлозы (пентозанов, β-глюканов) – необходимы ферментативные системы целлюлолитического действия. Гидролиз белковых полимеров зерна требует использования ферментных препаратов протеолитического действия.

При осахаривании сусла из крахмалсодержащего сырья происходит ферментативный гидролиз (расщепление) полисахаридов, белков и других сложных веществ. При этом наиболее важным процессом является ферментативный гидролиз крахмала до сбраживаемых сахаров.

Спиртовое брожение представляет собой сложный биохимический процесс сбраживания дрожжевыми клетками углеводов в этанол. Для этого в сусло вводят определенное количество заранее размноженных дрожжей.

Зрелая бражка – полупродукт спиртового производства. Бражка сложна по составу, в ней содержатся: дрожжи, соли, несбраживаемые углеводы, красящие вещества, глицерин и др. Летучая часть бражки представлена водой, этиловым спиртом и его примесями –

кислотами, эфирами, альдегидами, высшими спиртами. В бражке свыше 50 различных летучих веществ, но лишь спирт и вода содержатся в ней в значительном количестве, поэтому ее можно рассматривать как бинарную систему.

Выделение этилового спирта из бражки и его очистка производятся путем ректификации. Под ректификацией понимают разделение бинарной или многокомпонентной жидкой системы на компоненты или фракции, различающиеся летучестью при одной и той же температуре. При кипении смеси, состоящей из различных по степени летучести компонентов, более летучий компонент переходит в паровую стадию. Процесс ректификации можно рассматривать как метод сложной многократной перегонки.

Ректифицированный спирт по составу должен удовлетворять требованиям, приведенным в табл. 1.

Таблица 1

Состав ректифицированного спирта

Показатели	Нормативные величины для разных сортов ректифицированного спирта			
	Люкс	Экстра	Высшей очистки	Первого сорта
Концентрация этилового спирта, об. %, не менее	96,3	96,5	96,2	96,0
Проба на чистоту с серной кислотой	Выдерживает			
Проба на окисляемость при 20 °С, мин, не менее	22	20	15	10
Массовая концентрация альдегидов в пересчете на уксусный, мг/дм ³ безводного спирта, не более	2	2	4	10
Массовая концентрация сивушного масла в пересчете на смесь изоамилового и изобутилового спиртов (3:1), мг/дм ³ безводного спирта, не более	2	3	4	15
Массовая концентрация сложных эфиров в пересчете на уксусно-этиловый, мг/дм ³ безводного спирта, не более	5	10	15	30
Объемная доля метилового спирта об. %, не более	0,03	0,03	0,05	0,05
Массовая концентрация кислот, мг/дм ³ безводного спирта, не более	8	12	15	20
Содержание фурфурола	Не допускается			

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

Цель лабораторной работы: приготовление и анализ осахаренного зернового сусла, зрелой бражки, получение и анализ этилового спирта.

Для этого необходимо:

- проанализировать состав сырья: определить массовое содержание влаги в зерне, в помеле зерна, определить условную крахмалистость сырья;
- подобрать и рассчитать ферментные препараты;
- приготовить замес с определенным содержанием сухих веществ, внести ферментные препараты;
- провести водно-тепловую обработку замеса;
- провести процесс осахаривания и проанализировать осахаренное сусло;
- внести дрожжи в осахаренное сусло;
- провести процесс брожения и проанализировать зрелую бражку;
- провести процесс перегонки и проанализировать полученный этиловый спирт.

1. Анализ зерна

Химический состав зерна зависит от культуры, сорта, почвенно-климатических условий, приемов агротехники, условий хранения и других факторов. В среднем зерно состоит из 14 % влаги и 86 % сухих веществ, из них в среднем 84 % органических и 2 % минеральных веществ.

Физико-химические показатели зерновых культур, применяемых при производстве спирта, приведены в табл. 2.

Таблица 2

Физико-химические показатели зерна, применяемого при производстве спирта

Показатели	Пшеница	Рожь	Овес	Кукуруза	Просо	Ячмень
Содержание, %:						
влаги	14–17	14–17	4–18	14–20	14–17	14–17
крахмала	48–57	46–53	34–40	58–60	42–60	43–55
сахаров	1,2–2,0	4,0–5,4	0,5–1,1	1,5–1,8	0,6–1,0	2,6–2,9
В том числе:						
моносахаридов	5,8	5,4	11,82	–	–	–
сахаров типа мальтозы	15,8	17,0	6,10	–	–	–
Сахарозы	57,3	59,6	24,3	–	–	–
Левулизанов	20,0	17,0	52,3	–	–	–

Показатели	Пшеница	Рожь	Овес	Кукуруза	Просо	Ячмень
Прочих сахаров (гексозы)	1,1	1,0	5,5	–	–	–
Пентозанов	6,2	10,2	14,4	6,1	–	10,5
Белка	12,1	9,0	10,3	9,9	10,6	9,5
Клетчатки	1,9	1,9	10,3	2,2	8,2	4,0
Золы	1,7–1,8	1,8–4,7	2,7–3,6	1,2–1,3	3,0–3,8	1,7–2,5
Гумми и слизи	1,9	1,7	4,8	4,4	3,9	2,1
Жиры	–	–	2,4	–	–	–
Натура г/дм ³	730–770	680	460	–	–	570–630

1.1. Определение массовой доли влаги

Определение массовой доли влаги в зерне выполняется на приборе Чижовой. Метод основан на обезвоживании анализируемого материала с помощью тепловой энергии инфракрасного излучения.

Приборы и реактивы: прибор чижовой, эксикатор, весы технические, пакеты, которые готовят из непроклеенной бумаги (140x200 мм). Листки складывают по диагонали пополам и загибают края так, чтобы они не доходили до края металлических плит на 5–10 мм.

Ход работы. Два пустых пакета помещают в прибор и нагревают в течение 5 мин при температуре 160 ± 2 °С. Затем их вынимают, охлаждают в эксикаторе в течение 2 мин и взвешивают с точностью до 0,0015 г. В сухие пакеты помещают навеску материала массой $5,00 \pm 0,01$ г и равномерно распределяют ее внутри пакета. Пакет с навесками размещают между плитами прибора, предварительно нагретого до 160 °С. Высушивают в течение 4–5 мин. Затем пакеты вынимают, охлаждают в эксикаторе 2 мин и взвешивают. Содержание влаги в зерне (%)

$$W = \frac{m - m_1}{m - m_2} 100, \quad (1)$$

где m – масса пакета с навеской до высушивания, г; m_1 – масса пакета с навеской после высушивания, г; m_2 – масса пакета, г.

Вычисления проводят с погрешностью не более $\pm 0,01$ %.

1.2. Определение условной крахмалистости зерна

Метод основан на растворении крахмала и других углеводов, содержащихся в зерне, и измерении величины угла вращения плоскости поляризации света сахаросодержащего раствора.

Угол вращения плоскости поляризации пропорционален концентрации оптически активного вещества.

Крахмал и другие сбраживаемые углеводы зерна переводят в раствор путем обработки при нагревании помола зерна раствором соляной кислоты. В полученном гидролизате определяют суммарный угол вращения самого крахмала и всех продуктов, образовавшихся при его гидролизе.

