

Министерство образования и науки России  
Федеральное государственное бюджетное образовательное  
учреждение высшего профессионального образования  
«Казанский национальный исследовательский  
технологический университет»

Е.Л. Гаврилова, Н.И. Шаталова,  
М.Н. Сайфутдинова, П.А. Гуревич

**ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА  
ПРОИЗВОДСТВА АЛКОГОЛЬСОДЕРЖАЩЕЙ  
ПРОДУКЦИИ**

Учебное пособие

Казань  
КНИТУ  
2013

УДК 54.058; 54.066; 542.06; 547.913; 663.55; 663.551.7 (075)  
ББК 36.87:24.5я7

**Гаврилова Е.Л.**

Физико-химические методы анализа производства алкогольсо-  
державшей продукции: учебное пособие / Е.Л. Гаврилова, Н.И. Шата-  
лова, М.Н. Сайфутдинова, П.А. Гуревич; Мин-во образования и науки,  
Казан. нац. исследов. технол. ун-т. – Казань: Изд-во КНИТУ, 2013. –  
128 с.

ISBN

Учебное пособие предназначено для студентов, обучающихся  
по специальности 260100.62 бакалавры «Продукты питания из расти-  
тельного сырья», профиль «Технология бродильных производств и  
виноделия» и 260200 специалисты «Технология бродильных произ-  
водств и виноделия» в рамках освоения дисциплины «Химия отрас-  
ли».

Подготовлено на кафедре органической химии КНИТУ.

Печатается по решению редакционно-издательского совета  
Казанского национального исследовательского технологического  
университета.

Под редакцией проф. М.К. Герасимова.

Рецензенты: нач. отдела контроля качества товаров народного по-  
требления Госалкогольинспекции РТ *Н.Н. Сарварова*  
зав. лабораторией лаборатория элементоорганического  
синтеза ИОФХ КНЦ РАН, д-р хим.наук *А.Р.Бурилов*

ISBN

© Гаврилова Е.Л., Шаталова Н.И.,  
Сайфутдинова М.Н., Гуревич П.А., 2013  
© Казанский национальный исследова-  
тельский технологический университет,  
2013.

## СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ .....	стр. 4
Лабораторная работа № 1 «СПИРТОВОЕ БРОЖЕНИЕ» .....	5
Лабораторная работа № 2 «ОЧИСТКА ЭТИЛОВОГО СПИРТА ОТ ПРИМЕСЕЙ МЕ- ТОДОМ ПРОСТОЙ ПЕРЕГОНКИ ПРИ АТМОСФЕРНОМ ДАВЛЕНИИ» .....	17
Лабораторная работа № 3 «РАЗДЕЛЕНИЕ ДВУХКОМПОНЕНТНОЙ СМЕСИ МЕТО- ДОМ РЕКТИФИКАЦИИ» .....	27
Лабораторная работа № 4 «ИЗВЛЕЧЕНИЕ ЭФИРНОГО МАСЛА ИЗ АПЕЛЬСИНО- ВЫХ И МАНДАРИНОВЫХ КОРОК МЕТОДОМ ПЕРЕ- ГОНКИ С ВОДЯНЫМ ПАРОМ» .....	36
Лабораторная работа № 5 «СИВУШНЫЕ МАСЛА. ОБЛАГОРАЖИВАНИЕ И РАЗ- ДЕЛЕНИЕ» .....	62
Лабораторная работа № 6 «ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ ПОКАЗАТЕ- ЛЕЙ ВИНА» .....	76
ПРИЛОЖЕНИЕ К ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ № 6 .....	110

## ВВЕДЕНИЕ

Важнейшим элементом в решении задачи выпуска продукции высокого качества является теххимический контроль производства, заключающийся в проверке исходного сырья и материалов при поступлении на производство, в период хранения и переработки, а также в оценке качества готовой продукции.

Теххимический контроль направлен на улучшение качества продукции, внедрение рациональных технологий, соблюдение норм расхода сырья и материалов, снижение их потерь.

Данное учебное пособие является не только руководством для выполнения лабораторных работ по дисциплине «Химия отрасли», но и позволяет получить теоретические знания и приобрести практические навыки в проведении необходимых анализов по контролю производства.

Учебное пособие включает 6 лабораторных работ.

Перед началом лабораторной работы дается введение, в котором поясняется сущность данной работы, а также излагаются основные теоретические положения, необходимые для ее выполнения. Приводится цель работы, необходимое оборудование и реактивы, методика проведения работы и контрольные вопросы.

## Лабораторная работа № 1

### СПИРТОВОЕ БРОЖЕНИЕ

#### Теоретическое обоснование

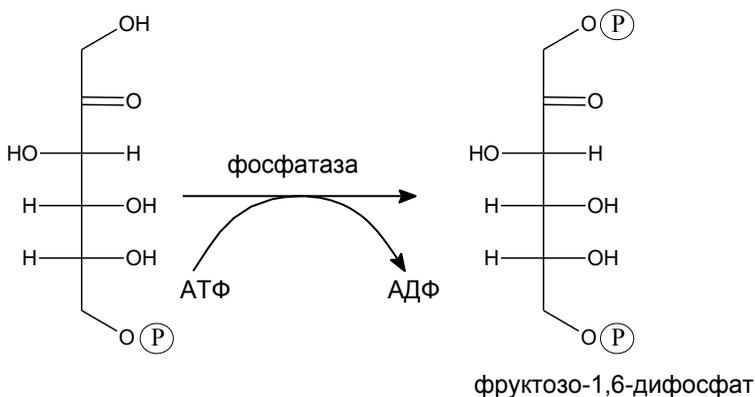
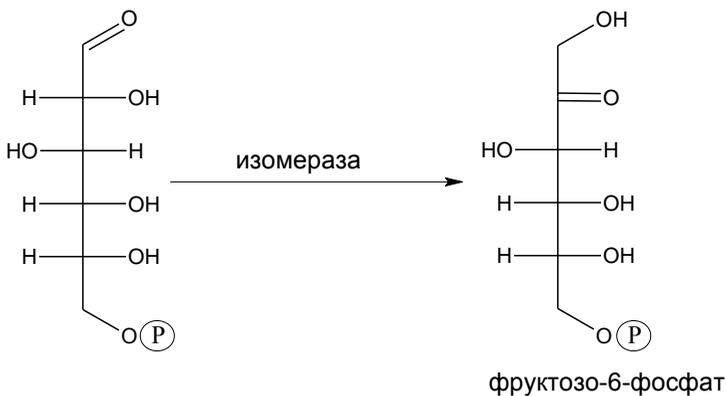
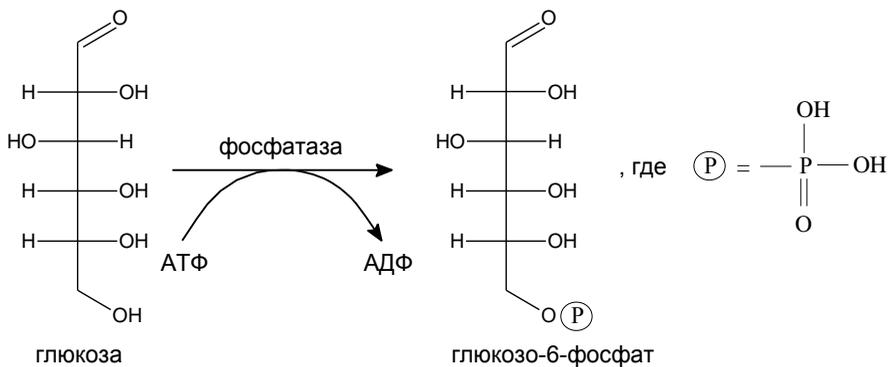
*Брожением* называют расщепление молекул сахаров с выделением диоксида углерода под влиянием комплекса водорастворимых ферментов (зимазы), содержащихся в дрожжах. Существуют различные виды брожения, наиболее известный вид – *спиртовое брожение*. Брожению подвергаются природные гексозы (глюкоза, фруктоза) и, после предварительного гидролиза, мальтоза и сахароза. Итоговое уравнение спиртового брожения имеет следующий вид

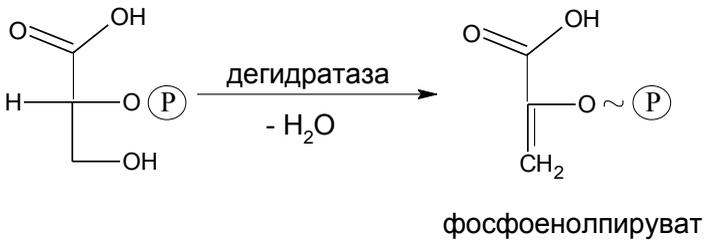
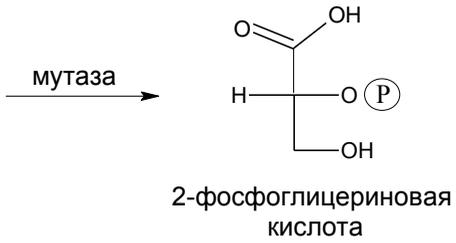
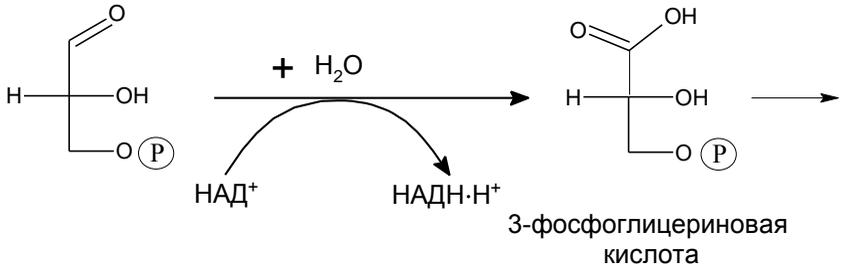
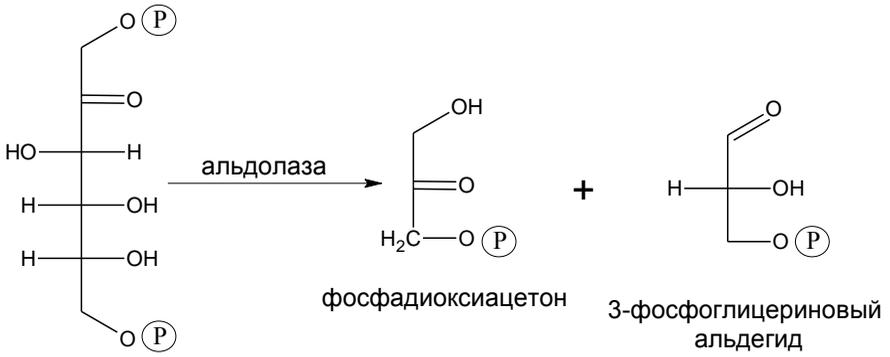


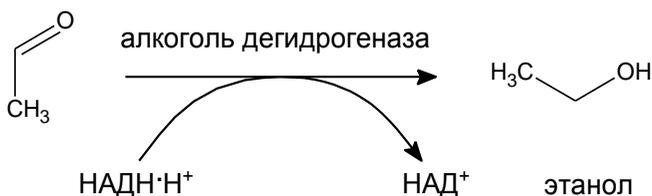
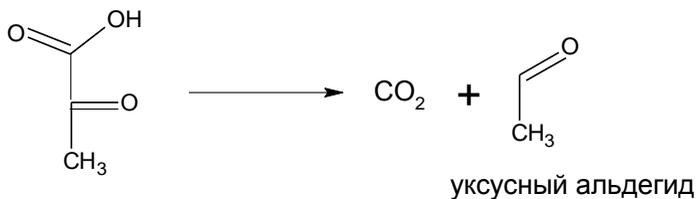
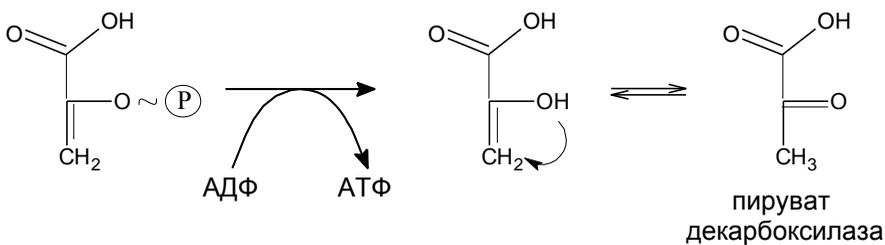
Процесс спиртового брожения лежит в основе виноделия. Брожению подвергают виноградные и фруктово-ягодные сахаросодержащие соки. В результате брожения получают раствор этилового спирта (вино, брага) с концентрацией 10-12 %, более высокая концентрация этилового спирта затормаживает действие фермента.

Для промышленного производства этанола используют более крупные и дешевые источники сахаристых веществ – крахмал (из картофеля, кукурузы, других злаков), клетчатку, сахарную мелассу. Крахмал нагревают с водой под давлением в автоклаве при температуре выше 100<sup>0</sup>С. При этом получается клейстерообразная масса, которую подвергают осахариванию (*ферментативному гидролизу*) под действием солода или специальных микроорганизмов. *Солод* – это измельченные проросшие зерна ячменя, накопившие ферменты (диастазу). Клейстер осахаривается диастазой в мальтозу, после чего осуществляют процесс брожения. Полученную водно-спиртовую смесь подвергают перегонке (ректификации), получая этиловый спирт необходимой концентрации. Этиловый спирт, произведенный сбраживанием продуктов гидролиза крахмала, используется в пищевых и медицинских целях; этиловый спирт, произведенный сбраживанием продуктов гидролиза целлюлозы, – в технических целях.

Спиртовое брожение углеводов – многостадийный биохимический процесс ферментативной деградации, который может быть представлен следующей несколько упрощенной схемой:







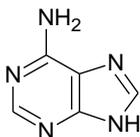
### Пояснение к схеме спиртового брожения

Для понимания механизма спиртового брожения необходимо рассмотреть строение и роль ряда биомолекул, участвующих в этих превращениях.

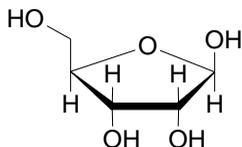
### Строение и роль АДФ и АТФ

Аденозинтрифосфат (АТФ) играет чрезвычайно важную роль в процессах обмена веществ, то есть во всех процессах жизнедеятельности любых живых организмов. АТФ играет роль запасного энергетического материала, подающего энергию для всех биохимических реакций, нуждающихся в этом.

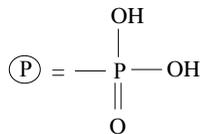
## Составные части АТФ



аденин

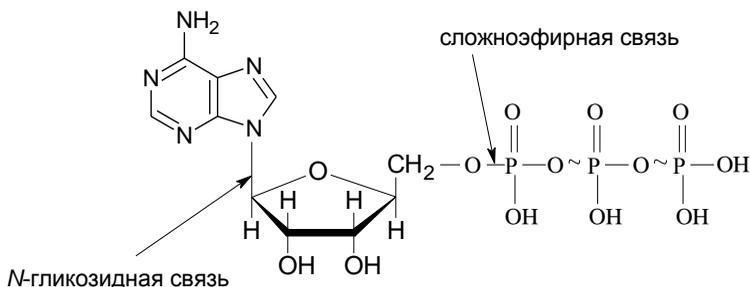


$\beta$ , Д - рибофураноза



остаток фосфорной кислоты

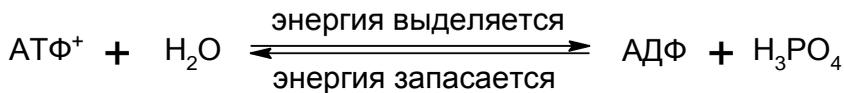
В молекуле АТФ для связывания трех структурных компонентов используются сложноэфирная и *N*-гликозидная связь



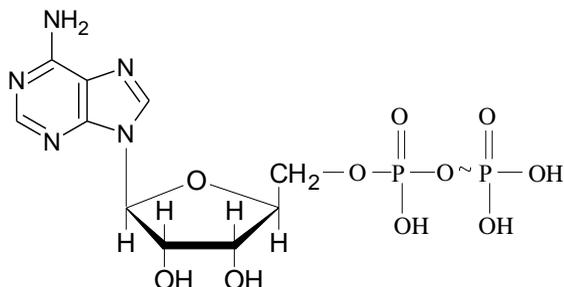
Молекула АТФ содержит две макроэргические связи. *Макроэргические соединения* (от греч. *μάκρος* (*макрос*) – большой, длинный, и *ergon* – деятельность, работа) – органические соединения живых клеток, содержащие богатые энергией, или макроэргические, связи (обозначаются волнистой линией); образуются в результате фотосинтеза, хемосинтеза и биологического окисления.

К макроэргическим соединениям относятся аденозинтрифосфорная кислота и другие вещества, распад которых сопровождается освобождением свободной энергии, используемой клетками для осуществления биосинтеза необходимых веществ, различных видов работы и т.п.

Аденозинтрифосфат участвует в процессах фосфорилирования, при этом происходит гидролиз одной макроэргической связи с выделением значительного количества энергии и образованием аденозиндифосфата



Строение аденозиндифосфата



Молекула АДФ содержит одну макроэргическую связь.

### Строение и роль НАД<sup>+</sup> и НАД·Н<sub>2</sub>

Молекулы никотинамидадениндинуклеотида (НАД<sup>+</sup>) и его восстановленной формы НАД·Н<sub>2</sub> (точнее НАДН·Н<sup>+</sup>) участвуют в окислительно-восстановительных реакциях, протекающих в живых организмах.

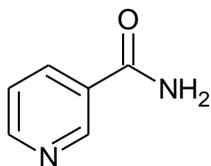
Присоединяя к себе водород, молекулы НАД<sup>+</sup> окисляют биомолекулу, отщепляя водород, – восстанавливают биомолекулу.