В гидролизатах преобладающими компонентами являются крахмал и декстрины. Но кроме них в гидролизатах содержатся пентозы, спирторастворимые углеводы, состоящие из моносахаридов (глюкозы и фруктозы), мальтоза и другие олигосахариды. В раствор переходят также несбраживаемые продукты частичного гидролиза таких компонентов зерна, как белок, гемицеллюлозы и пентозаны. Обладая оптической активностью, они влияют на величину показания прибора. Поэтому в результате анализа измеряют суммарный угол вращения.

Приборы и реактивы: мерная колба вместимостью 100 см³; водяная баня; термометр технический на 100 °С; микропипетка на 1 мл градуированная; сахариметр СУ-3; весы с точностью до 0,01 г; 1,124 %-й раствор соляной кислоты; 30 %-й раствор сульфата цинка; 15 %-й раствор калия гексациано-феррата; дистиллированная вода; бумажные складчатые фильтры; сухая колба.

При измельчении зерна на мельницах часть воды из него испаряется, содержание влаги в помоле в зависимости от конструкции мельницы и влажности зерна уменьшается (по сравнению с исходным зерном), поэтому условную крахмалистость в помоле пересчитывают на исходное зерно с учетом его влажности.

Ход работы. Навеску размолотого зерна массой 5,00±0,01 г помещают в сухую мерную колбу вместимостью 100 см³, вливают (в два приема по 25 см³) 50 см³ 1,124 %-го раствора соляной кислоты. После добавления первой порции раствора кислоты содержимое колб перемешивают до полного смачивания помола и исчезновения комочков.

Следующими 25 см³ раствора соляной кислоты смывают частицы муки со стенок горлышка колбы, а смесь осторожным вращатель-

ным движением перемешивают. Колбу с содержимым помещают на 15 мин в кипящую водяную баню.

В течение первых 3 мин, не вынимая колбы из бани, перемешивают содержимое круговыми движениями, а затем колбу оставляют в бане без перемешивания. При этом уровень воды в бане должен быть выше уровня жидкости в колбе, а вода должна непрерывно кипеть.

Через 15 мин колбу вынимают из бани и быстро добавляют в неё по 25–30 см³ холодной дистиллированной воды. Затем раствор охлаждают в холодной проточной воде.

Далее в колбу вливают 1 мл 30 %-го раствора сульфата цинка. После энергичного перемешивания вливают 1 мл 15 %-го раствора гексациано-(II)-ферроата калия и снова все перемешивают.

Объем содержимого колбы доводят дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают и фильтруют в сухую колбу через сухой складчатый фильтр. Во избежание испарения при фильтрации воронку покрывают часовым стеклом.

Измерение проводят в поляризованной кювете длиной 200 мл при температуре 20 °С, при анализе овса используют кювету длиной 100 мм, удваивая при этом полученные результаты.

Перед определением кювету ополаскивают исследуемым раствором, затем осторожно, чтобы в жидкость не попали пузырьки воздуха, заполняют её фильтратом, закрывают покровным стеклом и пробкой и досуха вытирают трубку снаружи.

Кювету с фильтратом помещают в камеру сахариметра (поляриметра) и снимают показатели по шкале прибора.

Проводят не менее трех отсчетов. Расхождения между результатами отсчетов не должны превышать погрешности используемого сахариметра. В противном случае проводят дополнительные отсчеты с использованием новых порций фильтрата.

Для расчета содержания сбраживаемых углеводов зерна пользуются расчетными коэффициентами, выведенными для каждой культуры на основе экспериментальных исследований. Эти коэффициенты имеют следующие значения: для картофеля – 1,775; ячменя – 1,912; овса – 1,914; ржи – 1,957; кукурузы – 1,849; риса – 1,866; проса и чемизы – 1,818; вики, гороха, чечевицы – 1,747; сорго и гаоляна – 1,865; гречихи – 1,805; тритикале – 1,894; тапиоки – 1,854; пшеницы – 1,813.

Условную крахмалистость зерна в пересчете на первоначальное содержание влаги в зерне, влаги в размолотом зерне (помоле) и засо-

ренности при использовании сахариметров и поляриметров с нормальной сахарной шкалой (%) вычисляют по формуле

$$X = \frac{KП(100 - W_1)100}{(100 - W_2)100}. \quad (2)$$

При использовании сахариметров (поляриметров) с круговой сахарной шкалой показания поляриметра ($П$) в формуле (2) делят на коэффициент перевода градусов круговой шкалы в градусы нормальной шкалы (на 0,3468).

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, расхождение между которыми при длине кюветы 200 мм не превышает 0,5 % и 1 % при длине кюветы 100 мм.

По полученному показанию сахариметра ($П$) рассчитывают условную крахмалистость анализируемой культуры зерна, умножая показания сахариметра (поляриметра) на соответствующий расчетный коэффициент.

Пример. Анализировали рожь с массовой долей влаги $W_1=15,0$ %. Массовая доля влаги в помолоте W_2 составила 14,2 %. Показание по шкале сахариметра СУ-3 равно $9,4^\circ$. Условная крахмалистость ржи

$$X = \frac{1,957 \cdot 9,4(100 - 15)100}{(100 - 14,2)100 \cdot 0,3468} = 52,73 \%. \quad (3)$$

2. Выбор и расчет ферментных препаратов

2.1. Выбор ферментных препаратов

В процессе приготовления осахаренного суслу 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 пенто-

занов необходимо вносить ксиланазу, при этом происходит снижение вязкости замесов.

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

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

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

Для дополнительного азотистого питания дрожжей после внесения глюкоамилазы и проведения процесса осахаривания сула 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 сула.

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.

2.2. Расчет ферментных препаратов

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

Пример. 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 небольшое 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:

$$\frac{50 \cdot 1}{80} = 0,625 \text{ мл.}$$

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

3. Приготовление и анализ осахаренного сусла

3.1. Приготовление помола зерна

Для приготовления помола зерна необходимой степени измельчения проводится неоднократное измельчение зерна с последующим рассевом на ситах разного диаметра.

Приборы и реактивы: лабораторная мельница; сито диаметром 1 мм; стакан для замеса; технические весы.

Ход работы. Помол зерна производят на лабораторной мельнице так, чтобы все размолотое зерно (помол) при просеивании прошло через сито с отверстиями диаметром 1 мм.

3.2. Приготовление замеса

Приготовление замеса заключается в смешивании измельченного сырья с водой в определенном соотношении – гидромодуль замеса. В данной лабораторной работе готовится высококонцентрированный замес с гидромодулем 1:2,5.

В 250 мл воды температурой 45–50 °С вносится рассчитанное количество ферментных препаратов *Дистицим БА* и *Дистицим XL*, засыпается 100 г помола зерна, замес тщательно перемешивается в течение 30 мин при температуре 50 °С.

3.3. Проведение водно-тепловой и ферментативной обработки замеса

Целью водно-тепловой и ферментативной обработки замеса является разрушение клеточной структуры компонентов зернового сырья и перевод их в растворенное состояние. Эффективность проведения данной технологической операции зависит от степени измельчения сырья, внесения комплекса ферментных препаратов, от температуры и длительности водно-тепловой и ферментативной обработки.

В данной лабораторной работе длительность обработки замеса составит 3 ч при температуре 70 °С.

3.4. Осахаривание суслу

Осахаривание суслу проводится с целью получения сбраживаемых углеводов. Процесс получения осахаренного суслу может быть описан зависимостью выхода сухих веществ – y от факторов – x_1, x_2, \dots, x_n .