Схема процесса окисления-восстановления

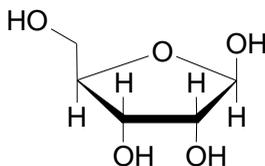


А - биомолекула

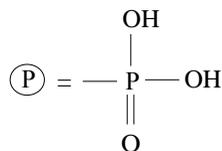
## Составные части молекулы НАД<sup>+</sup>



амид  
никотиновой кислоты

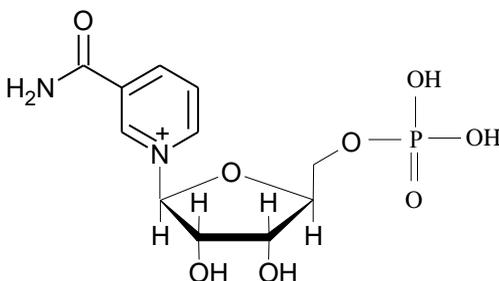


β, D - рибофураноза

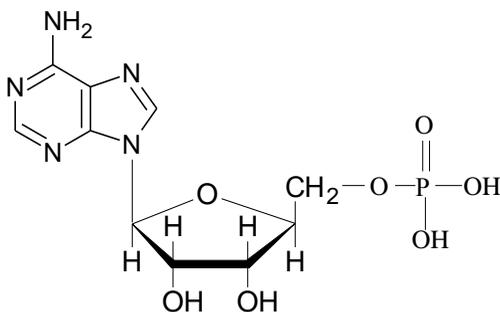


остаток  
фосфорной кислоты

## Строение I-го нуклеотида

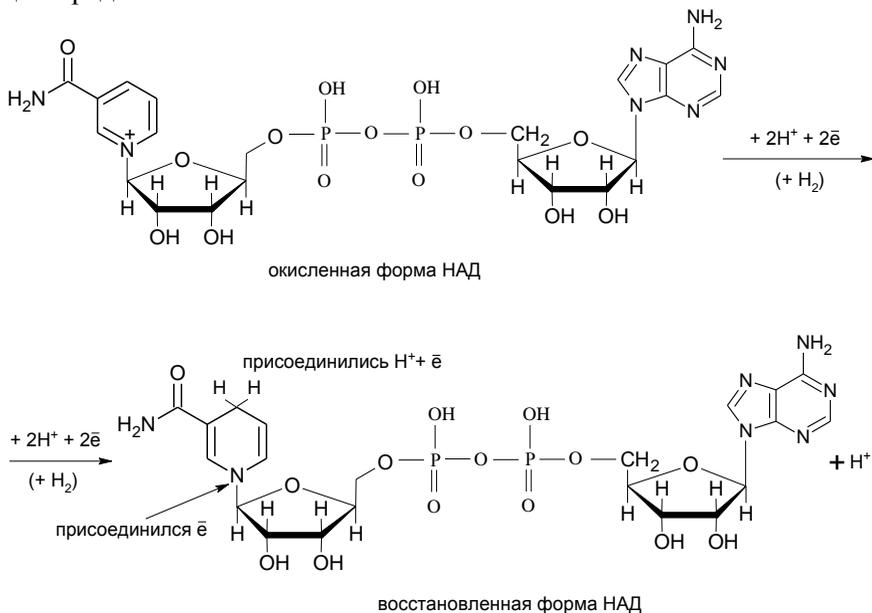


Строение II-го нуклеотида рассмотрено ранее, так как он входит в состав молекулы АТФ



аденозинмонофосфат АМФ

Строение  $\text{НАД}^+$  (окисленная форма),  $\text{НАД}\cdot\text{H}_2$  (восстановленная форма), а также механизм окислительно-восстановительной реакции представлены ниже.



Молекулы  $\text{НАД}^+$  и  $\text{НАД}\cdot\text{H}_2$  являются *коферментами* (или *коэнзимами* – малыми молекулами небелковой природы, специфически соединяющимися с соответствующими белками), играющими роль активного центра окислительно-восстановительных ферментов.

### Учебные вопросы

1. Какую роль играет фосфадигидроксиацетон?
2. Во что может превратиться пировиноградная кислота, если в помещении, где проводится брожение, плохие санитарные условия?

### Меры предосторожности и правила техники безопасности

1. С кислотами и концентрированными растворами щелочей необходимо работать в вытяжном шкафу, используя средства индиви-

дуальной защиты (халат, очки, перчатки).

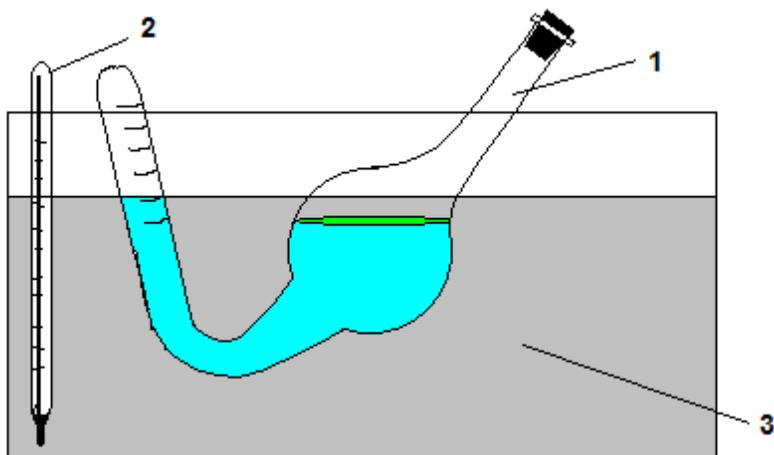
2. При работе с кислотами и щелочами не допускать их попадания на кожу, одежду и глаза.

3. При попадании кислот и щелочей на лицо, руки или одежду необходимо промыть место поражения проточной водой (5-7 мин) и затем провести нейтрализацию. Кислоты нейтрализуются 3-5 % раствором бикарбоната натрия или ( $NaHCO_3$ ), щелочи – 1-3 % раствором уксусной кислоты.

4. Отработанные растворы кислот и щелочей необходимо сливать в отдельные сосуды под тягой.

### Реактивы:

1. Свежие или сухие пекарские дрожжи
2. Глюкоза, 3 % водный раствор
3. Сахароза, 3 % водный раствор
4. Виннокаменная кислота, 1 % водный раствор
5. Едкий натр, 10 % водный раствор
6. Соляная кислота ( $d=1.19$ )
7. Раствор йода в конц. водном растворе KI
8. Сульфат меди, 7 % водный раствор.



*Установка спиртового брожения:*

*1 – бродильный аппарат; 2 – термометр; 3 – водяная баня.*

## Выполнение работы

**Вариант I.** Задание: а) провести ферментативный гидролиз сахарозы. Фермент сахараза содержится в дрожжах. Этот фермент катализирует распад сахарозы до D-глюкозы и D-фруктозы; б) осуществить спиртовое брожение образовавшихся моносахаридов.

Разотрите в стаканчике стеклянной полочкой 1 г свежих или 0.5 г сухих пекарских дрожжей с 5 мл 3 % водного раствора сахарозы. К полученной однородной (без комочков) мутной жидкости добавьте еще 20 мл 3 % раствора сахарозы и все тщательно перемешайте. Смесь слегка подкислите 1 % раствором виннокаменной кислоты (до слабокислой реакции на лакмус, не больше 2 мл) и перенесите в бродительный аппарат. Заполните жидкостью сначала трубку с запаянным концом, а затем, изменяя наклон прибора, и расширенную его часть, стараясь избежать проскакивания пузырьков воздуха к запаянному концу. Бродительный аппарат закрепите в штативе и поместите в водяную баню.

Параллельно поставьте контрольный опыт. Его выполняют так же, как и основной опыт, но вместо раствора сахарозы берут дистиллированную воду.

Оба прибора с опытной и контрольной смесями греют 1.5-2 часа (в зависимости от активности дрожжей) при температуре 35-40<sup>0</sup>С. При более высокой температуре процесс брожения замедляется, а выше 50<sup>0</sup>С прекращается совсем.

В приборе со смесью сахаров наблюдают за выделением пузырьков газа (СО<sub>2</sub>), которые скапливаются в запаянном конце трубки. Брожение заканчивается, если объем газа не изменяется. В контрольном опыте газ не образуется, или образуется в незначительных количествах, если учесть, что в самих дрожжах может содержаться некоторое количество сбраживаемых сахаров.

### Обнаружение диоксида углерода

Для доказательства того, что образующийся газ действительно является углекислым газом, проводят его реакцию со щелочью



Для этого в расширенную часть прибора осторожно добавляют до краев 10 % раствор едкого натра и, плотно закрыв отверстие большим пальцем (защитить пленкой или напалечником), переворачивают прибор. Углекислый газ, взаимодействуя со щелочью, поглощается, возникает вакуум, и мякоть пальца втягивается в отверстие прибора. Когда палец снимают, раздается небольшой хлопок.

### Обнаружение этанола

Образование спирта при брожении сахаров доказывают реакцией получения йодоформа согласно уравнению



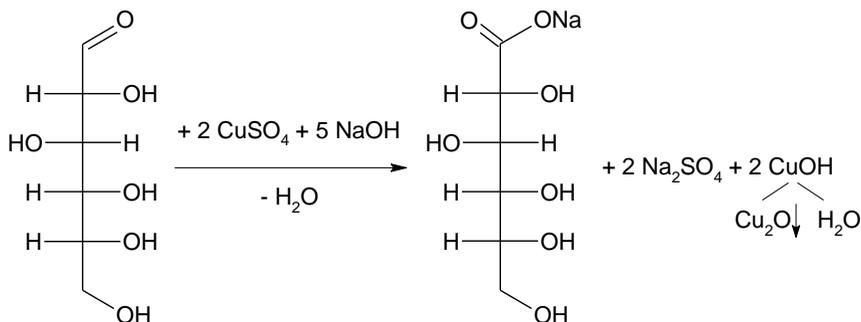
Отфильтруйте 5 мл жидкости из бродильного аппарата и налейте в пробирку. Добавьте к ней по каплям раствор йода до желтого окрашивания (вначале прикапывания бурый раствор йода будет обесцвечиваться) и слегка нагрейте. Появление светло-желтого осадка и характерного запаха говорит об образовании йодоформа. Учтите, что при сильном нагревании йодоформ быстро гидролизуете водной щелочью.

**Вариант II.** Задание: а) провести кислотный гидролиз сахарозы до D-глюкозы и D-фруктозы; б) осуществить спиртовое брожение полученной смеси сахаров.

В плоскодонную колбочку на 100 мл налейте 35 мл 3 % раствора сахарозы и добавьте 2-3 капли концентрированной соляной кислоты. Колбу с жидкостью нагрейте на кипящей водяной бане в течение 15 мин, после чего содержимое колбы охладите, и нейтрализуйте 10 % раствором NaOH (под контролем лакмусовой бумажки). С нейтральной пробой (инвертом) проведите реакцию Троммера.

### Реакция Троммера

В основе реакции лежит восстановление окисной меди в закисную под влиянием глюкозы в соответствии с ниже приведенной схемой.



Налейте в пробирку 2 мл гидролизата, добавьте 3 мл 10 % раствора едкого натра и несколько капель 7 % раствора сульфата меди до появления легкой не исчезающей мути гидроксида меди  $\text{Cu}(\text{OH})_2$  (избыток сульфата меди мешает реакции). При нагревании содержимого пробирки до кипения наблюдается образование оксида меди (I)  $\text{Cu}_2\text{O}$  кирпично-красного цвета.

Сахароза не обладает восстанавливающими свойствами и поэтому не дает положительной реакции Троммера.

Убедившись в том, что в результате кислотного гидролиза сахарозы образуется глюкоза, возьмите из колбочки 25 мл гидролизата и проведите с ним спиртовое брожение так же, как это описано для сахарозы, начав с растирания 1 г дрожжей.

**Вариант III.** Задание: а) проведите спиртовое брожение глюкозы, как описано в **варианте I**, заменив 3 % раствор сахарозы 3 % раствором глюкозы; б) докажете образование углекислого газа и спирта при брожении моносахарида.

### Литература для самоподготовки

1. Кретович, В.Л. Биохимия растений / В.Л. Кретович. – Москва: Высш. шк., 1986. – 503 с.
2. Котельникова, А.В. Энергетический обмен дрожжей / А.В. Котельникова. – Москва: Наука, 1984. - 40 с.
3. Дюга, Г. Биоорганическая химия. Химические подходы к механизму действия ферментов: Пер. с англ. / Г. Дюга, К. Пенни. – Москва: Мир, 1983. – 512 с.

4. Яровенко, В.Л. Основные закономерности непрерывного спиртового и ацетонобутилового брожения / В.Л. Яровенко. – Москва: Пищевая промышленность, 1975. – 103 с.

5. Технология спирта / В.Л. Яровенко [и др.]. – Москва: Колос, 1996. – 464 с.

6. Органическая химия: учеб. для вузов: в 2 кн. Кн. 2: Специальный курс / Н.А. Тюкавкина [и др.]: общ. ред. Н.А. Тюкавкиной. – 2-е изд., стереотип. – М.: Дрофа, 2009. – 592 с.

## Лабораторная работа № 2

# ОЧИСТКА ЭТИЛОВОГО СПИРТА ОТ ПРИМЕСЕЙ МЕТОДОМ ПРОСТОЙ ПЕРЕГОНКИ ПРИ АТМОСФЕРНОМ ДАВЛЕНИИ

### Теоретическое обоснование

*Перегонкой* называют процесс, в ходе которого вещество нагревают в соответствующем приборе до кипения и образовавшийся пар конденсируют.

Целью перегонки является: удаление растворителей, разделение нескольких продуктов реакции, имеющих различные температуры кипения, очистка жидких веществ от примесей, определение температуры кипения вещества с целью идентификации и контроля степени ее чистоты.

Способы перегонки подразделяются на две группы: простая перегонка и ректификация. По условиям проведения различают три вида перегонки: при атмосферном давлении, при уменьшенном давлении (перегонка под вакуумом) и с водяным паром.

Некоторые вещества при нагревании их до температуры кипения при нормальном давлении разлагаются. Поэтому если такие вещества нужно перегнать (например, для очистки), то применяют *перегонку под уменьшенным давлением*.

Большое влияние на характер кипения жидкости оказывает растворенный в ней воздух. Если в воду, из которой удален воздух, при нагревании внести какое-либо пористое твердое тело, например, пемзу или кусочек неглазурированного фарфора, у поверхности их тотчас же начинается образование пузырьков пара, и кипение будет происходить при соответствующей температуре. Это объясняется тем, что на поверхности этих твердых тел находится слой воздуха.

Такие твердые тела, вводимые для облегчения кипения, называются «*кипелками*». Их используют только один раз, и для каждой перегонки следует брать свежие «кипелки».

*Температура кипения* - температура, при которой происходит кипение жидкости, находящейся под постоянным давлением. Температура кипения соответствует температуре *насыщенного пара* над плоской поверхностью кипящей жидкости. Над всеми жидкостями в результате их испарения устанавливается равновесие между жидко-

стью и паром, следовательно, определенное давление пара. Разделение жидкости возможно тогда, когда образующийся при перегонке пар имеет другой состав по сравнению с жидкостью. Согласно первому закону Коновалова, в двухкомпонентной системе пар по сравнению с находящейся с ним в равновесии жидкостью обогащен более легколетучим компонентом. Пары поднимаются, омывают шарик термометра (с его помощью следят за температурой паров). Пары отводятся в холодильник, где они конденсируются, и конденсат поступает в приемник. При простой перегонке пар и конденсат перемещаются в одном направлении. Некоторые жидкости при определенных соотношениях образуют смеси, при перегонке которых состав пара не отличается от состава жидкости, и они перегоняются без разделения. Их называют *азеотропами*. Примером является спирт-ректификат, имеющий температуру кипения  $73.15^{\circ}\text{C}$  ( $T_{\text{кип}}$  чистого спирта  $78.3^{\circ}\text{C}$ ). Величина давления пара зависит от температуры и от природы перегоняемой жидкости. С повышением температуры давление пара растет. На рис. 1 приведен график зависимости равновесного давления пара от температуры для некоторых веществ.

По нему можно определить температуру кипения вещества при различных давлениях. Для этого от точки координаты, соответствующей определенному значению давления, проводят горизонтальную линию. Пересечение этой линии с кривой давления пара соответствует температуре кипения вещества. Так, если на этом графике провести горизонтальные линии от точек, соответствующих давлениям 760 и 200 мм рт. ст., то температура кипения диэтилового эфира, этилового спирта и воды при этих давлениях окажутся равными  $36^{\circ}\text{C}$  и  $0^{\circ}\text{C}$ ,  $78^{\circ}\text{C}$  и  $50^{\circ}\text{C}$ ,  $100^{\circ}\text{C}$  и  $66^{\circ}\text{C}$ , соответственно. Эти данные свидетельствуют

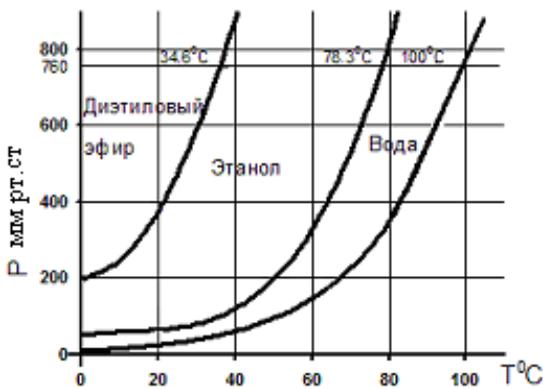
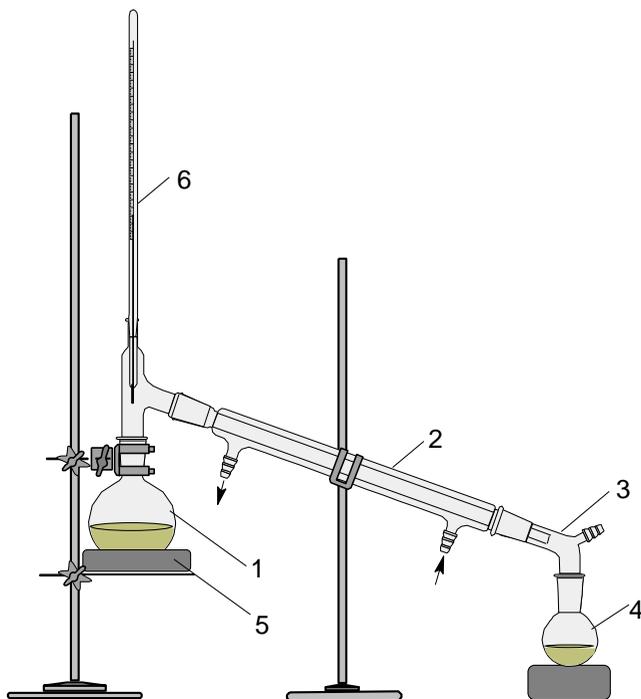


Рис. 1. Зависимость равновесного давления паров диэтилового эфира, этанола, воды от температуры.

температуре кипения вещества. Так, если на этом графике провести горизонтальные линии от точек, соответствующих давлениям 760 и 200 мм рт. ст., то температура кипения диэтилового эфира, этилового спирта и воды при этих давлениях окажутся равными  $36^{\circ}\text{C}$  и  $0^{\circ}\text{C}$ ,  $78^{\circ}\text{C}$  и  $50^{\circ}\text{C}$ ,  $100^{\circ}\text{C}$  и  $66^{\circ}\text{C}$ , соответственно. Эти данные свидетельствуют

о том, что при понижении давления температуры кипения вещества понижаются. Экспериментально установлено, что при понижении давления вдвое температура кипения понижается на  $15^{\circ}\text{C}$ .

Прибор для простой перегонки при атмосферном давлении показан на рис. 2.



*Рис. 2. Установка для перегонки под атмосферным давлением:  
1 – перегонная колба (колба с насадкой Вюрца); 2 – холодильник;  
3 – аллонж; 4 – приемник; 5 – баня; 6 – термометр.*

Для перегонки низкокипящих веществ используется колба Вюрца с высокой пароотводной трубкой (рис. 3а), а для высококипящих – с низкой пароотводной трубкой (рис. 3б). При правильной установке термометра, его ртутный шарик должен находиться на 0.5 см ниже отверстия отводной трубки (рис. 3а). При таком положении ртутный шарик полностью омывается парами перегоняемой жидкости, а термометр показывает температуру отводных паров.

Наклонный холодильник, из которого конденсат направляется в приемник, называется *нисходящим*. Если температура перегоняемой жидкости ниже  $120^{\circ}\text{C}$ , используется холодильник с водяной рубашкой (холодильник Либиха). При перегонке жидкостей, кипящих выше  $120^{\circ}\text{C}$ , можно использовать воздушный холодильник. Для большинства жидкостей характерна склонность к перегреву, то есть они нагреваются несколько выше температуры своего кипения и закипают с сильным толчком. Для устранения этого явления в перегонную колбу помещают «кипелки» – маленькие кусочки фарфора или прокаленного кирпича.

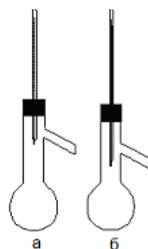


Рис. 3. Перегонная колба Вюрца с термометром. Правильная установка термометра в перегонной колбе.

Начало перегонки, то есть температура начала отгонки первой фракции, определяется по падению первой капли дистиллята в приемную колбу. По достижении температуры кипения основного вещества, производят смену приемника и отбирают «основную» фракцию при постоянной температуре или в узком интервале  $1.0\text{--}1.5^{\circ}\text{C}$ . В журнале эту температуру (рис. 4,  $t_1^{\circ}$ ) отмечают как конечную температуру отгонки первой – «головной» фракции и как начальную температуру сбора второй – «основной» фракции. Если в перегоняемой жидкости содержатся высококипящие примеси, то они попадают в третью – «хвостовую» фракцию. Когда температура кипения примеси и основного вещества не сильно различаются (менее  $40^{\circ}\text{C}$ ), то при постоянной скорости отгонки начинается медленный подъем температуры отходящих паров. Приемную колбу меняют на новую и собирают третью фракцию. Тем-

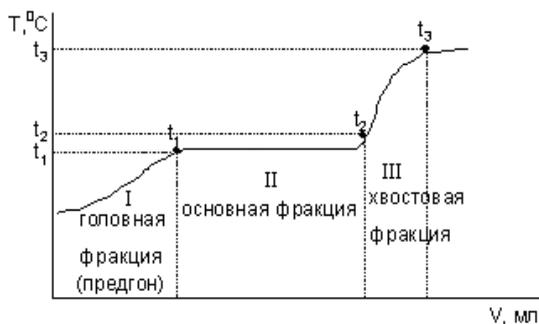


Рис. 4. График зависимости объема дистиллята от температуры перегонки.

пература кипения примеси и основного вещества не сильно различаются (менее  $40^{\circ}\text{C}$ ), то при постоянной скорости отгонки начинается медленный подъем температуры отходящих паров. Приемную колбу меняют на новую и собирают третью фракцию. Тем-

пературу (рис. 4,  $t_2^o$ ) при которой производят смену приемников, в журнале отмечают как конечную температуру отгонки второй фракции и как начальную температуру сбора третьей фракции. Если температуры кипения примеси и основного вещества различаются больше, чем на  $40^oC$ , при постоянной температуре бани скорость отгона уменьшается, а температура перегонки падает. Но максимальную температуру отгона основного вещества принимают за конечную температуру отгона второй и начальную температуру отгона третьей фракции. При постепенном увеличении интенсивности нагрева, начинается резкий подъем температуры отходящих паров. Производят смену приемников и собирают третью – «хвостовую» фракцию. В обоих случаях максимальную температуру отгона третьей фракции принимают за конечную температуру перегонки (рис. 4,  $t_3^o$ ). На рис. 4 графически представлен возможный ход перегонки.

Перегонную колбу в зависимости от температуры кипения перегоняемого вещества можно нагревать на водяной, масляной, песчаной или воздушной бане. Скорость перегонки регулируют изменением температуры нагревания бани. Скорость поступления дистиллята в приемник не должна превышать 1-2 капли в секунду. Для этого температура в бане на  $25-30^oC$  должна быть выше температуры перегонки.

Перегонку нельзя проводить досуха, так как возможно интенсивное термическое разложение остатка. Ее заканчивают, когда на дне перегонной колбы останется  $\sim 0.5$  мл жидкости.

Оценить степень чистоты перегнанного вещества можно по значению показателя преломления, плотности, методами ЯМР -, ИК-спектроскопии.

### Учебные вопросы

1. Какой процесс называют перегонкой?
2. Перечислите основные цели перегонки.
3. Первый закон П.Д. Коновалова.
4. Что такое азеотропные смеси?
5. Дайте определение температуры кипения вещества. Как температура кипения зависит от давления? Как такая зависимость изменяется в процессе перегонки?
6. Какие основные виды перегонки вам известны?

7. Каковы основные этапы процесса перегонки?
8. Из каких основных частей состоит прибор для перегонки при атмосферном давлении?
9. В каких случаях используется холодильник с водяным охлаждением (Либиха), а в каких – с воздушным?
10. Что такое перегрев жидкости, и как его предотвратить?
11. Как фиксируют температуру кипения отдельных фракций?
12. С какой скоростью проводят перегонку? Как изменяют интенсивность нагрева перегонной колбы в ходе перегонки?
13. Какой порядок разбора установки после перегонки?
14. По каким физическим константам определяют степень чистоты вещества?

### **Меры предосторожности и правила техники безопасности**

1. Многие органические вещества являются огнеопасными. Особенно легко загораются летучие органические растворители, относящиеся к классу ЛВЖ (легко воспламеняющиеся жидкости): этиловый спирт –  $T_{\text{кип}} 78.3^{\circ}\text{C}$ .

При работе с огнеопасными веществами необходимо помнить следующее: а) не держать ЛВЖ вблизи огня и нагревательных приборов; б) не нагревать их на открытом огне, сетке, в открытых сосудах, а нагревать только на водяной бане в посуде, снабженной водяным холодильником.

2. Все соединения в приборе должны быть герметичными.

3. «Кипелки» можно вносить только в холодную жидкость. Внесение их в перегретую жидкость вызывает *бурное парообразование, приводящее к выбросу содержимого колбы!!!*

4. Перегонку заканчивают тогда, когда в колбе остается около 0.5 мл жидкости, в противном случае возможна термическая деструкция остатка.

5. При поднятии или опускании горячей бани под кольцо, на котором находится баня, необходимо подложить керамическую плитку.

6. После полного охлаждения оставшуюся в перегонной колбе жидкость выливают в склянку для отходов, которая находится в вытяжном шкафу.

**Задание:** очистить этиловый спирт ( $T_{\text{кип}} 78.3^{\circ}\text{C}$ ) от примесей методом простой перегонки при атмосферном давлении.

**Реактивы:** загрязненный примесями этиловый спирт.

**Посуда:** перегонная колба (Вюрца или с насадкой Вюрца) на 50-100 мл, холодильник Либиха, аллонж, приемники на 50-100 мл, химический термометр до  $150^{\circ}\text{C}$ , водяная баня для нагрева.

### Выполнение работы

Этап 1. Подготовка и сборка приборов.

Собирают прибор (рис. 2) в следующей последовательности:

а) верхнюю часть перегонной колбы закрепляют на штативе двухлепестковой лапкой;

б) холодильник закрепляют за середину на штативе трехлепестковой лапкой;

в) холодильник при помощи аллонжа соединяют с приемником (для уменьшения потерь вещества за счет испарения дистиллята). В качестве приемников используют плоскодонные или круглодонные колбы.

Этап 2. Перегонка при атмосферном давлении.

1. Отмеривают или взвешивают очищаемое вещество.

2. В горловину перегонной колбы вставляют химическую воронку, нижний конец которой должен находиться ниже бокового отвода колбы. Через воронку наливают жидкость, объем которой должен быть не более  $2/3$  объема перегонной колбы.

3. В перегонную колбу вносят «кипелки» (кусочки фарфора или прокаленного кирпича) для равномерного кипения и для предотвращения перегрева жидкости.

4. В горловину перегонной колбы вставляют термометр. Его устанавливают таким образом, чтобы ртутный шарик термометра находился на 0.5 см ниже боковой трубки (рис. 3а).

5. Содержимое колбы медленно нагревают до кипения. Начало перегонки фиксируют по падению первой капли в приемник.

6. Нагревание продолжают так, чтобы скорость перегонки составляла 1-2 капли дистиллята в секунду. Собирают отдельные фракции, фиксируя в журнале начальные и конечные температуры их отбора.

7. Перегонку заканчивают тогда, когда на дне перегонной колбы останется около 0.5 мл жидкости. Оставшуюся в колбе жидкость

после охлаждения выливают в склянку для отходов, которая находится в вытяжном шкафу.

Этап 3. Разборка установки.

1. После окончания перегонки выключают газ, убирают баню (см. меры предосторожности), и разбирают установку, начиная с приемника.

2. Измеряют объем или вес дистиллята и определяют практический выход в граммах, а затем рассчитывают практический выход в процентах от теоретического

$$W_{\text{практ}} (\%) = \frac{\text{масса практическая в граммах}}{\text{масса теоретическая в граммах}} 100 \%$$

Этап 4. Оценка степени чистоты выделенного продукта.

Чистота полученного продукта может быть определена:

- по плотности;
- по показателю преломления;
- методами ЯМР-, ИК-спектроскопии.

Спирт	$T_{\text{кип.}}^{\circ\text{C}}$	$d_4^{20}$	$n_D^{20}$	ЯМР $^1\text{H}$ , $\delta$ , м.д. (DMSO)	ИК, $\nu$ , $\text{cm}^{-1}$	
Этанол	78.3	0.789	1.3610	1.18 тр ( $\text{CH}_3$ , $^3\text{J}$ 4.8) 3.66 кв ( $\text{CH}_2$ , $^3\text{J}$ 6.9) 4.90 с (ОН)	3670-3580	ОН
					1075-1000	С-О-Н
					2940-2915	CH <sub>2</sub>
					1480-1440	
					1385-1370	CH <sub>3</sub>
					1470-1435	
					2885-2860	
2975-2950						

Этап 5. Оформление отчета и его защита.

### Литература для самоподготовки

1. Иванов, В.Г. Практикум по органической химии / В.Г. Иванов, О.Н. Гева, Ю.Г. Гаверова. – М.: Академия, 2000. – 288 с.

2. Практикум по органической химии / Под ред. О.Ф. Гинзбурга. – М.: Высшая школа, 1989. – С. 28-37.

3. Грандберг, И.И. Практические работы и семинарские занятия по органической химии / И.И. Грандберг. – М.: Высшая школа, 1987. – 44 с.

## Лабораторная работа № 3

# РАЗДЕЛЕНИЕ ДВУХКОМПОНЕНТНОЙ СМЕСИ МЕТОДОМ РЕКТИФИКАЦИИ

### Теоретическое обоснование

Перегонка является весьма удобным способом выделения и очистки продуктов реакции. Разделение смеси жидкостей перегонкой возможно тогда, когда образующийся при перегонке пар имеет другой состав, чем жидкость. Теория перегонки основывается на законах, установленных Д.П. Коноваловым в 1884 г. в результате детального изучения изменения давления пара растворов жидкостей в зависимости от их состава:

*Растворы, кривая давления пара которых не имеет ни максимума, ни минимума, не образуют нераздельно кипящих смесей.*

*Растворы, кривая давления пара которых имеет максимум, образуют нераздельно кипящую смесь.*

*Растворы, кривая давления пара которых имеет минимум, образуют также нераздельно кипящую смесь.*

На основании этих законов, вполне определяющих направление, по которому изменяется состав дистиллята при перегонке, различают следующие три класса смесей:

1) *Смеси, выделяющие пары, в которых содержание легколетучего компонента (то есть кипящего при более низкой температуре) всегда больше, чем в исходной смеси.*

2) *Смеси, которые при одном определенном составе обладают наименьшей точкой кипения. При этом составе смеси содержание легколетучего компонента в паровой и жидкой фазах одинаково.*

При перегонке растворов произвольного состава температура кипения повышается и остается жидкость, все более и более удаленная по своему составу от раствора, соответствующего максимуму давления пара (то есть обладающего наименьшей температурой кипения). Следовательно, дистиллят по своему составу приближается к этому нераздельно кипящему раствору.

3) *Смеси, которые при одном определенном составе обладают наивысшей точкой кипения. При этом составе смеси содержание легколетучего компонента в паровой и жидкой фазах одинаково.*

При перегонке эта смесь будет оставаться в остатке, дистиллят же будет приближаться к составу одной из жидкостей.

Закономерности испарения смеси жидких веществ, смешивающихся друг с другом во всех отношениях, имеют важное значение как для лабораторной, так и заводской практики. На таком испарении основываются ректификация и дробная, или фракционная, перегонка, целью которых является выделение в чистом виде компонентов гомогенной смеси двух или большего числа жидких веществ, обладающих различными температурами кипения.

*Ректификация* – это способ разделения или очистки жидкостей с достаточно близкими температурами кипения путем перегонки с применением специальных колонок, в которых поднимающиеся пары взаимодействуют со стекающей навстречу им жидкостью (флегмой), образующейся в результате частичной конденсации паров. В результате многократно повторяющихся частичных испарений и конденсаций пары обогащаются легкокипящим компонентом, а высококипящий компонент стекает вместе с флегмой в перегонную колбу. Ректификационная колонка должна быть термоизолирована, чтобы происходящие в ней процессы протекали в условиях, максимально приближенных к адиабатическим. При значительном внешнем охлаждении или перегревании стенок колонки правильная ее работа невозможна.

В лабораторных условиях некоторым приближением к процессу ректификации можно считать фракционную перегонку с елочным дефлегматором.

*Фракционной, или дробной, перегонкой* называют такой способ ведения ее, когда из смеси жидкостей с различными температурами кипения выделяют некоторые компоненты. Разделение смеси веществ перегонкой производят обычно не при постоянной температуре, а при постоянном давлении – атмосферном, искусственно пониженном или искусственно повышенном.

Поэтому для изучения фракционной перегонки строят кривую «давление пара – состав», которая выражает изменение давления пара в зависимости от состава смеси при постоянной температуре (рис. 1).

Паровая фаза относительно богаче компонентом, прибавление которого к смеси понижает точку кипения, то есть более низкокипящим компонентом, и, наоборот, жидкая фаза богаче компонентом, который повышает температуру кипения смеси.

Опыт показывает, что при перегонке смеси бензола и толуола в момент закипания смеси получается погон более богатый бензолом, чем вычисляемый теоретически. Это обусловлено тем, что не все количество образующегося пара достигает отводной трубки перегонной колбы.



Рис. 1. Кривая «Давление пара - состав».

Пар теряет теплоту и охлаждается от соприкосновения со стенками колбы. Вследствие этого часть пара конденсируется уже в самой перегонной колбе и не достигает отверстия отводной трубки. Частичную конденсацию пара легко наблюдать на поверхности термометра, с которого время от времени стекают капли, падающие в кипящую жидкость.

Эти капли конденсата обладают более низкой температурой кипения, чем кипящая смесь, но равной температуре пара, омывающего термометр, он более богат летучим компонентом смеси, а пар, конденсирующийся в нижних частях колбы, более богат вышекипящим компонентом, чем пар, направляющийся вверх от самой кипящей смеси.

Такая частичная конденсация, или *дефлегмация*, используется для лучшего и быстрого разделения смесей перегонкой. Она дает тем лучшие результаты, чем медленнее перегонка и чем выше шейка перегонной колбы, то есть чем больше частичный возврат в колбу образующегося в ней пара в виде конденсата.

Дробную перегонку ведут обязательно с применением дефлегматора. Применение дефлегматоров, или фракционировочных колонок, позволяет уменьшить число перегонок, необходимых для достаточно полного разделения двух жидкостей. Дефлегматоры сконструированы так, чтобы обеспечить непрерывный ряд частичных конденсаций пара и частичного испарения конденсата.

Пары, проходящие через дефлегматор или колонку, содержат значительно больше вещества А (летучий компонент), чем пар, находящийся непосредственно над жидкостью. Аналогично, жидкость,

возвращающаяся в колбу из дефлегматора, богаче вышекипящим, тяжелым компонентом Б.

Главной частью дефлегматора является длинная вертикальная трубка, через которую проходят пары, где они частично конденсируются; конденсат стекает вниз и возвращается в колбу. Внутри дефлегматора эта стекающая вниз жидкость входит в тесное соприкосновение с поднимающимися вверх парами, и благодаря теплообмену пары обогащаются более летучим компонентом А за счет жидкости, которая как бы стремится прийти в равновесие с паром. Таким образом, уже в самом дефлегматоре комбинируются повторная ректификация и дефлегмация в течение одной перегонки.

Если перегонка идет слишком медленно (большое внешнее охлаждение), то дефлегматор необходимо обмотать асбестовым шнуром.

Таким образом, если привести в состояние кипения смесь из двух компонентов, из которых А является более, а Б менее летучим, то температура кипения смеси и ее насыщенных паров лежит между точками кипения чистых компонентов: эквимолекулярная смесь бензола и толуола закипает при  $93^{\circ}\text{C}$  (термометр в жидкости).

Температура кипения смеси лежит тем ближе к точке кипения одного из компонентов, чем больше концентрация этого компонента в смеси.

### Учебные вопросы

1. Какое практическое значение имеет ректификация – фракционная перегонка с дефлегматором?
2. Чем отличается простая перегонка от ректификации?
3. Объясните принцип действия дефлегматора.
4. Какие нагревательные бани можно использовать при перегонке двухкомпонентной смеси? Когда их меняют?
5. Какой состав промежуточной фракции при ректификации двухкомпонентной смеси?
6. Из каких частей состоит прибор для перегонки с дефлегматором? Правила сборки прибора.
7. Как происходит разделение двухкомпонентной смеси? Ход перегонки представьте графически.
8. Сколько приемных колб необходимо для перегонки двухкомпонентной смеси?

9. Как производят идентификацию выделенных индивидуальных веществ?

### **Меры предосторожности и правила техники безопасности**

1. Колбу наполняют разделяемой смесью не более чем на две трети.
2. Нагревание колбы ведут так, чтобы началось медленное равномерное кипение. При быстрой перегонке пар попадает в холодильник, не успевая прийти в равновесие со стекающим ему на встречу конденсатом. Разделение смеси становится невозможным.