Для исследования влияния каждого фактора на выход конечного продукта и определения наибольшего воздействия на значение конечного продукта, воспользуемся методом полного факторного эксперимента.

В качестве варьируемых параметров выбираются дозы внесения ферментных препаратов, в качестве выходного параметра – массовая доля сухих веществ в сусле.

Будет проведено исследование влияния четырех ферментных препаратов: амилалитического действия для разжижения крахмала – *Дистицим БА-Т* (X_1); целлюлолитического действия для гидролиза некрахмалистых полисахаридов – *Дистицим XL* (X_2); амилалитического действия для полного гидролиза крахмала – *Дистицим АГ* (X_3); протеолитического действия – *Дистицим Протацид-экстра* (X_4) для гидролиза белков и получения дополнительного азотистого питания дрожжей.

На основании технологической инструкции применения данных ферментных препаратов выбираем дозы внесения этих препаратов и интервалы варьирования.

Доза внесения *Дистицим БА-Т* – 2,5 ед. АС на 1 г крахмала; интервал варьирования $\Delta = 0,5$.

Дистицим XL – 2,5 ед. КС на 1 г крахмала; интервал варьирования $\Delta = 0,5$.

Дистицим АГ – 6,0 ед. ГЛС на 1 г крахмала; интервал варьирования $\Delta = 0,5$.

Дистицим Протацид-экстра – 0,3 ед. ПС на 1 г крахмала; интервал варьирования $\Delta = 0,1$.

Матрица эксперимента приведена в табл. 3.

Таблица 3

Матрица эксперимента четырёх факторов на двух уровнях

№ П/П	Значения факторов в кодированных единицах				Натуральные значения факторов, мл				Выход экстракта, %
	X_1	X_2	X_3	X_4	X_1	X_2	X_3	X_4	
1	–	–	–	–					
2	+	–	–	+					
3	–	+	–	+					
4	+	+	–	–					
5	–	–	+	+					
6	+	–	+	–					
7	–	+	+	–					
8	+	+	+	+					

Во время проведения лабораторной работы группа делится на восемь подгрупп, и каждая подгруппа готовит свой образец.

Температурные и временные параметры водно-тепловой и ферментативной обработки замесов приведены в разделе 3.3.

По окончании процесса водно-тепловой и ферментативной обработки замес охлаждается до 60 °С, вносится рассчитанное количество ферментного препарата *Дистицим АГ*. Осахаривание проводится в те-

чение 30 мин. Затем сусло охлаждается до 58 °С и вносится ферментный препарат *Дистицим Протацид-экстра*. Проводится тщательное перемешивание сусла в течение 10 мин. Затем отбирается и фильтруется 10 мл сусла для определения в фильтрате содержания сухих веществ. Полученные результаты заносятся в табл. 1.

Проводится математическая обработка полученных результатов в программе Microsoft Excel. После получения уравнения регрессии обсуждаются полученные результаты, делается общий вывод о проделанной работе.

Приборы и реактивы: стакан для замеса, термометр технический на 100 °С, стеклянная палочка, водяная баня.

Ход работы. В мерных цилиндрах на 20 мл приготовить растворы ферментных препаратов. Для этого 1 мл ферментного препарата разбавляется дистиллированной водой до объема 20 мл.

Для гидролиза некрахмалистых полисахаридов в отмеренное количество воды (250 мл) температурой 45–50 °С внести рассчитанное количество ферментного препарата, содержащего α -амилазу, и рассчитанное количество ферментного препарата.

Затем внести 100 г помола зерна, хорошо перемешать. Выдерживать замес при температуре 70 °С в течение 3 ч при постоянном перемешивании. По окончании проведения водно-тепловой и ферментативной обработки замес охладить до температуры 60 °С, внести рассчитанное количество ферментного препарата, содержащего глюкоамилазу, выдерживать замес при этой температуре в течение 30 мин при постоянном перемешивании. Охладить замес до температуры 58 °С. Внести рассчитанное количество ферментного препарата, содержащего протеазу, выдерживать в течение 10 мин при постоянном перемешивании. Провести анализ полученного осахаренного сусла.

3.5. Анализ осахаренного сусла

Определение органолептических показателей

Органолептические показатели осахаренного сусла определяют визуально. Осахаренное сусло должно иметь светло-желтый или желтый цвет и не иметь запаха пригоревшего хлеба.

Определение массовой концентрации сухих веществ

Анализ проводят в фильтрате суслу с применением сахариметра или рефрактометра.

Пример. Анализировали фильтрат суслу температурой 18 °С. Показания сахариметра 15,8 %. Массовая концентрация сухих веществ равна $15,8 - 0,11 = 15,69$ %.

Определение титруемой кислотности

Кислотность суслу определяют титрометрическим методом, выражая ее в градусах. Один градус кислотности соответствует 10 см³ раствора гидроксида натрия, расходуемого на нейтрализацию кислот, содержащихся в 20 см³ фильтрата суслу (концентрация NaOH = 0,1 моль/дм³).

Приборы и реактивы: стеклянная палочка, фарфоровая чашка; белая пластинка; коническая колба на 50 см³ раствора гидроксида натрия концентрации 0,1 моль/дм³; 0,1%-й раствор метилового красного.

Ход работы. 20 см³ фильтрата бражки помещают в фарфоровую чашку и, помешивая стеклянной палочкой, титруют раствором гидроксида натрия с концентрацией 0,1 моль/дм³. Периодически проверяют реакцию среды. Для этого на белой кафельной плитке каплю жидкости смешивают с каплей 0,1 %-го раствора метилового красного.

Титрование ведут до получения капли желтой окраски, указывающей на нейтральную реакцию. Контролем служит капля раствора индикатора и дистиллированной воды. Кислотность суслу рассчитывается по объему израсходованного раствора гидроксида натрия, деленному на 10. Кислотность суслу должна быть в пределах 0,2–0,35°.

Пример. На титрование 20 см³ пшеничного суслу израсходовали 2,5 см³ раствора гидроксида натрия с поправочным коэффициентом 1,045. Расход раствора гидроксида натрия концентрации 0,1 моль/дм³ составит $1,5 \times 1,045 = 2,61$ см³. Кислотность суслу равна

$$C_k = \frac{2,61}{10} = 0,26^\circ.$$

Определение массовой концентрации сбраживаемых углеводов

Анализ проводят фотоэлектроколориметрическим методом с применением антронового реагента.

Приборы и реактивы: пробирки с пришлифованной пробкой вместимостью 20 см³; антроновый реактив; дистиллированная вода; цилиндры мерные на 10 мл; водяная баня; термометр технический на 100 °С; фотоэлектроколориметр; бумажные складчатые фильтры; сухая колба.

Ход работы. Для проведения анализа фильтрат суслу фильтруют через бумажный складчатый фильтр. Из полученного фильтрата отбирают 5 см³ фильтрата суслу, разбавляют до 200 см³ дистиллированной водой при 20 °С и перемешивают. Из полученного раствора отбирают 5 см³ фильтрата суслу, вторично разбавляют дистиллированной водой так, чтобы в растворе содержалось от 5 до 10 % углеводов.

В пробирку с пришлифованной пробкой вместимостью 20 см³ наливают 5 см³ антронового реактива, затем осторожно по стенке пробирки приливают 2,5 см³ разбавленного анализируемого раствора так, чтобы жидкости не смешивались, а образовывали два слоя.

Параллельно готовят контрольную пробу, добавляя к 5 см³ антронового реактива 2,5 см³ дистиллированной воды.

Пробирки плотно закрывают пробками, энергично перемешивают содержимое пробок в течение 10 с и погружают в бурнокипящую водяную баню на 6 мин, затем их помещают в баню с проточной холодной водой и охлаждают до комнатной температуры.

Интенсивность образовавшейся сине-зеленой окраски измеряют на фотоэлектроколориметре КФК-3 при светофильтрах с $\lambda = 590$ нм и $\lambda = 440$ нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 5 мм, сравнивая с контрольным раствором.

В результате измерения получают два значения оптической плотности D_1 и D_2 .

Используя полученные значения оптических плотностей на КФК-3, вычисляют массовую концентрацию сбраживаемых углеводов (г/100 см³) по формуле

$$C_{\text{п.у}} = \frac{(21,33D_1 - 16,84D_2)n}{10^3}, \quad (4)$$

где $D_{1,2}$ – величины оптической плотности при 590 и 440 нм соответственно; n – кратность разбавления; 10^3 – множитель для перевода миллиграммов в граммы.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать $\pm 2,5$ % относительных.

Пример. Анализировали сусло, приготовленное из пшеницы. Массовую концентрацию сбраживаемых углеводов определяли по формуле 4. Коэффициент разбавления n равен

$$n = \frac{200}{5} \cdot \frac{200}{5} = 1600.$$

После разбавления и реакции с антроновым реактивом получили растворы, оптическая плотность которых равна $D_1 = 0,421$ и $D_2 = 0,150$.

$$C_{p,y} = \frac{(21,33 \cdot 0,421 - 16,84 \cdot 0,150)1600}{1000} = 9,526 \text{ г} / 100 \text{ см}^3.$$

4. Получение и анализ зрелой бражки

Брожение – заключительный этап сложного превращения сахара в спирт.

4.1. Приготовление дрожжевой разводки

Для сбраживания осахаренного сусла используют чистую культуру дрожжей, сухие спиртовые дрожжи или прессованные хлебопекарные. Используемые дрожжи должны обладать высокой бродильной способностью, содержать не более 3 % мертвых клеток и не давать нарастания кислотности.

При использовании разводки чистой культуры дрожжей необходимо определить концентрацию дрожжевых клеток в чистой культуре (млн/мл), рассчитать необходимое для внесения в осахаренное сусло количество чистой культуры (в миллилитрах) исходя из того, что величина засева дрожжей должна составлять 10–20 млн/мл осахаренного сусла.

Прессованные хлебопекарные дрожжи необходимо развести в 30 мл осахаренного сусла температурой 30 °С из расчета 6–10 г дрожжей на 1 дм³ сусла. Через 20–30 мин дрожжевую суспензию внести в осахаренное сусло.

Сухие спиртовые дрожжи необходимо реактивировать следующим образом: на 100 г осахаренного сусла следует взять: 2 мл воды температурой 30 °С; 0,1 г сахара; 0,05 г сухих дрожжей. Приготовленный раствор поставить на качалку на 30 мин, затем разбраживать при температуре 30 °С в течение 1–2 ч, но не более. Приготовленную дрожжевую разводку внести в осахаренное сусло.

4.2. Анализ процесса брожения

Брожение проводится при температуре 30 °С в течение 48–72 ч. Содержание CO₂ в процессе брожения рассчитывается следующим образом:

Величина массы исходной колбы с суслом минус величина массы колбы после 18, 42, 70 ч брожения.

Например: исходный вес колбы с суслом 439,85 г. Вес колбы после 18 ч брожения 431,544 г, следовательно, количество выделившегося CO₂ на 18-й ч брожения составит: 439,85 – 431,544 = 8,3 г и т. д.

Пипеткою отбирают 1 мл бражки, переносят в мерную колбу на 100 мл и доводят водой объем до метки. Раствор подкрашивают и считают клетки в камере Горяева. Потом суммируют количество клеток по пяти квадратам. Результат умножается на 5.

Для определения выхода спирта необходимо знать вес бражки на конец брожения. Вес бражки на конец брожения равен весу колбы (без гидрозатвора) минус вес пустой колбы (без гидрозатвора).

Расчет выхода спирта производился по формуле

$$B = \frac{m_{\text{бр}} V_{\text{сп}}}{m_{\text{кр}}}, \quad (5)$$

где $m_{\text{бр}}$ – вес зрелой бражки, г; $V_{\text{сп}}$ – объемная концентрация спирта, %; $m_{\text{кр}}$ – вес крахмала сырья, г.

Пример. Вес бражки 225 г; крепость полученного спирта – 9,0 % об; содержание крахмала в зерне – 31 г.

$$\frac{225 \cdot 9,0}{31} = 65,3 \text{ мл спирта из 100 г усл. крахмала.}$$

4.3. Анализ зрелой бражки

Определение органолептических показателей зрелой бражки

Нормальная бражка должна иметь кислый спиртовой вкус без наличия какой-либо горечи. Цвет бражки должен быть светло-коричневым (обычно светлее исходного затора). Темно-коричневый цвет и горьковатый вкус указывают на переваривание массы. Масляно-кислый неприятный запах свидетельствует о наличии в бражке инфекции. Серая поверхность бражки и неприятный уксусно-кислый запах указывают на инфицирование бражки уксусно-кислыми бактериями.

Определение видимой концентрации сухих веществ

Видимую концентрацию сухих веществ определяют в фильтрате бражки сахариметром. Значение видимой концентрации сухих веществ в бражке зависит в первую очередь от содержания в ней спирта, который занижает истинную концентрацию сухих веществ. В фильтрате бражки содержится в среднем 3,5 % сухих веществ, из них сбраживаемых углеводов – всего 0,15–0,45 %.

Определение концентрации спирта

Концентрацию спирта в бражке определяют погружением рефрактометра или пикнометра в дистиллят, полученный после перегонки бражек, или ареометром, градуированным в об. %.

Приборы и реактивы: перегонная установка, мерная колба на 100 см³, термометр, мерная колба на 200 см³, цилиндр, ареометр.

Ход работы. 100 см³ фильтрата бражки, отмеренных мерной колбой при 20 °С, предварительно нейтрализуют раствором гидроксида натрия концентрацией 1 моль/дм³ и помещают в мерную колбу вместимостью 200–250 см³. Мерную колбу ополаскивают 50 см³ дистиллированной воды, сливая ее в перегонную колбу.

Перегонную колбу соединяют через каплеуловитель с прямоточным или шариковым холодильником и проводят перегонку.

Приемной колбой для сбора дистиллята служит та же мерная колба, которой отмеривали анализируемую бражку. В приемную колбу наливают 10–15 см³ дистиллированной воды и погружают в неё уз-

кий конец стеклянной трубки холодильника для получения водяного затвора. Затем колбу помещают в баню с холодной водой или со льдом и начинают перегонку.

Перегонная установка должна отвечать требованиям герметичности. После заполнения приемной колбы дистиллятом примерно наполовину ее опускают так, чтобы конец трубки холодильника не погрузился в дистиллят. Конец трубки холодильника ополаскивают 5 см³ дистиллированной воды и продолжают перегонку без водяного затвора.