**Задание:** разделить двухкомпонентную смесь методом фракционной перегонки.

**Реактивы:** смесь этанол-бутанол ( $T_{\text{кип}}$  этанола  $78.3^{\circ}\text{C}$ , бутанола  $117^{\circ}\text{C}$ ).

**Посуда:** елочный дефлегматор, круглодонная перегонная колба на 50-100 мл, холодильник Либиха, аллонж, три приемные колбы на 50-100 мл, термометр до  $150^{\circ}\text{C}$ , водяная баня, воронка Бабо.

### **Выполнение работы**

Этап 1. Подготовительные работы и сборка прибора.

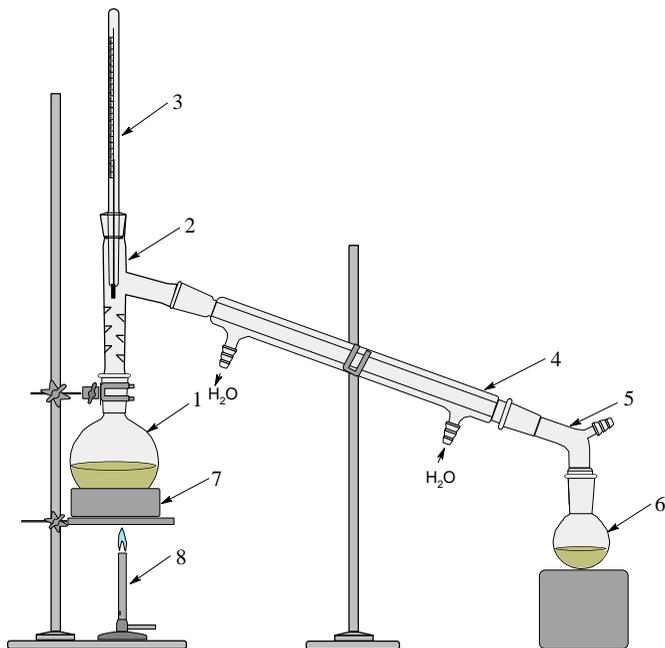
Собирают установку в соответствии со схемой (рис. 2) в следующей последовательности:

- а) перегонную колбу, поставленную на водяную баню, закрепляют на штативе;
- б) в нее вставляют елочный дефлегматор, закрепляя его на штативе с помощью трехлепестковой лапки;
- в) дефлегматор последовательно соединяют с нисходящим холодильником, аллонжем и приемником;
- г) в дефлегматор вставляют термометр.

Этап 2. Разделение двухкомпонентной смеси фракционной перегонкой:

1. перегонную колбу заполняют смесью двух органических веществ и бросают туда «кипелки»;
2. колбу нагревают на водяной бане так, чтобы началось равномерное кипение, и дистиллят переходил в приемную колбу со ско-

ростью 1-2 капли в секунду. Температура быстро повышается до некоторого постоянного значения (рис. 3). Ее записывают в тетради. Собранный при этой температуре дистиллят (1 фракция) состоит из этанола;



*Рис. 2. Установка для разделения смеси фракционной перегонкой: 1 – перегонная колба; 2 – елочный дефлегматор; 3 – химический термометр; 4 – холодильник Либиха; 5 – аллонж; 6 – приемная колба; 7 – водяная баня (а затем воронка Бабо); 8 – газовая горелка.*

3. когда температура отводимых паров начинает повышаться, меняют приемник на новый, а также меняют водяную баню на воздушную (воронка Бабо). Собирают промежуточную вторую фракцию, пока температура не станет почти постоянной.

4. после этого снова меняют приемник и собирают третью фракцию, состоящую из бутанола. Перегонку прекращают, когда в перегонной колбе останется 0.5 мл жидкости. Определяют объем или вес дистиллята I, II, III фракций. Рассчитывают процентное содержание компонентов в смеси.

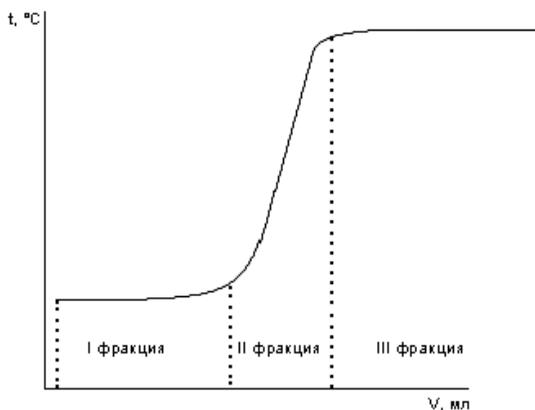


Рис. 3. Графическое изображение разделения двухкомпонентной смеси.

Оценить степень чистоты этанола (I фракция) и бутанола (III фракция) компонентов смеси можно путем экспериментального определения показателя преломления, плотности, методами ЯМР, ИК-спектроскопии.

Ход перегонки можно представить графически. Для этого результаты перегонки наносят на график зависимости количества дистиллята от температуры перегонки (рис.3).

### Этап 3.

Идентификация продуктов перегонки.

Таблица

### Справочные данные

Спирт	$T_{\text{кип}}, ^\circ\text{C}$	$d_4^{20}$	$n_D^{20}$	ЯМР $^1\text{H}$ , $\delta$ , м.д. (DMSO)	ИК, $\nu$ , $\text{cm}^{-1}$	
Этанол	78.3	0.789	1.3610	1.18 тр ( $\text{CH}_3$ , $^3\text{J}$ 4.8) 3.66 кв ( $\text{CH}_2$ , $^3\text{J}$ 6.9) 4.90 с (ОН)	3670-3580	ОН
					1075-1000	С-О-Н
					2940-2915	CH <sub>2</sub>
					1480-1440	
					1385-1370	CH <sub>3</sub>
					1470-1435	
					2885-2860	
2975-2950						
Бутанол	117	0.810	1.3990	1.18 тр ( $\text{CH}_3$ , $^3\text{J}$ 4.8) 1.53 м ( $\text{CH}_2$ ) 3.59 тр ( $\text{OCH}_2$ , $^3\text{J}$ 6.9) 4.90 с (ОН)	3670-3580	ОН
					1075-1000	С-О-Н
					2940-2915	CH <sub>2</sub>
					1480-1440	
					1385-1370	CH <sub>3</sub>
					1470-1435	
					2885-2860	
2975-2950						

## Литература для самоподготовки

1. Лабораторные работы по органической химии / В.М. Альбицкая [и др.]. – М.: Высшая школа, 1967. – 296 с.
2. Юрьев, Ю.К. Практические работы по органической химии / Ю.К. Юрьев. – М.: изд-во Московского университета, 1957. – 232 с.
3. Воскресенский, П.И. Техника лабораторных работ / П.И. Воскресенский. – М.: Госхимиздат, 1962. – 534 с.
4. Иванов, В.Г. Практикум по органической химии / В.Г. Иванов, О.Н. Гева, Ю.Г. Гаверова. – М.: Академия, 2000. – 288 с.

## Лабораторная работа № 4

# ИЗВЛЕЧЕНИЕ ЭФИРНОГО МАСЛА ИЗ АПЕЛЬСИНОВЫХ И МАНДАРИНОВЫХ КОРОК МЕТОДОМ ПЕРЕГОНКИ С ВОДЯНЫМ ПАРОМ

### Теоретическое обоснование

#### Часть 1. Эфирные масла. Физические характеристики

*Эфирные масла* (ЭМ) – летучие жидкие смеси органических веществ, вырабатываемые растениями и обуславливающие их приятный запах, это концентрат ароматов в жидком виде. Выделение растениями ароматических веществ – физиологическая реакция, рассматриваемая как общее явление, характерное для всех живых организмов – бактерий, растений, насекомых, животных. В выделяемом растительными сообществами комплексе летучих веществ эфирное масло составляет 80–90 % с преобладанием более высокого содержания в нем монотерпеновых углеводов. При этом компонентный состав испаряемого эфирного масла в атмосфере отличается от эндогенного, содержащегося в растении. Вероятная причина тому та, что отдельные компоненты находятся в растении в связанном состоянии.

Значение эфирных масел для растений огромно: они служат для защиты растений от поражения грибами, вирусами, бактериями, вредителями, для привлечения насекомых-опылителей, предохранения поедания животными, от перегрева днем и переохлаждения ночью, повышения энзиматических процессов.

В большинстве случаев эфирные масла – бесцветные или желтоватые прозрачные жидкости, но встречаются и окрашенные растворенными в них пигментами (масло ромашки – голубое, жасмина – красноватое, горькой полыни – зеленоватое, базилика – желтое). Для ЭМ характерна значительная летучесть. Они практически нерастворимы в воде, но хорошо растворимы в жирах, растительных маслах, эфире, спирте высокой концентрации, смешиваются во всех соотношениях с жирами и жирными маслами.

По своим свойствам и химической природе эфирные масла резко отличаются от жирных растительных масел тем, что улетучива-

ются при нормальной температуре и не оставляют пятен на тканях, бумаге.

В теплом и сухом климате в растениях накапливается больше эфирных масел, чем в холодном и влажном. Больше масел образуется во время цветения и созревания семян, чем в другие периоды; они накапливаются в цветках (ромашка, жасмин), в плодах (сельдерей, ваниль, лимон, апельсин), в листьях (фиалка), в корневищах (ирис), стволах деревьев (сандаловое), в коре дерева (корица), практически во всех органах – листьях, стеблях, плодах, цветках (мята, лаванда, хвойные, герань).

Содержание эфирных масел в свежих зеленых частях растений не превышает 1 %, в семенах – доходит до 10 %. Количество эфирных масел в растениях колеблется от едва определяемых следов до 2-3 %, реже выше. Даже в одном и том же растении в различных органах содержатся разные по составу эфирные масла. На накопление масел и их качественный состав влияют фаза вегетации, инсоляция, влажность, климатические условия, почва, часы сбора сырья и др. Клетки некоторых эфиромасличных растений, например герани и ириса, выращенных в условиях культуры тканей, сохраняют способность к синтезу эфирного масла. Однако уровень этого синтеза уступает интактному растению.

Эфирные масла, содержащиеся в разных частях растения, могут обладать различным запахом. Так, из цветков горького апельсинового дерева добывают цветочное апельсиновое масло (неролиное), из листьев (померанца) – петигрейное масло, а из кожуры плодов сладкого китайского апельсина – апельсиновое масло. Влияние на запах эфирного масла оказывают разветвления углеродной цепи, особенно третичных атомов углерода. Для веществ, обуславливающих возникновение аромата, характерно наличие в их молекуле функциональных групп: карбинольной, карбонильной, сложноэфирной. Они усиливают запах. К компонентам, определяющим запах масла, относятся: гераниол, нерол, анетол, цетронеллол, цитраль, лимонен, эвгенол и др. Ментол определяет запах мяты, эвгенол – запах гвоздичного масла.

### **Компонентный состав эфирных масел**

Эфирные масла состоят из химических групп и отдельных химических элементов. Первичные элементы, ответственные за функ-

цию эфирного масла, – углерод, водород, кислород. Кислород – главный элемент эфирного масла.

Компоненты эфирных масел представлены различными соединениями, которые можно расположить в следующем порядке по их бактерицидной активности: фенолы, альдегиды, спирты, эфиры, кислоты.

Наиболее биологически активные компоненты эфирных масел – спирты, альдегиды, кетоны, фенолы; наименее активные – углеводороды. Для цветковых растений характерен синтез кислородсодержащих производных монотерпенов, спиртов, кетонов, сложных эфиров, оксидов, обладающих высокой биологической активностью.

Кислоты, спирты, альдегиды и другие соединения являются исходными продуктами образования ряда биологически активных веществ или промежуточных продуктов на пути их синтеза.

Характерные компоненты эфирных масел – *терпеноиды*. Некоторые из них осуществляют окислительно-восстановительные процессы, регулируют активность генов растений, участвуют в фотохимических реакциях, поглощая световую энергию, которая идет на биосинтез компонентов эфирных масел. Терпеноиды обладают хроматоформной системой, могут поглощать лучистую энергию и участвовать в фотохимических реакциях. В связи с этим высказывается предположение, что растения за счет световой энергии активируют атмосферный кислород. Такие терпеноиды, как линалоол, гераниол, фарнезол, будучи связанными с иными химическими структурами, входят в различные биокаталитические системы. Некоторые терпеноиды являются предшественниками феромонов.

Углеродные цепи гераниола, линалоола, нералидола и фарнезола являются ключевыми промежуточными продуктами на пути биосинтеза таких биологически активных веществ, как стероидные гормоны, ферменты, антиокислители, витамины D, E, K, желчные кислоты.

*Азулен* – компонент эфирных масел: мятного, эвкалиптового, ромашки и др. Это вещества синего, фиолетового, реже зеленого цвета. В маслах они находятся в виде проазуленов или азуленогенов; обладают противоаллергическим, антифлогическим, бактериостатическим, противовоспалительным действием, способны повышать лейкоцитоз, замедляют свертывание крови. Азуленовые соединения участвуют в фотохимических реакциях. Кроме того, они обладают жаропонижающей, антиспастической, противоопухолевой активностью.

Отдельные компоненты ЭМ (энолы) входят в состав биокаталитических систем, осуществляя окислительно-восстановительные процессы.

Тимол, эвгенол, анетол, ионон и другие имеют сходство структур с известными активаторами биоэнергии. Биосинтез компонентов эфирных масел сопровождается затратой большого количества химической энергии на каждую молекулу.

Синтез компонентов эфирного масла из исходных полупродуктов контролируется ферментами, направленность образования которых запрограммирована в молекулярной структуре ДНК.

Таким образом, компоненты эфирного масла являются либо исходными продуктами образования многих биологически активных веществ, либо промежуточными продуктами на пути их биосинтеза.

В зависимости от компонентного состава эфирных масел Р.М.Гаттерфоссе разделил их на 7 групп: ЭМ, содержащие специфические терпеновые спирты и соответствующие эфиры (1-я группа), специфические альдегиды (2-я), специфические кетоны (3-я), специфические лактоны (4-я), специфические фенолы (5-я), специфические окислы (6-я) и ЭМ, содержащие специфические терпены (7-я группа).

Некоторые авторы делят ЭМ в соответствии с их основным составом на 3 группы: углеводородные (богатые терпенами), окисигенированные и сульфированные.

Итак, каждый вид ЭМ имеет свой, характерный только для него компонентный состав. Он весьма сложен и постоянно увеличивается в связи с усовершенствованием методов исследования. Так, в эфирном масле герани определено около 300 компонентов, в эфирных маслах розы, бергамота, лимона, мандарина, апельсина – около 500 компонентов в каждом. Некоторые эфирные масла содержат до 800 компонентов, при этом обычно преобладает один из них. На долю многих компонентов приходится одна десятая, сотая и даже тысячная процента, но некоторые из них играют определенную роль в формировании запаха и биологической активности.

Действие основных и второстепенных компонентов ЭМ определяется в суммации или потенцировании эффекта, то есть совместное действие компонентов гораздо значительнее и сильнее, чем действие каждого из них в отдельности.

Многие компоненты эфирных масел являются либо исходными продуктами образования многих биологически активных веществ, либо промежуточными продуктами на пути их биосинтеза. Они вхо-

дят в состав ферментных систем, стероидных гормонов, витаминов D, E, K, антиокислителей, желчных кислот и др.

### **Использование компонентов эфирного масла**

Основные компоненты эфирных масел находят определенное, но достаточно ограниченное использование. Так, линалилацетат, один из основных компонентов бергамотного, лавандового, шалфейного, жасминового эфирных масел, обладает выраженным спазмолитическим действием. Эвгенол – компонент эфирных масел базилика эвгенольного, гвоздичного – является стимулятором размножения клеток, тимол – компонент эфирных масел монарды, ажгона – обладает очень высокой бактерицидной активностью широкого спектра действия. На его основе создана питательная среда для дифференциации микробов. В практике широко используется ментол – главный компонент эфирного масла мяты. Нашла большое применение и камфора – компонент эфирных масел камфорного дерева и базилика камфорного и др. Из эфирного масла шалфея добывают склареол и амбродит, которые выполняют роль фиксаторов запаха.

Некоторые эфирные масла (ромашки, тысячелистника, гуаяковое) являются источниками азуленовых соединений, которые издавна применяют в народной и официальной медицине как противовоспалительные, антиаллергические, антисептические и противоопухолевые соединения. Эфирное масло лимонной травы используют для получения цитраля, масло гуаяковы – для получения азулена, масло цитронеловое – сырье для гераниевого масла и т.д.

При ароматерапии эфирные масла необходимо использовать в том компонентном составе, в котором они были получены из растений, поскольку каждый компонент эфирного масла играет свою определенную роль, а весь компонентный состав в целом создает гармонию запахов и определяет его целебные свойства, гармонию тела и души, здоровье.

Эфирные масла и их компоненты легко проходят через эпителий капилляров, они свободно преодолевают плаценту, самый надежный биологический барьер.

С помощью транспортных молекул-носителей, находящихся в биологических мембранах, молекулы ароматических веществ проникают через клеточные мембраны и взаимодействуют с рецепторами внутриклеточных биологических комплексов: ДНК, РНК, генов. Они

взаимодействуют с ферментной, эндокринной, иммунной и другими системами.

### **Определение компонентного состава эфирных масел и растительных ароматических веществ в атмосфере**

Отбор пробы – важная стадия аналитического определения состава РАВ в атмосферном воздухе и в растениях. Для концентрирования РАВ, содержащихся в воздухе, используют углеродные адсорбенты на основе графитированных термических саж – карбопаки и карбохром; полимерные материалы – тенакс GC, тенакс Т, тенакс ТА, реже активированный уголь.

Идентификацию и количественное определение компонентов РАВ в атмосферном воздухе проводят на основании газохроматографического и хромато-масс-спектрометрического анализа. Идентификацию и количественное определение состава ЭМ проводят тем же методом.

Проводят также магнитно-резонансную (МР) спектрометрию, которая весьма информативна. МР-спектрометрия дает большую информацию, особенно если необходимо определение химической и структурной формулы при выделении из растений неизвестного органического вещества. Используют также метод инфракрасной спектроскопии, например, для количественного определения компонентов ЭМ.