После заполнения дистиллятом 4/5 объема приемной колбы перегонку прекращают, доливают объем до метки дистиллированной водой при температуре 20 °С и перемешивают, переливают в сухой цилиндр для ареометров и измеряют концентрацию спирта в полученном дистилляте бражки.

Измерить концентрацию спирта в полученном дистилляте бражки можно также с помощью рефрактометрического метода (с помощью погружного рефрактометра) либо пикнометрическим методом (с помощью пикнометра). Пикнометрический метод основан на определении концентрации спирта по плотности водно-спиртового раствора, измеряемой с помощью пикнометра при температуре 20 °С. По полученной плотности водно-спиртового раствора, руководствуясь «Таблицами для определения содержания этилового спирта в водно-спиртовых растворах», вычисляют концентрацию этилового спирта в процентах (от объема).

Определение истинной концентрации сухих веществ в бражке

Для определения истинной концентрации сухих веществ в бражке необходимо остаток, полученный после отгона спирта, восстановить до первоначального объема, профильтровать и измерить содержание сухих веществ на рефрактометре.

Определение титруемой кислотности бражки

Титруемую кислотность в фильтрате бражки определяют титрованием и выражают в градусах. Один градус кислотности соответствует 10 см³ раствора гидроксида натрия с концентрацией 0,1 моль/дм³, который расходуется на нейтрализацию кислот, содержащихся в 20 см³ фильтрата бражки.

Приборы и реактивы: стеклянная палочка, фарфоровая чашка; белая пластинка; коническая колба на 50 см³ раствора гидроксида натрия концентрацией 0,1 моль/дм³; 0,1 %-й раствор метилового красного.

Ход работы. 20 см³ фильтрата бражки помещают в фарфоровую чашку и, помешивая стеклянной палочкой, титруют раствором гидроксида натрия концентрацией 0,1 моль/дм³, который расходуется на нейтрализацию кислот, содержащихся в 20 см³ фильтрата. Периодически после вливания раствора щелочи анализируемую жидкость перемешивают и проверяют реакцию среды. Для этого каплю жидкости смешивают на белой фарфоровой пластинке с каплей 0,1 %-го раствора метилового красного. Титрование ведут до получения капли желтой окраски, указывающей на нейтральную реакцию.

Определив кислотность (кислотность в нормальной бражке должна быть в пределах 0,35–0,50°), устанавливают нарастание кислотности в процессе брожения, вычитая из полученного значения величину кислотности сусла. При нормальном процессе брожения нарастание кислотности в бражке не должно превышать 0,2°.

Пример. Анализировали зрелую бражку. Кислотность исходного сусла 0,24°. На титрование 20 см³ фильтрата бражки пошло 3,6 см³ раствора NaOH концентрацией 0,1 моль/дм³ с поправочным коэффициентом 1,06 (поправочный коэффициент определяет лаборант, приготовивший раствор). Кислотность бражки равна

$$\frac{3,82}{10} = 0,38^\circ.$$

Нарастание кислотности составило $0,38^\circ - 0,24^\circ = 0,14^\circ$.

Определение активной кислотности бражки

В спиртовом производстве необходимо определять методом прямой потенциометрии активную кислотность среды – концентрацию водородных ионов. Величина рН имеет большое значение для жизнедеятельности дрожжей и действия ферментов. рН зернового сусла находится в пределах 5,1–5,5.

Приборы и реактивы: потенциометр.

Ход работы. Перед началом определения прибор настраивают и проверяют по контрольным растворам, в качестве которых использу-

ют стандартные буферные растворы, имеющие определенную концентрацию водородных ионов.

Результаты параллельных определений вычисляют до второго десятичного знака и округляют до первого десятичного знака.

Определение массовой концентрации растворимых несброженных углеводов

Метод основан на расщеплении сахаров в сильноокислой среде сложных углеводов до моносахаров с последующей их дегидратацией и образованием оксиметилфурфурола, который в реакции с антроном образует комплексное соединение синевато-зеленого цвета. Интенсивность образовавшейся окраски измеряют на фотоколориметре.

Приборы и реактивы: пробирки с пришлифованной пробкой вместимостью 20 см³; антроновый реактив; дистиллированная вода; цилиндры мерные на 10 мл; водяная баня; термометр технический на 100 °С; фотоэлектроколориметр; бумажные складчатые фильтры; сухая колба.

Ход работы. Отобранную пробу бражки фильтруют сначала через полотняный, а затем через бумажный фильтр. Фильтрат разбавляют водой так, чтобы в 100 см³ разбавленного раствора содержалось от 4 до 10 мг углеводов (примерно в 50–100 раз). В разбавленном растворе определяют содержание несброженных углеводов. 5 см³ фильтрата бражки разбавляют при температуре 20 °С в 50 см³ дистиллированной воды и перемешивают.

В пробирку с пришлифованной пробкой вместимостью 20 см³ наливают 5 см³ антронового реактива, затем осторожно по стенке пробирки вливают 2,5 см³ разбавленного анализируемого раствора так, чтобы жидкости не смешивались, а образовывали два слоя.

Параллельно готовят контрольную пробу, добавляя к 5 см³ антронового реактива 2,5 см³ дистиллированной воды.

Пробирки плотно закрывают пробками, энергично перемешивают содержимое пробок в течение 10 с и погружают на 6 мин в бурно кипящую водяную баню, затем их помещают в баню с проточной холодной водой и охлаждают до комнатной температуры.

Одновременно можно анализировать до 14–20 различных проб. В этом случае необходимо вначале налить в пробирки антроновый реактив, а затем доливать испытуемые растворы, и только после этого

смешивать жидкость (одновременно по две пробы), отмечая время по секундомеру.

Количество растворенных несброженных углеводов определяется по формуле (4). Эти данные приведены в разделе 3.5.

Пример. Фильтрат бражки разбавили в 50 раз дистиллированной водой. После реакции с антроновым реагентом и последующего колориметрирования получили величины оптической плотности $D_1 = 0,300$ и $D_2 = 0,120$.

Массовая концентрация растворимых несброженных углеводов в бражке

$$C_{\text{общ}} = \frac{(21,33 \cdot 0,300 - 16,84 \cdot 0,120)50}{1000} = 0,216 \text{ г} / 100 \text{ см}^3.$$

Определение массовой концентрации нерастворенного крахмала

В бражке углеводы находятся как в растворимой (сахара, олигосахариды, декстрины), так и в нерастворимой (крахмал) формах. Для определения нерастворённого крахмала в исходной бражке проводят гидролиз крахмала 0,4 %-м раствором серной кислоты, после чего определяют массовую концентрацию общих растворимых углеводов антроновым фотоэлектроколориметрическим способом.

Из средней пробы бражки отбирают в стеклянные стаканчики две навески массой $25,00 \pm 0,01$ г каждая. В одной навеске определяют массовую концентрацию общих несброженных углеводов, а в другой – массовую концентрацию растворимых углеводов, состоящих из декстринов и сахаров.

Для определения массовой концентрации общих углеводов навеску бражки смывают 75 см^3 0,4 %-го раствора серной кислоты в мерную колбу вместимостью 200 см^3 . Колбу с содержимым помещают в кипящую водяную баню и выдерживают для гидролиза крахмала 15 мин. Затем колбу вынимают и охлаждают до температуры $20 \pm 0,002$ °С, объём доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают, фильтруют. В фильтрате проводят определение концентрации общих углеводов $C_{\text{общ}}$ (см. формулу (4)).