### **Сертификат качества эфирных масел**

Обращают внимание на следующие показатели:

- внешний вид, цвет, прозрачность;
- запах, который характерен для каждого вида эфирного масла;
- коэффициент преломления (*рефракция*) – отношение скорости распространения света в воздухе к скорости распространения света в эфирном масле. Высокие показатели свидетельствуют об обогащенном ЭМ кислородными соединениями, что может быть результатом длительного хранения;
- удельный вес, плотность,  $\text{г/см}^2$ ,  $20^0\text{С}$ . Высокие показатели свидетельствуют об обогащении ЭМ кислородными соединениями, что указывает на длительное хранение этого масла;

- угол вращения плоскости поляризации, отражающий относительное содержание в эфирном масле тех или иных компонентов;
- растворимость в 75-90 % этиловом спирте, что дает возможность судить о содержании в эфирном масле углеводов;
- массовая доля нелетучих веществ. Их повышение – неблагоприятный показатель, характеризующий качество масла;
- массовая доля влаги. Повышение влаги в эфирном масле – показатель, свидетельствующий о низком качестве масла;
- массовая доля кетонов и альдегидов. Их повышение – показатель плохого качества эфирного масла;
- кислотное число эфирного масла, мг (КОН)<sub>2</sub>. Его повышение свидетельствует об увеличении содержания в эфирном масле свободных жирных кислот за счет процессов окисления, что наблюдается при длительном хранении;
- доля сложных эфиров – один из важнейших показателей. Его повышение указывает на хорошее качество эфирного масла;
- доля спиртов сложных эфиров. Определенное после ацетилирования эфирное число является показателем, по которому рассчитывают содержание спиртов в эфирном масле. Это важнейший признак, повышение которого указывает на хорошее качество эфирного масла;
- доля карбонильных соединений в процентах – один из важнейших показателей качества эфирного масла. Его повышение – признак хорошего качества;
- содержание основного компонента эфирного масла – один из важнейших показателей эфирного масла, характеризующий его качество.

В зависимости от существующих нормативных документов на данное эфирное масло и на основании проведенных исследований дается заключение, соответствующее ОСТу, ГОСТу или ТУ (технические условия).

Эфирные масла широко применяют в пищевой, ликероводочной промышленности, в косметике, парфюмерии, фармации и в медицине.

### **Хранение эфирных масел**

Качество ЭМ зависит от способа их хранения, а действие ЭМ – от их качества. К хранению предъявляются определенные требования. Это связано с тем, что ЭМ легко изменяются под влиянием света, воз-

духа, температуры, влаги, поэтому их хранят в небольших сосудах темного стекла, заполненных доверху, или в небольших запаянных жестянках в сухом прохладном и темном помещении при температуре не выше 15<sup>0</sup>С. Гарантийный срок хранения эфирных масел при соблюдении условий хранения – 3 года.

Введение эфирных масел в организм облегчается за счет их хорошей растворимости в жирах и легкости проникновения через кожу и слизистые оболочки. Благодаря высокой летучести данные вещества могут быть введены в организм при их вдыхании. Высокая проникающая способность эфирных масел обусловлена низкой молекулярной массой и шаровым строением молекул.

Разбавителями эфирных масел могут быть мыла, тоники, шампуни и транспортные масла (рафинированные растительные масла – подсолнечное, кукурузное, оливковое, облепиховое, миндальное), а также высоковитаминные масла – жожоба, авокадо. Масло авокадо добывают из плодов авокадо. Оно содержит витамины А, группы В, D, E, лецитин. Масло из зародышей пшеницы содержит большое количество витамина E, витамины А, В, D, лецитин и др.

### **Синтетические эфирные масла**

Постоянно возрастающая потребность косметики в душистых веществах вызвала необходимость производства искусственных масел. Многие синтетические душистые вещества получают из продуктов каменноугольной смолы.

Химические вещества напоминают хорошо известные запахи: ацетат бензила – запах жасмина, дифениловый эфир – герани, ацетат изобарнил – фиалки, ацетат линалоола – бергамота и лаванды, фенилэтиловый спирт – розового масла и т.д. Потребность в синтетических душистых веществах для парфюмерии возрастает.

Продолжаются успешные работы по созданию все новых и совершенствованию старых синтетических эфирных масел. Например, ученые при соединении четырех спиртов – санталидола, сантала-А, элесанта и эженола – получили продукт, почти не отличающийся по запаху от эфирного масла сандала. Для получения сходства по запаху было подобрано еще около 20 компонентов. Запах почти полностью совпал с запахом жасмина. Напомним, что ЭМ жасмина содержит более 500 компонентов.

Но синтетические аналоги растительных эфирных масел не влияют на организм аналогично натуральным, хотя имеют совершенно сходный аромат.

Искусственные ароматические вещества, как было выявлено в условиях хронического эксперимента, вызывают выраженное угнетение общей иммунологической реактивности и выраженный общетоксический эффект. Это и понятно: искусственные эфирные масла – творение рук человека, а естественные эфирные масла – продукт творения природы, то есть Творца. Искусственные эфирные масла – это эрзац, созданный человеком, который будет имитировать тот или иной запах; эмоционально запах может быть приятным, но он не обладает биологической активностью.

## **Часть 2. Методы получения эфирных масел**

На протяжении многих веков человек стремился познать секрет аромата, извлечь его из пахнущих растений и поставить себе на службу. Он догадывался, что растения, обладая какой-то непонятной силой, борются со своими и чужими болезнями.

Уже 5000 лет назад шумеры сделали первый шаг в разгадке тайны ароматических веществ. Затем в Древнем Египте начинают бальзамировать ароматами тела фараонов, а в Китае и Индии лечить воспалительные и психические заболевания. В странах Ближнего Востока стали получать душистую розовую воду, которая превратилась в предмет мены и купли-продажи.

Так как же человек научился получать эфирные масла?

Самым древним и надежным способом их производства является *перегонка с водяным паром* (листьев, цветков, травы, корней, хвойных лапок, мха) – дистилляция. Способность эфирных масел отгоняться с парами воды была положена в основу простого аппарата для этих целей – перегонного агрегата. Он включает в себя парообразователь, перегонный куб, холодильник и приемник.

Пар из парообразователя поступает в перегонный куб, куда предварительно загружают измельченное сырье, заливают водой и нагревают до кипения, и извлекают из сырья эфирное масло. Эта смесь, состоящая из паров воды и масла, в холодильнике превращается в жидкость – дистиллят. Затем она поступает в приемник, где масло отделяется от воды за счет разности их удельных весов.

Вторым наиболее древним способом получения эфирных масел является *мацерация* (настаивание) и *анфлераж* (поглощение). Легко представить себе охотника или пастуха, которые в горах проводят целый день среди цветов и пахнущих растений. За спиной у них рюкзак, заполненный пчелиным воском или животным жиром. Последние, нагреваемые солнечными лучами, размягчаются. В эту массу и вдавливаются сорванные цветки. В итоге жир впитывает эфирное масло. Когда добытчик спускается с гор в долину, он сдает эту душистую массу, получает деньги и чистый жир для использования на следующий день. С помощью специального оборудования, по технологии, хранящейся в глубокой тайне, чародеи ароматов выделяли эфирное масло отгонкой с водяным паром или же с этиловым спиртом. Кстати, эти способы сохранились в парфюмерии до наших дней, позволяя получать ценные эфирные масла для самых дорогих и изысканных духов.

Из кожуры плодов – бергамота, грейпфрута, апельсина, лимона – эфирные масла получают *методом прессования* (механического выжимания, или центрифугирования). При этом смесь жидкости и эфирного масла, отпрессованные из кожуры, разделяют на центрифуге. В некоторых странах из подобной жидкости эфирное масло получают путем отгонки с водяным паром.

Относительно новый способ получения масел – *экстракция летучими растворителями*: бензином и петролейным эфиром. В специальных аппаратах сырье заливают растворителем, настаивают несколько часов, затем сливают. Растворитель, в котором растворились душистые вещества, называется *мисцеллой*. Ее загружают в аппарат с паровой рубашкой и нагревают. Растворитель испаряется, а оставшаяся масса, называемая *конкретом*, сливается для последующей доработки. Затем конкрет, содержащий душистые вещества, смолы и красители, растворяют в спирте и при температуре – 18-20°C разделяют на твердую часть (*воск*) и спиртовую мисцеллу. Жидкость нагревают, спирт испаряется, а то, что остается после этого в аппарате, называется *абсолютом*. Именно таким образом получают абсолюты розы, жасмина и шалфея.

Если экстракции подвергали сухие растения – смолы, бальзамы, корни, семена, мох, то душистый продукт, оставшийся на дне вакуума, называется *резиноидом*. Это готовый продукт для парфюмерии.

Если экстракции подвергали цветки – фиалки, туберозы, мимозы, розы, жасмина, этот продукт называют конкретом, и он не явля-

ется конечным продуктом. Конкреты подвергают обработке спиртом для удаления воска, затем удаляют спирт.

Большим преимуществом является то, что технологии получения эфирных масел достаточно просты и имеется сырьевая база промышленных эфироносков. Эфирные масла можно довольно просто получать и из отходов, накапливающихся при заготовке древесины: ели, сосны, пихты и деревьев других пород. А эти отходы огромны. Исследования их компонентного состава и стандартизация организационно легко разрешимы.

Средний выход эфирного масла из 100 кг растительного сырья составляет: эвкалипт – 3 кг, лаванда – 2.9 кг, шалфей – 1.4-1.7 кг, ромашка – 0.7-1 кг и т.д. Для получения 1 кг эфирного масла розы необходимо переработать 1-2 тонны лепестков растения, а из 100 кг цветков горького апельсина получают всего 50 г эфирного масла. Стоимость эфирного масла зависит от выхода масла на 1 кг растения – эфироноса. Чем выход ниже, тем эфирное масло дороже, хотя имеются исключения.

### Часть 3. Перегонка с водяным паром

Когда имеются две какие-либо несмешивающиеся жидкости, то на основании закона Дальтона при всякой температуре давление паров смеси равно сумме отдельных составляющих ее частей:

$$P_{общ} = P_A + P_B,$$

где  $P_A$  – давление паров нерастворимой в воде жидкости,

$P_B$  – давление паров воды.

Жидкости кипят, когда давление их паров равно величине внешнего давления. Следовательно, если давление паров смеси также будет равно внешнему давлению, то смесь закипит. Таким образом, эти смеси можно подвергать перегонке при более низкой температуре, чем температура кипения каждой из составляющих жидкостей в отдельности

$$P_B = P_{общ} - P_A < P_{общ}.$$

Например, смесь скипидара и водяных паров перегоняется при 96°C, в то время как скипидар начинает кипеть при 152°C. На указанном свойстве основан способ перегонки с водяным паром.

Перегонка с водяным паром имеет преимущество перед обычной перегонкой в том, что она может быть избирательной, так как одни нерастворимые вещества перегоняются с паром, другие – не перегоняются, некоторые же из веществ перегоняются медленно, что делает возможным провести четкое разделение веществ. Эти особенности и преимущества перегонки с водяным паром позволяют, например, разгонять природные масла и смолы на фракции, одни из которых перегоняются с водяным паром, а другие – нет.

Используя перегонку с водяным паром, можно регенерировать нелетучие твердые вещества из их растворов в высококипящих растворителях, таких, например, как нитробензол ( $T_{\text{кип}} 210^{\circ}\text{C}$ ).

Летучесть и возможность перегонки вещества с водяным паром зависит от его строения. Чтобы оно перегонялось с водяным паром, необходимы следующие условия:

- очищаемое вещество не должно растворяться в воде и не должно химически с ним взаимодействовать;
- оно должно быть достаточно летучим, то есть иметь значительное давление насыщенных паров при температуре кипения.

Таким образом, перегонка с водяным паром является важным методом разделения и очистки веществ.

Для проведения этого процесса собирают аппарат (рис. 1), состоящий из парообразователя (паровика), водоотделителя, перегонной колбы, холодильника и приемника.

Парообразователем, который называют также и паровиком, служит обычно металлический сосуд (рис. 2). Он имеет водомерную трубку, пароводную трубку и гор-

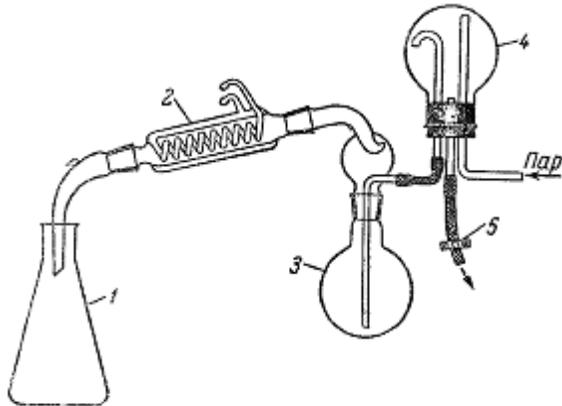
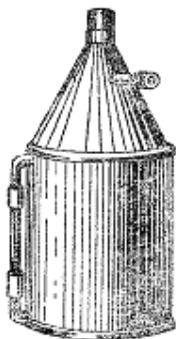


Рис. 1. Прибор для перегонки с водяным паром: 1 – приемник; 2 – холодильник с двойным охлаждением (внутренним и наружным); 3 – колба с насадкой для перегонки с паром; 4 – водоотделитель; 5 – сток в канализацию.

ло. Паровик заполняют водой приблизительно на  $2/3-1/2$  его объема. В горло вставляют пробку, снабженную стеклянной трубкой, один конец которой опускают почти до дна паровика, а другой выходит наружу. Длина наружного конца трубки должна быть не менее 50 см.



*Рис. 2. Парообразователь.*

Назначение этой трубки – предохранить от резкого повышения давления, вызываемого сильным нагреванием. Как только давление повысится, вода поднимается по этой трубке и может даже выброститься наружу; в этом случае огонь следует убавить. Нагревают паровик снизу, без сетки. Пароотводная трубка при помощи резиновой трубки соединяется с перегонной колбой.

Недостатком обычных паровиков является то, что в них время от времени надо добавлять свежую воду. При длительных работах это представляет неудобство, так как для добавления воды нужно прекращать перегонку, отсоединять паровик и затем снова собирать всю систему.

Пар, поступающий из паровика, очень влажен, и перегонная колба может быстро заполниться водой, поэтому необходимо применять водоотделитель или брызгоулавливатель. В приборе, приведенном на рис. 1, водоотделителем служит низкогорлая колба емкостью 250 мл. В горло колбы вставляют резиновую пробку с тремя отверстиями, в которые вставляют трубки: для поступления влажного пара из паровика, для отвода обезвоженного пара в перегонную колбу и для периодического спуска накопившейся в колбе воды. Спуск проводят, открывая зажим на резиновой трубке, надетой на стеклянную водосливную трубку.

Если в качестве перегонной колбы взята обычная круглодонная колба, в пробке просверливают два отверстия: одно для трубки, соединенной с паровиком и доходящей почти до дна колбы, другое для пароотводной трубки, изогнутой под острым углом. Пароотводная трубка соединяется с холодильником. Смесь, подлежащую перегонке, наливают в колбу не больше, чем на половину ее объема; перед перегонкой ее подогревают.

На конец холодильника (рис. 1) насаживают аллонж. Приемником могут служить стакан, колба, мерный цилиндр и т.д.

Вначале паровик отсоединяют от перегонной колбы и нагревают. Когда начнется кипение, паровик соединяют резиновой трубкой с перегонной колбой. Последнюю, как уже указывалось, перед перегонкой нагревают почти до кипения жидкости. Это необходимо потому, что в противном случае пары воды, поступающие в перегонную колбу, будут охлаждаться и конденсироваться, увеличивая объем жидкости. Если же смесь предварительно нагреть, то перегонка начинается сразу же и объем жидкости почти не изменяется. Это подогревание нужно продолжать во все время перегонки. В приемник будет поступать эмульсия, которая при стоянии расслоится, и нужное вещество (в зависимости от его плотности) будет собираться в виде слоя сверху или снизу.

Перегонку заканчивают, когда из холодильника начнет поступать чистая вода.

Когда перегонка закончена, отделяют перегонную колбу от парообразователя, и затем гасят горелки. Если этого не сделать, то при охлаждении парообразователя в нем создается вакуум и жидкость из перегонной колбы может проникнуть в паровик.

Перегон, состоящий из двух слоев, разделяют при помощи делительной воронки. Перелив в нее перегон, дают отстоять ему некоторое время, пока не произойдет расслоение. Затем, открыв пробку, осторожно поворачивают кран и дают стечь нижнему слою жидкости в какой-нибудь сосуд. Как только верхний слой дойдет до крана, последний сразу закрывают. После этого жидкость, находящуюся в воронке, выливают через верхнее отверстие в тот или иной сосуд.

### Учебные вопросы

1. Какие вещества перегоняются с водяным паром?
2. Как изменяется давление и температура в зависимости от состава в системах из взаимонерастворимых компонентов?
3. От чего зависит температура перегонки вещества с водяным паром?
4. Из каких частей состоит прибор для перегонки с водяным паром?
5. В каком положении укрепляют перегонную колбу?
6. Каково назначение трубок, вставляемых в колбу?

7. Как устроен парообразователь? Каково назначение трубки, опущенной в парообразователь? На какую глубину ее опускают?
8. Как определить конец перегонки?
9. Каков состав дистиллята?
10. Как отделяют очищаемое вещество от воды?
11. Как сушат очищенное вещество?

### **Меры предосторожности и правила техники безопасности**

1. Парообразователь снабжается предохранительной трубкой для выравнивания давления. Если система, в которую поступает перегретый пар, закупоривается, то в паровике создается избыточное давление. Горячая вода поднимается по трубке и может вылиться и привести к термическому ожогу. Необходимо отсоединить паровик и наладить систему.

2. Во избежание переброса перегоняемой жидкости в приемник, следует пользоваться перегонной колбой с длинным горлом и ее располагать несколько наклонно, чтобы летящие вверх брызги не попадали в пароотводящую трубку. Последняя должна лишь немного выступать из пробки. Колбу заполняют жидкостью не более чем на одну треть.

3. Пароотводящий резиновый шланг должен легко соединяться и легко сниматься со стеклянной пароотводящей трубки.

4. Резиновый шланг подсоединяют к системе тогда, когда в паровике закипает вода. После окончания перегонки сначала отсоединяют резиновый шланг с паром, затем выключают горелку и разбирают прибор, начиная с приемника.

5. При контакте с горячими металлическими поверхностями необходимо пользоваться полотенцем, керамическими плитками, соблюдать осторожность во избежание ожогов.

**Задание:** извлечь эфирное масло из апельсиновых или мандариновых корок методом перегонки с водяным паром.

#### **Мандарин (*Citrus unshin* (Swingle) Marc.)**

Мандариновое эфирное масло получают из кожуры плодов вечнозеленого дерева высотой 200-300 см из семейства рутовых (*Rutaceae*). В диком виде растение не известно. Родина – Китай. Ши-

роко культивируется в странах Средиземноморья и Индокитая, Японии, Китае, Грузии.

Мандариновое эфирное масло получают в Италии, Испании, Бразилии путем холодного прессования и перегонки с водяным паром. В состав эфирного масла входят альфа-лимонен, цитраль, спирты, альдегиды. Своеобразный запах придает метиловый эфир антраниловой кислоты.

В восточной медицине кожура мандарина издревле использовалась для улучшения аппетита и пищеварения, снятия воспалительных процессов в бронхах и верхних дыхательных путях, смягчения кашля. Плоды мандарина являются ценным диетическим продуктом, повышающим аппетит, улучшающим обменные процессы, насыщающим организм витаминами в зимнее время. Обладают антицинготным и фунгицидным действием.

При втирании в кожу сока мандарина излечивается трихофития и микроспория. Спиртовая настойка из кожуры мандарина повышает аппетит, разжижает мокроту. Прекращает процессы брожения и гниения в кишечнике. Выводит излишнюю жидкость из организма. Эффективен при целлюлите. Используется для гигиены полости рта. Благодаря яркому аромату мандариновое масло находит широкое применение в пищевой промышленности, парфюмерии, косметике, повышает сопротивляемость организма инфекциям.

В косметике эфирное масло мандарина – отличное средство для ухода за вялой, чувствительной и пористой жирной кожей. Излечивает гнойничковую сыпь.

Мандариновое масло обладает прекрасным стимулирующим запахом, который любят как взрослые, так и дети. Хороший дезодорант воздуха в закрытых помещениях.

**Не применять для кожи перед выходом на солнце, а также при индивидуальной непереносимости цитрусов!**

### **Апельсин сладкий Китайский (*Citrus sinensis* (L.) Pers.)**

Апельсин сладкий – вечнозеленое растение высотой 7-16 м из семейства рутовых (Rutaceae). Листья овальные, редко продолговатые. Цветки одиночные или в немногочисленных кистях или щитках. Плод – оранжевый, с гладкой или шероховатой коркой. Мякоть кисло-сладкая, оранжевая, с семенами или без семян.

В плодах апельсина содержится до 15 % сахаров (преимущественно фруктоза и глюкоза), лимонная кислота, аскорбиновая кислота,

а также витамины - рутин, тиамин, рибофлавин, каротин, пектиновые вещества, преимущественно в неокрашенной части, фитонциды, минеральные вещества (калий, кальций, фосфор), пигменты, а в коре ветвей и корнях, кожере плодов, цветках, почках, листьях – эфирные масла. Родиной являются южные склоны Гималаев.

Апельсиновое (сладкое) эфирное масло получают из кожуры апельсина путем прессования. Это жидкость желтого или желто-коричневого цвета, с характерным свежим запахом и очень приятным вкусом. Для получения 1 кг эфирного масла необходимо 50 кг свежей кожуры плодов. В состав эфирного масла входят: D-лимонен – 90 %, Н-дециловый альдегид, D-линалоол, Н-нониловый спирт, D-терпинеол, эфиры каприловой кислоты, метиловый эфир антраниловой кислоты, цитраль, цитронеллаль.

Аромат мякоти плодов обусловлен присутствием ряда летучих соединений: спиртов (этилового, амилового, фенилэтилового), сложных эфиров органических кислот (муравьиной, уксусной, каприловой), анетола, гераниола, ацетальдегида и терпинеола. В кожере плодов имеются флавоновые гликозиды.

Плоды широко используются в пищу на десерт в свежем виде, а также для переработки на сок, напитки, джемы, цукаты, применяются в кондитерском производстве. Из кожуры плодов получают эфирное масло, используемое для изготовления различных фруктовых напитков, ликеров, настоек, для ароматизации лекарств и пищевых продуктов. В качестве пряности они используются в приготовлении различных сладких блюд, печенья, соусов, рыбы, птицы и блюд из риса.

Сок апельсина хорошо утоляет жажду при лихорадочных состояниях. Комплекс витаминов и других биологически активных веществ апельсина – эффективное средство профилактики и лечения ожирения, гипо- и авитаминозов, подагры, гипертонии, атеросклероза, болезней печени.

Благодаря высокому содержанию пектиновых веществ плоды апельсина улучшают работу кишечника, способствуют выведению вредных веществ, снижению гнилостных процессов. Свежие или консервированные мякоть плодов и сок возбуждают аппетит и улучшают пищеварение. Особенно рекомендуется есть апельсины или пить сок утром натощак и вечером перед сном пожилым людям, страдающим запорами.

В народной медицине сок издавна применяли как жаропонижающее, при кровохаркании, для лечения инфицированных ран и язв, мочекаменной болезни, спиртовую настойку корки – как противохордачное средство, а водный отвар корок, особенно незрелых апельсинов – как кровоостанавливающее при обильных менструациях и других маточных кровотечениях. Из цветков апельсинового дерева перегоняли апельсиновую воду, которую рекомендовали как потогонное и кровоостанавливающее средство.

В ароматерапии используется эфирное масло апельсина, которое стимулирует пищеварение, функции желчного пузыря, почек, мочевого пузыря, тонизирует сердце, обладает противохордачным и дезинфицирующим, а при воздействии на кожу – регенерирующим и противовоспалительным действием. Оказывает психологически согревающее, стимулирующее, балансирующее, релаксирующее, повышающее чувствительность действие и показано при нервозности, тревоге, печали, недостатке самообладания, потребности в тепле.

В пищевом рационе желательно с лечебной и профилактической целью использовать 2-3 свежих апельсина в день. Следует учесть, что сок апельсина противопоказан при язвенной болезни и гастрите с повышенной секреторной активностью.

В косметике эфирное масло апельсина применяют в смесях для повышения упругости кожи и регенерации кожных покровов. Оно стимулирует и восстанавливает сухую, потрескавшуюся кожу, дает хорошие результаты при целлюлите.

Апельсиновое (сладкое) эфирное масло используется для ароматизации воздуха в помещениях, приготовлении водки и настоек. Входит в состав освежающих композиций.

Апельсиновые корки рекомендуют использовать для отпугивания платяной моли.

Запах апельсина поднимает настроение, помогает отвлечься от мелких жизненных неурядиц, создает настроение праздника.

**Осторожно!** Не использовать для кожи перед выходом на солнце, а также при индивидуальной непереносимости цитрусов.

**Реактивы:** апельсиновые или мандариновые корки.

**Посуда:** парообразователь с предохранительной трубкой, круглодонная перегонная колба на 500 мл, холодильник Либиха, аллонж, приемная колба на 500 мл, асбестовая сетка, делительная воронка.

## Выполнение работы

Этап 1. Подготовительные работы и сборка прибора.

1. Собирают установку в соответствии со схемой (рис. 3) в следующей последовательности:

а) перегонную колбу устанавливают в наклонном положении во избежание переброса жидкости;

б) закрепляют посередине водяной холодильник так, чтобы угол его наклона соответствовал углу наклона трубки перегонной колбы;

в) соединяют перегонную колбу с холодильником;

г) соединяют холодильник с аллонжем;

д) конец аллонжа опускают в приемную колбу;

е) заливают воду в парообразователь, контролируя ее уровень через водомерную трубу;

ж) парообразователь снабжают предохранительной трубкой, опущенной почти до дна;

з) парообразователь ставят на треножник и нагревают до кипения.

Этап 2. Перегонка с водяным паром.

1. В перегонную колбу помещают 150 г мелкоизмельченных корок апельсина или мандарина. Конец паропроводящей трубки должен быть в жидкости, можно добавить 20-30 мл воды, если не достает жидкости.

2. Как только в парообразователе закипит вода, пароподводящую трубку соединяют с перегонной колбой и наблюдают перегонку.

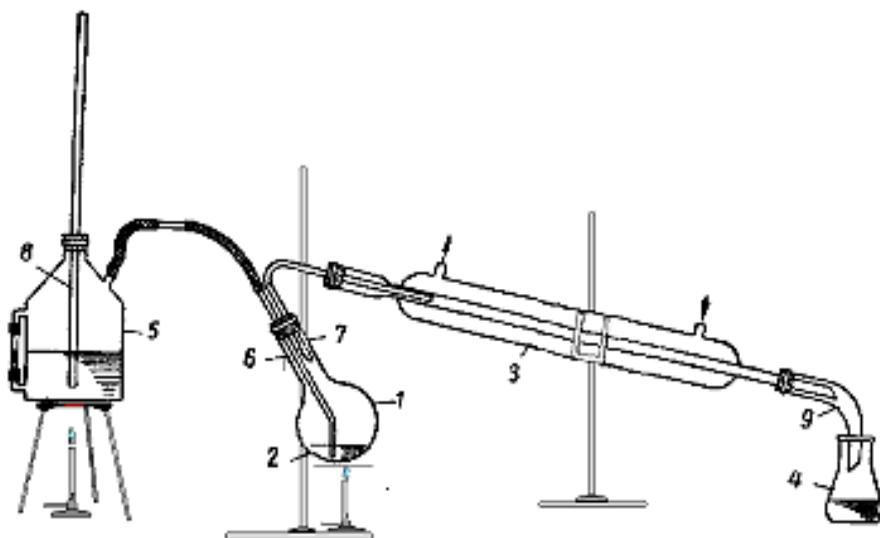
3. Перегонную колбу подогревают через асбестовую сетку небольшим пламенем горелки, чтобы не было избыточной конденсации в колбе.

4. Перегонку прекращают, когда в приемник начнет поступать прозрачный дистиллят – чистая вода.

5. Выключают обогрев.

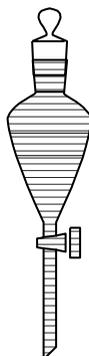
6. Отсоединяют парообразователь от перегонной колбы.

7. Разбирать прибор начинают с приемной колбы (с конца прибора).



*Рис. 3. Установка для перегонки с водяным паром:  
 1 – круглодонная колба с длинным горлом; 2 – перегоняемое вещество и вода; 3 – холодильник; 4 – приемник; 5 – парообразователь;  
 6 – трубка, по которой поступает пар; 7 – пароводная трубка;  
 8 – предохранительная трубка; 9 – аллонж.*

Этап 3. Выделение экстрагированных эфирных масел апельсина или мандарина разделением водно-эфирной смеси на делительной воронке.



*Рис. 4. Делительная воронка.*

Этап 4. Измеряют вес продукта, определяют практический выход в граммах, а затем рассчитывают практический выход в процентах от теоретического по следующей формуле:

$$W_{\text{практ}} (\%) = \frac{\text{масса практическая в граммах}}{\text{масса теоретическая в граммах}} 100 \%$$

Этап 5. Оформление отчета и его защита.

### Литература для самоподготовки

1. Лабораторные работы по органической химии / В.М. Альбицкая [и др.]. – М.: Высшая школа, 1967. – 296 с.
2. Воскресенский, П.И. Техника лабораторных работ / П.И. Воскресенский. – М.: Госхимиздат, 1962. – 534 с.
3. Иванов, В.Г. Практикум по органической химии / В.Г. Иванов, О.Н. Гева, Ю.Г. Гаверова. – М.: Академия, 2000. – 288 с.
4. Кустова, С.Д. Справочник по эфирным маслам / С.Д. Кустова. – М.: Пищевая промышленность, 1978. – 208 с.
5. Танасиенко, Ф.С. Эфирные масла. Содержание и состав в растениях / Ф.С. Танасиенко. – Киев: Наукова думка, 1985. – 264 с.
6. Николаевский, В.В. Ароматерапия: справочник / В.В. Николаевский. – М.: Медицина, 2000. – 336 с.

## Лабораторная работа № 5

### СИВУШНЫЕ МАСЛА. ОБЛАГОРАЖИВАНИЕ И РАЗДЕЛЕНИЕ

#### Теоретическое обоснование

*Сивушное масло* - побочный продукт спиртового брожения, содержится как примесь в неректифицированном этаноле (спирте-сырце), получаемом брожением, и выделяется из него в процессе ректификации.

Сивушное масло представляет собой маслянистую жидкость с резким неприятным запахом, от светло-желтого до красно-бурого цвета и с плотностью  $0.83-0.84 \text{ г/см}^3$  (при  $20^{\circ}\text{C}$ ). Состав и свойства варьируют в зависимости от сырья и режимов брожения и отбора фракций при ректификации, выход при ректификации спирта-сырца –  $0.3-0.7 \%$ .

Главная составляющая часть – одноатомные насыщенные спирты  $\text{C}_3-\text{C}_9$ , из которых главным компонентом является изоамиловый спирт, в состав также входят изобутиловый спирт и пропиловый спирт и, в незначительных количествах, высшие спирты, а также алифатические альдегиды, жирные кислоты и фурфурол.

#### Краткие сведения о производстве спирта

Этанол (этиловый спирт) можно получить из любого материала, содержащего сбраживаемые дрожжами сахара или полисахариды, которые в результате гидролиза превращаются в сбраживаемые сахара.

Получение пищевого спирта состоит из нескольких основных этапов:

- очистка и подготовка сырья (например, разваривание зерна и картофеля с водой для разрушения клеточной структуры и растворения крахмала);
- приготовления солода (пророщенного зерна, богатого ферментами) и культур сбраживающих микроорганизмов;
- охлаждение разваренной массы, осахаривание крахмала ферментами солода или ферментными препаратами;

- сбраживание сахаров дрожжами в спирт. На этом этапе образуются и вредные примеси: метиловый спирт – продукт распада пектина (метилового эфира полигалактуроновой кислоты, содержащегося в растительных тканях), сивушное масло, являющееся смесью высших спиртов (амилового, изоамилового, бутилового, изобутилового, пропилового и т.д.). Высшие спирты могут быть также продуктами превращения некоторых промежуточных процессов спиртового брожения;

- выделения спирта из бражки и удаление вредных примесей осуществляется в процессе перегонки, основанной на разности температур кипения этилового спирта и примесей. Примеси условно делятся на *головные* (к ним относятся соединения с более низкой температурой кипения, чем этанол – уксусный альдегид, этилацетат, этилформиат и т.д.) и *хвостовые* (к ним относятся соединения с более высокой температурой кипения, чем этанол – в основном сивушное масло).

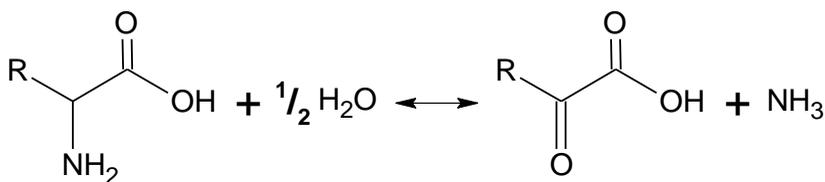
- утилизация побочных продуктов: углекислого газа, барды и др.

Ориентировочно в России более 50 % спирта вырабатывается из свекловичной мелассы (отход сахарного производства), 30 % – из зерна, 10 % – из картофеля и около 10 % – из сахарной свеклы.

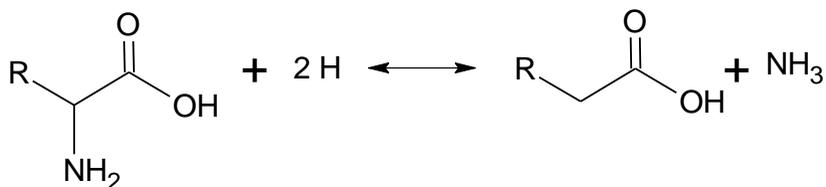
### Химизм образования сивушного масла при спиртовом брожении

Для жизнедеятельности дрожжей необходимо азотистое питание, главным образом, аминокислоты, которые дезаминируются, выделяя аммиак, используемый дрожжами для синтеза новых аминокислот.

В аэробных условиях в присутствии кислорода наблюдается *окислительное дезаминирование* аминокислот с образованием аммиака и соответствующей кетокислоты

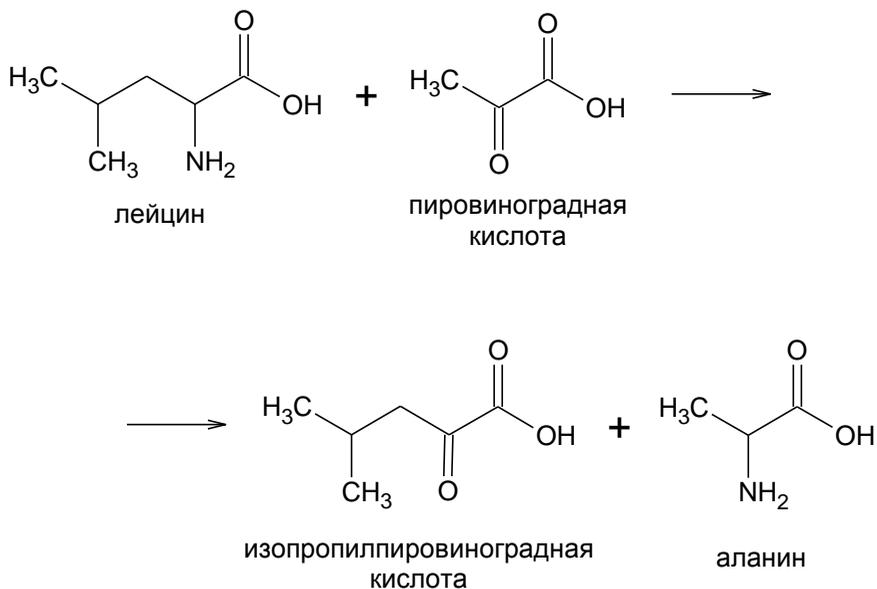


При *восстановительном дезаминировании* из аминокислоты получается аммиак и соответствующая кислота

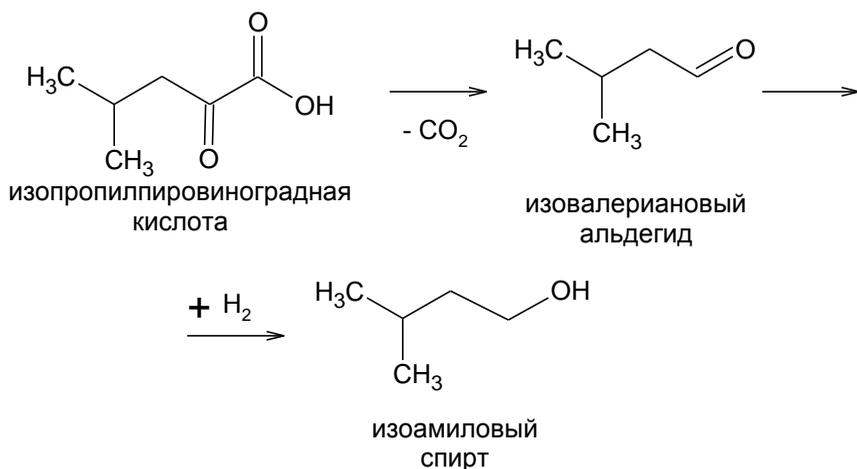


*Гидролитическое дезаминирование* аминокислоты сопровождается образованием аммиака и соответствующей гидроксикислоты.

Высшие спирты образуются в результате дезаминирования или переаминирования аминокислот, превращаются в кетокислоты, последние подвергаются декарбоксилированию и образовавшиеся альдегиды восстанавливаются в соответствующие спирты аналогично спиртовому брожению. Например, рассмотрим образование аланина из лейцина и пировиноградной кислоты



Изопропилпировиноградная кислота, подвергаясь декарбоксилированию, превращается в изовалериановый альдегид, который восстанавливается до изоамилового спирта



Аналогичным путем из изолейцина образуется амиловый, а из валина – изобутиловый спирт.