Одновременно в другой навеске бражки определяют растворимые углеводы $C_{\text{р.у.}}$. Для этого вторую навеску бражки переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3 , доливают до метки дистиллирован-

ной водой, перемешивают, фильтруют и в фильтрате определяют углеводы колориметрическим антроновым методом по формуле (4).

Массовую концентрацию нерастворённого крахмала ($C_{н.кр}$) определяют по разности

$$C_{н.кр} = 0,9(C_{общ} - C_{р.у}), \quad (7)$$

где 0,9 – коэффициент перевода сахара в крахмал.

5. Перегонка зрелой бражки и анализ этилового спирта

Этиловый спирт, полученный в результате перегонки бражки, вместе с сопутствующими летучими примесями (эфирами, альдегидами, кислотами и высшими спиртами) называется спирт-сырец.

В результате очистки этилового спирта-сырца от сопутствующих летучих примесей с помощью ректификации получают спирт этиловый ректифицированный.

5.1. Перегонка бражки на установке «Экстра 300»

Перед началом перегонки ознакомиться с инструкцией, прилагающейся к установке, в которой описан принцип действия устройства и порядок работы на нем.

Режим дистилляции

Зрелую бражку отфильтровать на центрифуге. Фильтрат залить в кубовую часть установки, включить подачу холодной воды в дефлегматор, а также нагрев кубовой части установки, полностью открыть колесико отбора проб. Через час от начала перегонки из одного литра фильтрата бражки должно получиться 150–200 мл спирта-сырца крепостью 40 % об.

Режим ректификации

В центре процесса ректификации лежит взаимодействие двух потоков – жидкости и пара. Пар конденсируется в дефлегматоре, и конденсат направляется вниз навстречу пару. В каждой точке колонны идет взаимодействие жидкости и пара. Жидкость, сбегая вниз, отдает бегущему вверх пару легкокипящие фракции, а пар, текущий вверх, отдает бегущей вниз жидкости низкокипящие фракции.

Жидкость и пар в любой точке колонны находятся в состоянии фазового равновесия: чуть перегреть колонну, и всё превратится в пар (и колонна захлебнется: начнет «плевать» через атмосферный штуцер), чуть-чуть уменьшить тепло, и пар, переохлажденный жидкостью, рухнет в емкость – сразу резко падет отбор спирта.

Перед началом процесса ректификации (очистки спирта от примесей) необходимо залить дистиллят в кубовую часть колонны. После прогрева жидкости и начала процесса ректификации необходимо закрыть узел отбора проб и дать колонне для прогрева активной ее зоны «поработать на себя» в течение 20–30 мин.

Отбор головных фракций – ацетона и альдегидов – проводится со скоростью 2,5 мл/мин, или 50 капель в 1 мин. Количество головных фракций составляет 10 % от количества абсолютного спирта, введенного в колонну с дистиллятом.

Иначе, если мы в кубовую часть колонны поместили 200 мл дистиллята крепостью 40 об. %, то количество абсолютного спирта, введенное в колонну, составит 20 мл, и количество головных примесей, которые необходимо отобрать, составит 2 мл, что соответствует 40 каплям, а время отбора головных фракций будет равно 48 с.

Отбор ректифицированного спирта проводим со скоростью 5 мл/мин, (т. е. 100 капель в 1 мин), следовательно, количество отобранного спирта составит 164 мл, время отбора спирта – 32,8 мин.

Отбор хвостовых фракций проводится со скоростью 100 капель в 1 мин. Количество хвостовых фракций – 2 мл, время отбора – 24 с.

5.2. Анализ этилового спирта

Определение органолептических показателей спирта

Определение органолептических показателей спирта производится после его разбавления умягченной водой до крепости 40 % и охлаждения до температуры 20 ± 2 °С.

Органолептические показатели ректифицированного спирта оцениваются по десятибалльной системе. Высшая оценка 10 баллов присваивается спирту при следующих условиях:

– по цвету и прозрачности, если он безукоризненно бесцветен и прозрачен, – 2 балла;

– по аромату: имеет нормальный, чисто спиртовой аромат, при отсутствии какого бы то ни было постороннего запаха– 4 балла;

– по вкусу: имеет нормальный вкус спирта, без резкой жгучести и при отсутствии горького или сладковатого привкуса– 4 балла.

Ход работы. Определение внешнего вида (прозрачности) и цвета. Две сухие пробирки, одинаковые по цвету стекла и размеру, в одну из которых помещают 10 см³ анализируемого спирта, а в другую 10 см³ дистиллированной воды. Сравнивают цвет, оттенок обеих жидкостей и определяют в проходящем свете наличие механических примесей в испытуемом спирте.

Определение запаха и вкуса. Анализируемый спирт разбавляют питьевой водой до концентрации 40 % при температуре 20 °С в склянке или цилиндре с притертой пробкой, энергично перемешивают, охлаждают до комнатной температуры, наливают в дегустационный бокал и определяют вкус и запах. При наличии спиртовых эталонов следует проводить сравнительную дегустацию. Одновременно допускается дегустирование не более 5 образцов спирта, причем такая последовательность, при которой образцы заведомо лучшего качества, испытываются вначале.

Определение объемной доли (концентрации) этилового спирта

Объемную долю спирта определяют специальным стеклянным ареометром. Ареометр для спирта имеет постоянную массу, его показания основаны на зависимости между относительной плотностью водно-спиртового раствора и плотностью содержащегося в нем этилового спирта.

Объемную долю этилового спирта (концентрацию) в водно-спиртовых растворах выражают в процентах, которые показывают количество объемных частей безводного спирта в 100 объемных частях водно-спиртового раствора при температуре 20 °С.

Например, если при температуре 20 °С в 1 дм³ водно-спиртового раствора содержится 0,96 дм³ безводного спирта, то концентрация этого раствора равна 96 %.

Деление шкалы этих ареометров при температуре 20 °С показывает содержание спирта в растворе в объемных процентах.

Ход работы. Подготовка ареометра к работе.

Для измерения концентрации этилового спирта водно-спиртовой раствор осторожно по стенке, во избежание появления пузырьков воздуха, наливают в стеклянный цилиндр.

Цилиндр с водно-спиртовым раствором помещают в водяную баню при температуре 20 °С, в цилиндр опускают термометр и ареометр и выдерживают в течение 10 мин, не допуская изменений температуры. Отсчет показаний ареометра проводят по нижнему краю мениска с точностью до 0,2 наименьшего деления.

Определение чистоты спирта

Метод основан на реакции окисления концентрированной серной кислотой посторонних органических примесей в спирте.

Ход работы. Анализируемый спирт в объеме 10 см³ помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³ и быстро (в три-четыре приема) при постоянном перемешивании добавляют 10 см³ концентрированной серной кислоты. Полученную смесь при постоянном вращении колбы тотчас же нагревают на электроплитке до тех пор, пока не появляются пузырьки, выходящие на поверхность жидкости с образованием пены. Смесь нагревают в течение 30–40 с с момента начала нагревания. Для этого площадь обогреваемой части плитки должна быть около 3 см², а остальная обогреваемая часть покрыта асбестом.