Сивушные масла виноградных водок содержат 28 летучих веществ, в том числе 2 кислоты, 8 спиртов, 18 эфиров: уксусная кислота – следы, масляная кислота – следы, пропанол 4.1 % весовых, изопропанол – 4.9 %, изобутанол – 18.3 %, бутанол – 1.9 %, изоамиловый спирт – 54 %, оптически активный амиловый спирт – 9.6 %, амиловый спирт – следы, гексилловый спирт - 1.5 %.

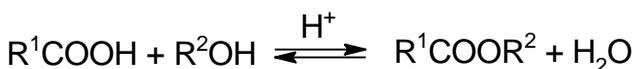
Сивушное масло обычно составляют около 1 % от общего содержания этилового спирта. От присутствия спиртов сивушного масла в значительной мере зависит вкус и букет вина и шампанского. Однако большие количества сивушного масла (особенно изоамилового спирта) могут оказать нежелательные воздействия на организм человека. Известно, что высшие спирты обладают наркотическим действием.

Разделение сивушного масла на отдельные компоненты затруднено, поскольку спирты образуют азеотропные смеси, которые не удастся полностью разделить. Если же высшие спирты сивушного масла предварительно этерифицировать (например, уксусной кисло-

той), то образующиеся эфиры легче разделить вследствие разницы в температурах кипения. Под «*облагораживанием*» понимается превращение компонентов сивушного масла в сложные эфиры, обладающие приятным запахом.

### Теоретическое обоснование реакции этерификации

Ацилирование спиртов приводит к сложным эфирам. Основным методом получения последних является *этерификация*, то есть взаимодействие спиртов с кислотами. В случае использования карбоновых кислот образуются сложные эфиры карбоновых кислот



Этерификация является равновесным процессом. При соотношении 1 : 1 в реакцию вступают около 60 % реагентов с образованием сложного эфира и воды, остальное количество кислоты и спирта остается неизменным, так как образующаяся вода вызывает гидролиз эфира (обратная реакция). В момент установления равновесия скорости прямой (этерификация) и обратной (гидролиз эфира) реакций выравниваются. Скорость обеих реакций возрастает при добавлении кислот и при повышении температуры. Однако, положение равновесия (а, следовательно, и выход эфира) при этом не изменяется. Сместить равновесие в сторону образования продукта можно, применяя избыток одного из реагентов – карбоновой кислоты или спирта, а также путем удаления из сферы реакции одного из продуктов (сложного эфира или воды – *принцип Ле-Шателье*).

Обычно при реакции этерификации используют серную кислоту. Уже в малых количествах она действует каталитически, а введенная в больших количествах она связывает образующуюся воду, что благоприятно влияет на выход эфира.

Легче протекает этерификация первичных, несколько труднее – вторичных и труднее всего – третичных спиртов. В последнем случае реакция осложняется побочными реакциями: дегидратации спирта или образования простых эфиров. В этих случаях используют другие схемы реакций, например, сложные эфиры получают либо действием серебряных или натриевых солей кислоты на галоидные алкилы (а),

либо действием спиртов на хлорангидриды (б) или ангидриды кислот (в), либо по реакции переэтерификации (г)

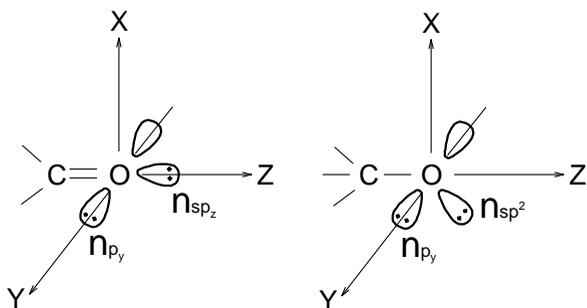


Сложные эфиры фенолов получают использованием более активных ацилирующих агентов, чем сами карбоновые кислоты, а именно применяют галогенангидриды (б) или ангидриды (в) карбоновых кислот. Переэтерификация (г), главным образом, используется для получения эфиров малостойких кислот, например, эфиров ацетоуксусной кислоты, а также для синтезов эфиров спиртов с более высоким молекулярным весом.

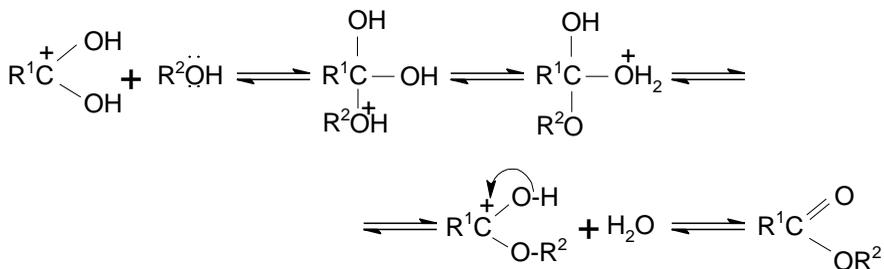
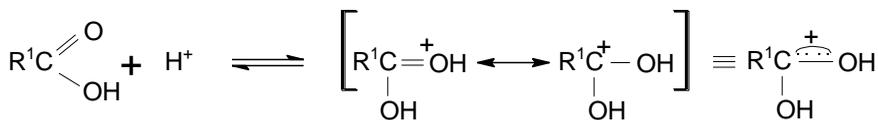
Принципиальным является вопрос отщепления водорода и гидроксида из реагирующих веществ, который был разрешен методом изотопной метки. При использовании спирта с меченым кислородом  $\text{O}^{18}$ , последний оказался в сложном эфире



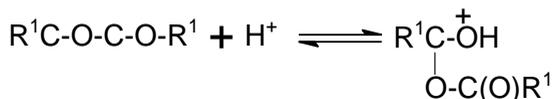
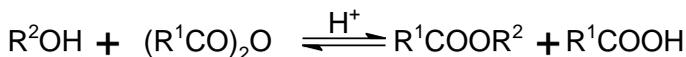
Это свидетельствует о том, что водород отщепляется от спирта, а не от карбоновой кислоты, хотя последняя по кислотным свойствам значительно превосходит спирт ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ , рК 4.3;  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ , рК 18). Все дело в кислотном катализе этерификации. Из механизма кислотного катализа видно, что спирт проявляет основные, а не кислотные свойства. На первоначальной стадии минеральная кислота может протонировать исходные соединения по атомам кислорода. Исходя из структуры  $n$ -орбиталей атомов кислорода в соответствующих группах, можно заключить, что  $n_{\text{py}}$ -орбитали в карбонильной (кислоты) и гидроксильной (спирта) группах являются ВЗМО. Потенциалы ионизации электронов этих орбиталей для кислот и спиртов 10.84 и 10.94 эВ, соответственно.

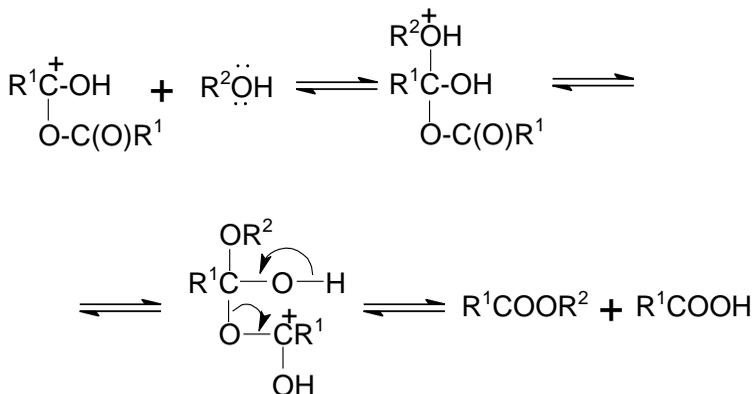


Значения довольно близкие, но  $n_{py}$ -орбиталь карбонила в карбоксильной группе является более электронодонорной и поэтому происходит преимущественно протонирование кислорода этой группы.



Ниже приводится один из наиболее вероятных механизмов ацилирования спиртов ангидридами карбоновых кислот.





Существенное влияние на скорость реакции этерификации оказывают пространственные факторы. С ростом объема алкильных остатков, связанных с карбоксильной группой, и с увеличением объема радикала в этерифицируемом спирте, скорость реакции понижается.

### Учебные вопросы

1. Как получают сложные эфиры?
2. Какую роль играет серная кислота при получении сложного эфира?
3. Что называют ледяной уксусной кислотой?
4. На какой бане нагревают реакционную смесь?
5. Почему во время синтеза нужно поддерживать температуру  $140^{\circ}\text{C}$ ?
6. Какой возможный состав дистиллята с учетом температур кипения исходных веществ и продуктов реакции?
7. В какой последовательности удобно проводить выделение сложного эфира из дистиллята?
8. С какой целью к дистилляту добавляют соду?
9. С какой целью дистиллят обрабатывают раствором хлористого кальция?
10. Дайте определение реакции ацилирования.
11. Какие ацилирующие реагенты Вы знаете?

12. Какие факторы влияют на скорость прямой (этерификация) и обратной (гидролиз эфира) реакций? Какие приемы следует использовать для смещения равновесия в сторону образования продукта?
13. Как скорость реакции этерификации зависит от строения спирта и кислоты?
14. Какая роль отводится серной кислоте в данном синтезе?
15. Приведите схему механизма кислотного катализа этерификации.
16. Какие методы получения сложных эфиров Вам известны? Укажите области возможного их применения.
17. Какие примеси содержит продукт этерификации спиртов?

### **Меры предосторожности и правила техники безопасности**

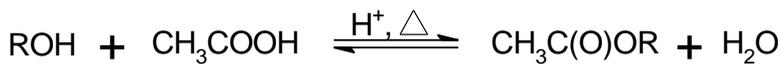
1. Не допускайте попадания кислот на кожу и одежду!
2. Помните, что ледяная уксусная кислота, сивушные масла и сложные эфиры уксусных кислот относятся к ЛВЖ!
3. Серную кислоту к спирту приливайте небольшими порциями при перемешивании.
4. Прежде, чем приступать к работе с делительной воронкой, проверьте, не течет ли кран.

**Задание:** «облагородить» и разделить продукты ацилирования сивушного масла.

<b>Реактивы:</b>	<b>Количество:</b>
Уксусная кислота (ледяная) (плотность 1.0492).....	106 мл
Сивушные масла.....	100 мл
Серная кислота (плотность 1.84).....	15.12 мл
Раствор соды.....	50 мл
Раствор хлористого кальция (50 %).....	50 мл
Прокаленный хлористый кальций.....	10 г

## Выполнение работы

Основная реакция



Побочная реакция



Этап 1. Проведение синтеза.

Собирают установку, как показано на рис. 1.

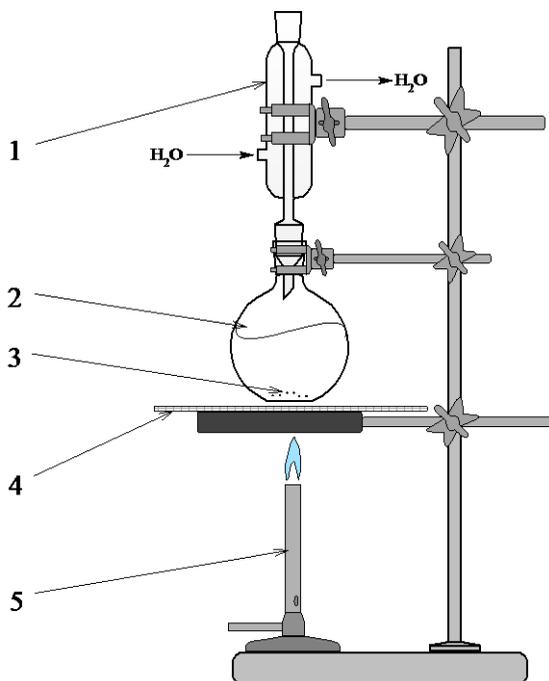
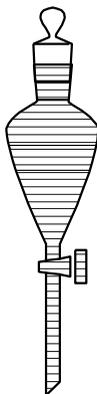


Рис. 1. Прибор для реакции этерификации:  
1 – холодильник Либиха; 2 – плоскодонная реакционная колба;  
3 – «кипелки»; 4 – асбестовая сетка; 5 – газовая горелка.

Извлекают реакционную колбу (объем 100-250 мл), помещают в нее 100 мл сивушного масла, 105.7 мл ледяной уксусной кислоты и осторожно при перемешивании приливают 15.12 мл серной кислоты. Снова собирают установку, колбу соединяют с нисходящим холодильником. Далее реакционную массу кипятят в течение 2 часов.

Этап 2. Выделение полученного продукта.

Приемник с эфирами снимают с установки. К дистилляту небольшими порциями при взбалтывании добавляют соду до нейтральной реакции на лакмус. Эфирный слой (верхний) отделяют от водного (нижний) с помощью делительной воронки (рис. 2). Для освобождения от примесей спирта прибавляют 50 % раствор хлористого кальция. Смесь взбалтывают, эфир отделяют с помощью делительной воронки, переносят в сухую колбу и сушат прокаленным хлористым кальцием.



*Рис. 2. Делительная воронка.*

Этап 3. Очистка полученного продукта.

Высушенную смесь эфиров перегоняют (рис. 3) на воронке Бабо. Собирают фракции, кипящие в интервалах 89-100<sup>0</sup>С, 102-114<sup>0</sup>С, 115-125<sup>0</sup>С, 126-137<sup>0</sup>С, 138-140<sup>0</sup>С и 140-148<sup>0</sup>С.

Таблица 1

Таблица физико-химических констант исходных веществ и полученных соединений

Соединение	Молекулярный вес, $M_r$ (г/моль)	Т. кип., °С	Плотность, $d_4^{20}$ (г/мл)	Показатель преломления, $n_D^{20}$
Спирты				
Пропиловый спирт $CH_3-CH_2-CH_2OH$	60.09	97.4	0.8044	1.3854
Изопропиловый спирт $CH_3-CH(OH)-CH_3$	60.09	82.4	0.7855	1.3776
Бутиловый спирт $CH_3-CH_2-CH_2-CH_2OH$	74.12	117.9	0.8098	1.3993
Изобутиловый спирт $CH_3-CH(CH_3)-CH_2OH$	74.12	108.1	0.8050	1.3968
Амиловый спирт $CH_3-CH_2-CH_2-CH_2-CH_2OH$	88.15	137.8	0.8144	1.4101
Изоамиловый спирт $CH_3-CH(CH_3)-CH_2-CH_2OH$	88.15	132.1	0.8129	1.4085
Эфиры				
Пропилацетат $CH_3-C(O)-OC_3H_7$	102.14	102	0.8870	1.3844
Изопропилацетат $CH_3-C(O)-OCH(CH_3)-CH_3$	102.14	89	0.8720	1.3770
Бутилацетат $CH_3-C(O)-OC_4H_9$	116.16	126	0.8820	1.3951
Изобутилацетат $CH_3-C(O)-OCH_2-CH(CH_3)-CH_3$	116.16	116	0.8699	1.3902
Амилацетат $CH_3C(O)-O-C_5H_{11}$	130.19	148	0.8790	1.4012
Изоамилацетат $CH_3C(O)-O(CH_2)_2CH(CH_3)CH_3$	130.19	138-140	0.8700	1.4014

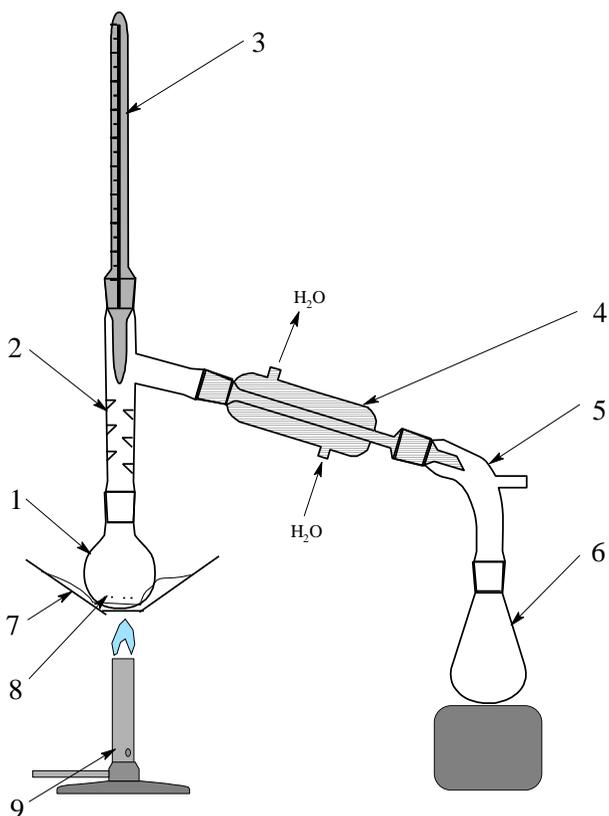


Рис. 3. Прибор для фракционной перегонки: 1 – термометр; 2 – дефлегматор; 3 – реакционная круглодонная колба; 4 – холодильник Либиха; 5 – аллонж; 6 – приемная колба; 7 – воронка Бабо; 8 – «кипелки»; 9 – газовая горелка.

Таблица 2

**Составление расчетной таблицы**

Соединение	V, мл	m, г	$\nu$ , моль	Избыток
Амиловый спирт	100	81.4	0.923	1
Уксусная кислота	105.7	110.85	1.846	2
Серная кислота	15.12	27.73	0.277	0.3 (каталитическое количество)
Амилацетат (теоретический выход)	136.7	120.17	0.923	-

Этап 4. Определение выхода продукта.

Измеряют объем или вес каждой фракции, определяют практический выход в граммах, а затем рассчитывают состав сивушного масла в процентах по следующей формуле:

$$W_{\text{грамм}} (\%) = \frac{\text{масса фракции в граммах}}{\text{масса сивушного масла в граммах}} 100 \%$$

Этап 5. Оформление отчета и его защита.

### **Литература для самоподготовки**

1. Справочник химика. Т.2. / под общ. ред. Б.П. Никольского. – М.: Госхимиздат, 1951
2. Гуревич, П.А. Технологические и биохимические основы алкогольсодержащих напитков / П.А. Гуревич, И.С. Докучаева, М.К. Герасимов. – СПб.: Проспект науки, 2007. –448с.

## Лабораторная работа № 6

### ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ВИНА

#### ПЛОТНОСТЬ

*Плотностью* вещества (объемной массой) называется отношение массы ( $m$ ) данного вещества к его объему ( $V$ ). Плотность обозначается символом  $\rho$  и измеряется в Международной системе единиц (СИ) в кг/м.; в системе СГС – в г/см

$$\rho = m/V.$$

Плотность – величина постоянная, характеризующая данное вещество. Массу вещества находят путем взвешивания тела на весах, а объем – путем измерения объема вещества при помощи объемно-измерительных приборов.