Содержимое колбы охлаждают, переливают в пробирку с притупленной пробкой и сравнивают окраску смеси с окраской спирта, а затем с окраской серной кислоты, которую предварительно помещают в аналогичные пробирки в равных количествах.

Результаты анализа считают положительными, если при просмотре сверху вниз в направлении оси пробирки на белом фоне при дневном свете или при освещении лампами дневного света окраска смеси совпадает с окраской испытуемого спирта и серной кислоты.

Определение наличия фурфурола

Фурфурол (C₅H₄O₂) образуется в процессе перегонки бражки в результате подгорания клетчатки.

Метод основан на реакции взаимодействия фурфурола с анилином и образования окрашенных растворов оранжевого или красного цвета в присутствии соляной кислоты.

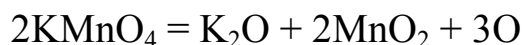
Проба на фурфурол определяется в ректифицированном спирте, полученном из зерно-картофельного сырья. В ректифицированном спирте, изготовленном из сахаросодержащего сырья, а также в спирте-сырце проба на фурфурол не определяется.

Ход работы. В пробирку вместимостью 20 см³ с пришлифованной пробкой вносят при помощи капельницы 10 капель анилина, 3 капли соляной кислоты плотностью 1,188 г/см³ и 10 см³ испытуемого спирта. Пробирку закрывают пробкой, ее содержимое перемешивают и выдерживают при комнатной температуре.

Если в течение 10 мин раствор остается бесцветным, то он не содержит фурфуrolа. Появление красного цвета указывает на наличие фурфуrolа.

Определение окисляемости спирта

Проба на окисляемость основана на определении времени, в течение которого перманганат калия раскисляется некоторыми примесями в спирте по схеме



В результате этого раскисления окраска раствора изменяется с красно-фиолетовой на желто-розовую. Проба с KMnO_4 наиболее чувствительна к непредельным альдегидам, присутствие которых в спирте даже в незначительных количествах ускоряет раскисление. Чем больше непредельных соединений содержится в спирте, тем быстрее идет реакция раскисления.

Результаты этого определения дают лишь приблизительное представление о чистоте спирта и ничего не говорят о характере и количестве примесей.

Ход работы. В цилиндр вместимостью 50 см³ с пришлифованной пробкой наливают анализируемый спирт до метки. Цилиндр со спиртом погружают в водяную баню с постоянной температурой 20 °С. Затем к спирту прибавляют 1 см³ 0,02 %-го раствора перманганата калия, закрывают цилиндр пробкой, содержимое перемешивают и вновь погружают в водяную баню при температуре 20 °С.

Цилиндр с содержимым выдерживают в бане до тех пор, пока красно-фиолетовая окраска смеси, постепенно изменяясь, не достигнет окраски эталона.

После этого цилиндр вынимают из водяной бани и сравнивают окраску анализируемого спирта с окраской эталона, помещенного в аналогичный цилиндр. Время совпадения окраски в минутах принимают за окончание реакции окисления.

6. Методические указания по составлению отчета и защите лабораторной работы

Данная лабораторная работа проводится по методу группового решения поставленных задач. Группа студентов разбивается на восемь подгрупп, каждая из которых готовит свой образец и проводит с ним все необходимые технологические операции по получению и анализу осахаренного зернового сусла, зрелой бражки, этилового спирта. Поэтому отчет о проделанной работе составляется один на всю группу.

Защита лабораторной работы проводится индивидуально каждым студентом. Для защиты лабораторной работы необходимо представить заполненный отчет и самостоятельно составленную карту теххимического контроля спиртового производства с указанием и точек отбора проб и методов определения технологических показателей.

6.1. Составление отчета

В ходе выполнения лабораторной работы были проведены необходимые расчеты сырья и ферментных препаратов, а также анализ сырья и полупродуктов спиртового производства, выполнены технологические операции по получению этилового спирта из зернового сырья.

1. Для проведения лабораторной работы использовалось зерно, физико-химические показатели которого приведены в табл. 4.

Таблица 4

Физико-химические показатели сырья

№ п/п	Наименование культуры	Влажность зерна, %	Влажность помола, %	Содержание сухих веществ в помеле, %	Крахмалистость, %

2. Для получения осахаренного сусла использовались ферментные препараты, характеристика которых дана в табл. 5.

Таблица 5

Характеристика ферментных препаратов

Наименование ферментного препарата	Основной фермент	Активность, Ед/мл	Доза внесения ферментного препарата	Действие фермента	Оптimum действия		Количество вносимого препарата, разбавленного 1:20, мл
					°С	рН	

3. Режим приготовления осахаренного сусла включал в себя следующие технологические операции:

(Указать температуру и время приготовления осахаренного сусла)

4. Результаты проведенного эксперимента о влиянии ферментных препаратов на выход сухих веществ в процессе проведения водно-тепловой и ферментативной обработки представлены в табл. 6.

Таблица 6

Матрица эксперимента

№ п/п	Значения факторов в кодированных единицах				Натуральные значения факторов, мл				Выход экстракта, %
	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	
1	-	-	-	-					
2	+	-	-	+					
3	-	+	-	+					
4	+	+	-	-					
5	-	-	+	+					
6	+	-	+	-					
7	-	+	+	-					
8	+	+	+	+					

В результате математической обработки экспериментальных данных в программе Microsoft Excel было получено уравнение регрессии вида

(Привести полученное уравнение и провести анализ его коэффициентов)

В результате проведенных экспериментов установлено, что: _____

5. Физико-химические показатели осахаренного сусла приведены в табл. 7.

Таблица 7

Показатели осахаренного сусла

№ образца	Массовая доля сухих веществ, %	Содержание сбраживаемых углеводов, г/100 см ³	Кислотность сусла, град	рН сусла
1				
2				
3				
4				
5				
6				
7				
8				

6. Для проведения процесса брожения была приготовлена и внесена в осахаренное сусло дрожжевая разводка. Брожение проводилось при температуре 30 °С в течение 72 ч. По окончании процесса брожения был проведен анализ зрелой бражки, физико-химические показатели которой приведены в табл. 8.

Таблица 8

Физико-химические показатели зрелой бражки

№ образца	Содержание углеводов, г/100 см ³			Кислотность бражки, град	рН бражки	Содержание алкоголя, % об.
	$C_{\text{общ}}^*$ г/100 см ³	$C_{\text{р.у}}^{**}$ г/100 см ³	$C_{\text{н.к}}^{***}$ г/100 см ³			
1						
2						
3						
4						
5						
6						
7						
8						

Примечание. * $C_{\text{общ}}$ – общее количество растворимых углеводов; ** $C_{\text{р.у}}$ – количество несброженных углеводов; *** $C_{\text{н.к}}$ – количество нерастворенного крахмала

7. Для получения этилового спирта использовалась установка «Экстра-300», был проведен процесс перегонки бражки, получен этиловый спирт, выполнен анализ этилового спирта (табл. 9).

Таблица 9

Показатели этилового спирта

Органолептические показатели	Балльная оценка	Содержание алкоголя, % об.	Проба спирта на чистоту	Проба спирта на окисляемость, мин	Наличие фурфурола
Внешний вид					
Запах					
Вкус					

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Метод определения условной крахмалистости зерна.
2. Какие ферментные препараты вносятся на стадии водно-тепловой подготовки замеса?
3. Какие ферментные препараты вносятся на стадии осахаривания сусле?
4. Методы определения сбраживаемых углеводов в сусле.
5. Физико-химические показатели осахаренного сусле.
6. Приготовление дрожжей для сбраживания сусле.
7. Основные штаммы спиртовых дрожжей.
8. Основные показатели зрелой бражки.
9. Допустимая величина нарастания кислотности сусле.
10. Органолептические, физико-химические показатели спирта.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. **Грачева И.М.** Технология ферментных препаратов. – М.: Элевар, 2000.– 512 с.
2. **Меледина Т.В., Данина М.М.** Математические методы планирования экспериментов в биотехнологии: Учеб. пособие. – СПб.: СПбГУНиПТ, 2005. – 102 с.
3. **Яровенко В.Л.** Технология спирта. – М.: Колос, 2002. – 463 с.

ПРИЛОЖЕНИЕ

Характеристика ферментных препаратов фирмы «Эрбсле Гайзенхайм»

Ферментные препараты, производители ферментов	Основной фермент	Активность, Ед/мл	Активность в оптимальных условиях, Ед/мл	Действие	Температура, °С	рН	Рекомендуемая дозировка, ед/г крахмала
Дистицим БА <i>Bacillus subtilis</i>	α-амилаза	2300	4400	Разжижение	30–85	5,5–8,5	0,8–1,0
Дистицим БА-Т <i>Bacillus Licheniformis</i>	α-амилаза термостабильная	1600	4200	Разжижение	30–110	5,5–8,0	0,5–0,6
Дистицим БА-Т Специал <i>Bacillus Licheniformis stearothermophilus</i>	α-амилаза термостабильная кислотоустойчивая	950	4700	Разжижение	30–110	5,45–8,0	0,2–0,3
Дистицим АГ <i>Aspergillus niger</i>	Глюкоамилаза α-амилаза	6500 250	33000	Осахаривание	30–70	3,0–7,0	4,0–6,2
Глюкамил <i>Aspergillus niger</i>	Глюкоамилаза α-амилаза	5200 150	30000	Осахаривание	30–70	3,0–7,0	4,0–6,2
Дистицим-Протацид-экстра <i>Aspergillus niger</i>	Протеаза кислая			Гидролиз белка	15–70	2,0–6,0	0,3–0,5
Дистицим XL <i>Trichoderma Longibrachiatu</i>	Термостабильная β-глюканаза, ксиланаза	2200 1000		Гидролиз β-глюкана и ксилана	30–90	3,5–6,0	0,044–0,11 0,02–0,05

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	3
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА.....	5
1. Анализ зерна	5
2. Выбор и расчет ферментных препаратов	9
3. Приготовление и анализ осахаренного сусла.....	11
4. Получение и анализ зрелой бражки	17
5. Перегонка зрелой бражки и анализ этилового спирта	24
6. Методические указания по составлению отчета и защите лабораторной работы	29
КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ.....	32
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	32
ПРИЛОЖЕНИЕ	33



В 2009 году Университет стал победителем многоэтапного конкурса, в результате которого определены 12 ведущих университетов России, которым присвоена категория «Национальный исследовательский университет». Министерством образования и науки Российской Федерации была утверждена программа его развития на 2009–2018 годы. В 2011 году Университет получил наименование «Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики».

ИНСТИТУТ ХОЛОДА И БИОТЕХНОЛОГИЙ



Институт холода и биотехнологий является преемником Санкт-Петербургского государственного университета низкотемпературных и пищевых технологий (СПбГУНиПТ), который в ходе реорганизации (приказ Министерства образования и науки Российской Федерации № 2209 от 17 августа 2011 г.) в январе 2012 года был присоединен к Санкт-Петербургскому национальному исследовательскому университету информационных технологий, механики и оптики.

Созданный 31 мая 1931 года институт стал крупнейшим образовательным и научным центром, одним из ведущих вузов страны в области холодильной, криогенной техники, технологий и в экономике пищевых производств.

В институте обучается более 6500 студентов и аспирантов. Коллектив преподавателей и сотрудников составляет около 900 человек, из них 82 доктора наук, профессора; реализуется более 40 образовательных программ.

Действуют 6 факультетов:

- холодильной техники;
- пищевой инженерии и автоматизации;
- пищевых технологий;
- криогенной техники и кондиционирования;

- экономики и экологического менеджмента;
- заочного обучения.

За годы существования вуза сформировались известные во всем мире научные и педагогические школы. В настоящее время фундаментальные и прикладные исследования проводятся по 20 основным научным направлениям: научные основы холодильных машин и термотрансформаторов; повышение эффективности холодильных установок; газодинамика и компрессоростроение; совершенствование процессов, машин и аппаратов криогенной техники; теплофизика; теплофизическое приборостроение; машины, аппараты и системы кондиционирования; хладостойкие стали; проблемы прочности при низких температурах; твердотельные преобразователи энергии; холодильная обработка и хранение пищевых продуктов; тепломассоперенос в пищевой промышленности; технология молока и молочных продуктов; физико-химические, биохимические и микробиологические основы переработки пищевого сырья; пищевая технология продуктов из растительного сырья; физико-химическая механика и тепло-и массообмен; методы управления технологическими процессами; техника пищевых производств и торговли; промышленная экология; от экологической теории к практике инновационного управления предприятием.

В институте создан информационно-технологический комплекс, включающий в себя технопарк, инжиниринговый центр, проектно-конструкторское бюро, центр компетенции «Холодильщик», научно-образовательную лабораторию инновационных технологий. На предприятиях холодильной, пищевых отраслей реализовано около тысячи крупных проектов, разработанных учеными и преподавателями института.

Ежегодно проводятся международные научные конференции, семинары, конференции научно-технического творчества молодежи.

Издаются журнал «Вестник Международной академии холода» и электронные научные журналы «Холодильная техника и кондиционирование», «Процессы и аппараты пищевых производств», «Экономика и экологический менеджмент».

В вузе ведется подготовка кадров высшей квалификации в аспирантуре и докторантуре по 11 специальностям.

Действуют два диссертационных совета, которые принимают к защите докторские и кандидатские диссертации.

Вуз является активным участником мирового рынка образовательных и научных услуг.

www.ihbt.edu.ru
www.gunipt.edu.ru

Баракова Надежда Васильевна

**АНАЛИЗ СЫРЬЯ,
ПРИГОТОВЛЕНИЕ
ОСАХАРЕННОГО СУСЛА,
ЗРЕЛОЙ БРАЖКИ
И ЭТИЛОВОГО СПИРТА**

Учебно-методическое пособие

Ответственный редактор

Т.Г. Смирнова

Редактор

Р.А. Сафарова

Компьютерная верстка

Д.Е. Мышковский

Дизайн обложки

Н.А. Потехина

Подписано в печать 12.02.2013 г. Формат 60×84 1/16

Усл. печ. л. 2,33. Печ. л. 2,5. Уч.-изд. л. 2,25

Тираж 50 экз. Заказ № С 11

НИУ ИТМО 197101, Санкт-Петербург, Кронверкский пр., 49
ИИК ИХиБТ 191002, Санкт-Петербург, ул. Ломоносова, 9

Санкт-Петербургский национальный исследова-
тельный университет
информационных технологий,
механики и оптики
197101, Санкт-Петербург, Кронверкский пр., 49
Институт холода и биотехнологий
191002, Санкт-Петербург, ул. Ломоносова, 9