Для удобства работы определяют не абсолютную плотность  $\rho$ , а *относительную плотность вещества*, представляющую собой отношение плотности исследуемого вещества к плотности стандартного вещества. В качестве стандартного вещества для жидких тел принимают воду при температуре 4<sup>0</sup>С и давлении  $1.013 \times 10^5$  н/м<sup>2</sup>. Относительная плотность вещества является безразмерной величиной.

Для нахождения относительной плотности исследуемой жидкости достаточно определить массы ее и воды, находящиеся в одном и том же объеме, и полученные значения разделить одно на другое

$$d = \rho_1 / \rho_2 = m_1 V / m_2 V = m_1 / m_2,$$

где  $d$  – относительная плотность исследуемой жидкости по отношению к плотности воды;

$\rho_1$  – плотность исследуемой жидкости, г/см<sup>3</sup>;

$\rho_2$  – плотность воды, г/см<sup>3</sup>;

$m_1$  – масса исследуемого вещества, г;

$m_2$  – масса воды, г;

$V$  – объем исследуемого вещества и воды, см<sup>3</sup>.

Так как относительная плотность вещества изменяется в зависимости от температуры исследуемого и стандартного вещества, то ее целесообразнее обозначить символом  $d$  с соответствующими индексами:  $d_{t_2}^{t_1}$ , где  $t_1$  – температура исследуемого вещества,  $t_2$  – температура воды.

Для одного и того же раствора величина  $d_{20}^{20}$  больше, чем величина  $d_4^{20}$ , так как плотность воды при  $4^{\circ}\text{C}$  выше, чем при  $20^{\circ}\text{C}$ . Для перевода плотности вещества (табл. 1), отнесенной в массе воды при  $4^{\circ}\text{C}$ , и обратно, пользуются следующими формулами:

$$d_4^{20} = d_{20}^{20} \times 0.99823$$

$$d_{20}^{20} = d_4^{20} \times 1.00177,$$

где 0.99823 – плотность воды при  $4^{\circ}\text{C}$ ,  $\text{г}/\text{см}^3$ ;  
1.00177 – удельный объем воды при  $20^{\circ}\text{C}$ ,  $\text{г}/\text{см}^3$ .

Плотность – не только важный физический показатель, имеющий значение для объективной характеристики вина; он широко используется в технологических расчетах. От плотности, отнесенной к плотности воды при  $4^{\circ}\text{C}$  ( $d_4^{20}$ ), возможен прямой переход к массе вина, так как в этом случае она непосредственно выражает массу единицы объема вина. Кроме того, некоторые методы анализа в энохимии основаны на измерении плотности (например, определение сахара в виноградном сусле, определение экстрактивности и спиртуозности вина и др.).

Результаты определения плотности вина выражают с точностью до четвертого десятичного знака и для менее ответственных случаев – третьего десятичного знака. Указания на температуру измерения в приводимых данных плотностей обязательно.

Определение плотности вина (сусла) может проводиться одним из следующих методов: а) пикнометрическим, б) ареометрическим, в) при помощи гидростатических весов и г) гидростатического давления. Наиболее точным, применяемым при ответственных анализах и в спорных случаях, является пикнометрический метод, позво-

ляющий при тщательной работе устанавливать плотность с точностью до четвертого десятичного знака.

### Пикнометрический метод

Метод основан на взвешивании с помощью рычажных весов в пикнометре определенного объема дистиллированной воды с последующим взвешиванием такого же объема исследуемой жидкости, отмеренной в том же пикнометре и при той же температуре ( $20^{\circ}\text{C}$ ). Отношение массы испытуемой жидкости к массе дистиллированной воды даст искомую плотность жидкости ( $d_{20}^{20}$ ).

**Приборы.** Для определения плотности этим методом служат пикнометры разнообразной формы и размеров. При исследовании вина (спирта, суслы) пользуются пикнометрами, представляющими собой маленькие стеклянные колбочки с узкой шейкой (типа измерительных) емкостью 25, 50 или 100 мл.

**Техника определения.** Прежде всего, устанавливают массу совершенно чистого, предварительно высушенного до постоянной массы пикнометра. Затем его наполняют дистиллированной водой, освобожденной от углекислоты водой несколько выше метки и, закрыв пробкой, помещают на 30 мин в ванну, температура воды в которой поддерживается на уровне  $20^{\circ}\text{C}$ . После этого объем воды в пикнометре доводят точно до метки, пользуясь для этого капиллярной пипеткой, которой отбирают или добавляют воду. Внутреннюю поверхность шейки, свободную от жидкости, тщательно вытирают, стараясь не касаться уровня жидкости, фильтровальной бумагой, скрученной в палочку, обрезанную с конца. Затем, закрыв пикнометр пробкой, вынимают его из ванны, досуха вытирают снаружи полотенцем, оставляют на 30 мин около весов для приведения к температуре весовой комнаты и взвешивают на аналитических весах. Далее освобождают пикнометр от воды, промывают его несколько раз исследуемой жидкостью, заполняют его до метки и устанавливают массу пикнометра с исследуемой жидкостью.

**Расчет.** Относительная плотность исследуемой жидкости определяется по следующей формуле:

$$d_{20}^{20} = \frac{m_2 - m}{m_1 - m},$$

где  $m$  – масса пустого пикнометра;

$m_1$  – масса пикнометра с водой, доведенной до метки при  $20^{\circ}\text{C}$ ;

$m_2$  – масса пикнометра с исследуемой жидкостью, доведенной до метки при  $20^{\circ}\text{C}$ .

### Ареометрический метод

Применение ареометра для определения плотности основано на использовании закона Архимеда, согласно которому тело погружается в жидкость до тех пор, пока масса вытесненной им жидкости не будет равна массе этого тела. Из этого закона следует, что ареометр при погружении опускается в жидкость до определенной глубины, которая будет соответствовать установившемуся равновесию между массой ареометра и силой, стремящейся вытолкнуть ареометр из жидкости. Чем больше плотность жидкости, тем меньше объем ее необходимо для установления равновесия и, следовательно, тем меньше ареометр будет погружаться. Степень погружения ареометра (плотность измеряемой жидкости) устанавливается по шкале, нанесенной на шейке прибора.

Ареометры градуированы при определенной, обычно нормальной температуре, при которой и следует проводить измерения. В противном случае необходимо вносить температурную поправку.

**Приборы.** Ареометры изготовляют с различно градуированными шкалами. Наиболее распространены стандартные ареометры по плотности, непосредственно показывающие плотность  $d_4^{20}$ . Температурная поправка для них 0.0002 на каждый градус отклонения от  $20^{\circ}\text{C}$ . Если температура измеряемой жидкости ниже  $20^{\circ}\text{C}$ , рассчитанная поправка вычитается из показания ареометра и прибавляется, если температура выше  $20^{\circ}\text{C}$ .

**Техника определения.** Профильтрованную жидкость наливают осторожно, без вспенивания, в чистой сухой (или ополоснутый исследуемой жидкостью) стеклянный цилиндр, который ставят затем на стол по возможности строго вертикально. Чистый и вытертый досуха ареометр опускают в жидкость, все время придерживая его шейку указательным и большим пальцами, пока не почувствуется, что он перестает погружаться. Если ареометр не придерживать при опускании в жидкость, то он по инерции погрузится глубже, что приведет к смачиванию шейки ареометра выше метки, отвечающей плотности

жидкости и, следовательно, к заниженным показаниям. В таких случаях ареометр необходимо вынуть и, вытерев, опустить вновь в жидкость. Так же поступают и тогда, когда к ареометру пристаю пузырьки воздуха, из-за которых могут быть получены завышенные показания. Ареометр должен плавать по возможности в середине, не касаясь стенок цилиндра, что достигается вертикальной установкой последнего.

Правильный отсчет показания ареометра возможен лишь тогда, когда глаза при отсчете находятся на одном уровне с цилиндром. Отсчет показания проводят по нижнему мениску жидкости. Одновременно измеряют температуру исследуемой жидкости.

### **Приведение плотности вина, измеренной при температуре $t^{\circ}\text{C}$ ( $d_t^t$ ), к плотности при $20^{\circ}\text{C}$ ( $d_{20}^{20}$ )**

На основании проведенных исследований относительно изменения объема вина с изменением температуры составлены таблицы, позволяющие приводить плотность вина, измеренную при температуре помещения  $t$ , к плотности при  $20^{\circ}\text{C}$ . В связи с этим представляется возможным при определении плотности вина отказаться от доведения температуры исследуемой жидкости и воды до  $20^{\circ}\text{C}$ , что значительно облегчает проведение исследования и обеспечивает получение более надежных результатов определения, так как исключается необходимость осуществления его в термостатических условиях. Кроме того, для измерения плотности вина становятся доступными методы, которые не позволяют проводить определения при заданных температурах.

Приведение плотности вина, измеренной при температуре  $t$  ( $d_t^t$ ), к плотности при температуре  $20^{\circ}\text{C}$  ( $d_{20}^{20}$ ) осуществляется в два приема. Вначале значение плотности ( $d_t^t$ ) приводят к массе воды при  $20^{\circ}\text{C}$  ( $d_{20}^t$ ) по формуле

$$D_{20}^t = d_t^t \times K,$$

где  $K$  – коэффициент перевода, соответствующий температуре  $t$ .

Значение коэффициента К находят по табл. 2.

Затем к полученному значению плотности вина ( $d_{20}^t$ ) прибавляют или вычитают из него найденную по табл. 3 (для сухих вин) или по табл. 4 (для вин, содержащих сахар) поправку, соответствующую температуре и составу исследуемого вина.

## СПИРТУОЗНОСТЬ

Этиловый спирт – ведущий коэффициент вина, характеризующий его тип и вкусовые особенности. В связи с этим определение этилового спирта в вине является самым важным и наиболее часто проводимым.

Для исследования вина на содержание этилового спирта можно рекомендовать следующие методы:

а) по плотности отгона, определяемой пикнометром или спиртометром;

б) эбулиометрический;

в) окисление бихроматом с йодометрическим определением его избытка (для широкого применения, особенно при анализе вин, содержащих сахар).

Содержание спирта принято обозначать в % об. (1 мл спирта в 100 мл вина или другой спиртсодержащей жидкости). Обозначение содержания спирта в массовых процентах мало принято. Результаты определения спирта выражают с точностью до второго десятичного знака, в менее ответственных случаях – до одного десятичного знака.

### Определение содержания спирта по плотности отгона

Исследуемое вино подвергают перегонке. По плотности отгона устанавливают содержание спирта, пользуясь для этого таблицей плотностей водно-спиртовых смесей. Плотность отгона может быть определена пикнометром или ареометром. В последнем случае пользуются ареометрами – спиртометрами, шкала которых непосредственно показывает содержание спирта в % об.

**Приборы.** Для получения отгона собирают перегонную установку, состоящую из перегонной колбы (круглодонной или плоскодонной емкостью 200-250 мл), соединенной с наклонно установленным холодильником. Для предупреждения перебрасывания вина

в приемник над перегонной колбой целесообразно устанавливать каплеуловитель. При массовых анализах можно рекомендовать установку из шести перегонных колб с общим холодильником.

**Техника определения при помощи пикнометра.** Мерную колбу на 100 мл (при точных работах – пикнометр на 50 или 100 мл) заполняют исследуемым вином и доводят до метки при 20<sup>0</sup>С при помощи термостатической ванны (см. описание при определении плотности).

Содержимое мерной колбы (пикнометра) переносят в перегонную колбу, трехкратно ополаскивают небольшим количеством дистиллированной воды, сливая ее в ту же колбу. Общий объем промывной воды не должен превышать 1/3 взятого объема вина. Затем перегонную колбу соединяют с холодильником и в качестве приемника подставляют освобожденную и ополоснутую водой мерную колбу (пикнометр). После этого приступают к перегонке, которую прекращают, когда мерная колба – приемник (пикнометр) будет заполнена отгоном приблизительно до 0.9 своего объема. Мерную колбу (пикнометр) тщательно взбалтывают и доводят до метки дистиллированной водой при 20<sup>0</sup>С, пользуясь для этого термостатической ванной.

Далее определяют плотность отгона при помощи пикнометра. В том случае, когда в качестве приемника служит пикнометр, определение упрощается, если известна заранее масса пустого пикнометра и масса его с водой.

**Расчет.** По плотности отгона  $d_{20}^{20}$  находят в нем, а, следовательно, и в исследуемом вине по табл. 5 содержание спирта в % об. В том случае, если плотность отгона устанавливали при температуре помещения, то для приведения к  $d_{20}^{20}$  в полученные значения  $d'_{20}$  вносят поправку, найденную по табл. 6.

**Техника определения со спиртомером.** Исследуемое вино выдерживают некоторое время при комнатной температуре, которая не должна более чем на 3<sup>0</sup>С отличаться от 20<sup>0</sup>С. После этого наполняют вином мерную колбу на 200-250 мл точно до метки и переливают его в перегонную колбу на 400-500 мл. Измерительную колбу ополаскивают три раза небольшим количеством (10 мл) дистиллированной воды, сливая ее в ту же колбу. Соединив перегонную колбу с холодильником, отгоняют приблизительно 3/4 объема вина, принимая отгон в ту же мерную колбу, которой отмеривали вино. Мерную колбу

с отгоном доливают почти до метки дистиллированной водой, оставляют на 1 ч при той же комнатной температуре, при которой отмеривали вино, и затем доводят точно до метки водой, энергично взбалтывают и переливают в цилиндр емкостью 250-300 мл.

Содержание спирта определяют, опуская в отгон спиртомер (на 0-10 или 10-20 % об.), пользуясь при этом правилами, изложенными для определения плотности ареометрами. Отметив показание спиртомера, определяют температуру отгона.

**Расчет.** Влияние температуры на плотность водно-спиртовых растворов весьма значительно. Поэтому для перевода показаний спиртомера в истинное содержание спирта в % об. пользуются специальными для этих спиртомеров таблицами. Приблизительно температурную поправку можно рассчитать, если температура измерения отклоняется от 20<sup>0</sup>С не больше чем на  $\pm 3^0$ С.

В этом случае при содержании спирта в вине до 9 % об. поправка на каждый градус отклонения составляет 0.1 % об.; при содержании спирта от 9 до 12.5 % об. – 0.125 % об. и при содержании от 12.5 до 15 % об. – 0.15 % об. Поправку отнимают, если температура измерения выше 20<sup>0</sup>С, и прибавляют, если температура ниже 20<sup>0</sup>С.

**Примечания.** 1. При быстрой перегонке дистиллят часто получается мутным, почти молочного цвета, что связано с переходом в него небольших количеств эфирных масел и других букетистых веществ.

Медленная перегонка дает прозрачные или слегка опалесцирующие погоны. Помутнение дистиллята на результаты определения влияет незначительно.

2. Во время перегонки вино иногда сильно пенится, и бывают случаи перебрасывания этой пены в дистиллят, что мешает определению. Вспенивание особенно присуще молодым винам и обусловлено содержанием в них больших количеств белковых веществ.

Вспенивание легко устраняется осторожным предварительным нагреванием вина или прибавлением в вино небольшого количества (на кончике ножа) танина перед перегонкой.

### **Бихроматный метод**

Бихроматный метод основан на окислении спирта в дистилляте вина двуххромовокислым калием до уксусной кислоты. Реакция окисления протекает по следующему уравнению:



Избыток бихромата определяется йодометрически. Метод дает весьма точные результаты при строгом соблюдении техники определения.

Йодометрический метод применим для всех случаев определения спирта в вине и других спиртосодержащих жидкостях.

**Реактивы.** 1. Раствор двуххромовокислого калия. Раствор готовится растворением в 1 л воды 33.6384 г химически чистого  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ . Титр этого раствора устанавливается 0.1 н раствором гипосульфита, причем на 10 мл бихромата заданной концентрации должно расходоваться 68.6 мл 0.1 н раствора гипосульфита (титр бихромата отвечает 0.686 н. раствору). 1 мл бихромата этого титра соответствует, как это легко может быть выведено из приведенной выше реакции окисления спирта, 7.907 мг, или 0.01 мл спирта при 20°C.

2. 0.1 н раствор гипосульфита.

3. 1 % раствор крахмала в насыщенном растворе хлористого натрия.

**Техника определения.** В круглодонную перегонную колбу емкостью 100 мл вливают 25 мл испытуемого вина, прибавляют для нейтрализации кислот 12-15 мл 0.1 н. раствора NaOH и 10 мл воды. Подсоединив колбу к холодильнику, приступают к перегонке, которую прекращают, когда в перегонной колбе остается приблизительно 15 мл жидкости. Приемником служит мерная колба емкостью 250 мл, если содержание спирта в исследуемом вине не выше 15 % об. (разбавление 1 : 10), и 500 мл, если выше (разбавление 1 : 20). По окончании перегонки мерную колбу проводят до метки водой и тщательно взбалтывают.

Одновременно подготавливают хромовую смесь для окисления спирта. Для этого в коническую колбу емкостью 500 мл отмеривают из бюретки точно 10 мл раствора бихромата (при массовых определениях к склянке с раствором бихромата устанавливается постоянная точная бюретка) и приливают осторожно по стенке 5 мл концентрированной серной кислоты. По мере остывания в эту колбу точно отмеряют пипеткой 5 мл раствора дистиллята. После этого колбу оставляют стоять при комнатной температуре для окисления спирта. Через 15 мин (за это время при температуре не ниже 18°C весь спирт окисляется до уксусной кислоты) прибавляют 2-2.5 г йодистого калия,

предварительно растворенного в небольшом количестве воды, и прикрывают колбочку часовым стеклом. Через 5 мин приливают 200-250 мл дистиллированной воды и выделившийся йод титруют 0.1 н раствором гипосульфита, прибавляя в конце в качестве индикатора 2-3 мл 1% раствора крахмала. Титрование считается законченным, когда синеватая окраска титруемой жидкости перейдет в светло-зеленую.

**Расчет.** Если на титрование избытка бихромата затрачено  $b$  мл 0.1 н раствора гипосульфита, то на окисление спирта израсходовалось  $(10 - b/6.86)$  мл бихромата. Таким образом, во взятом объеме (5 мл) разбавленного дистиллята будет содержаться  $(10 - b/6.86)$  0.01 мл спирта, так как 1 мл бихромата окисляет 0.01 мл спирта. Принимая во внимание разбавление дистиллята в 10 раз и в пересчете на 100 мл вина, содержание спирта в вине ( $D$ ) может быть определено по следующей формуле:

$$D = (10 - \frac{b}{6.86}) \times 0.01 \times 200 = 2 \times (10 - \frac{b}{6.86}) \text{ (\% об.)}.$$

Если было проведено разбавление в 20 раз, то расчетная формула принимает следующий вид:

$$D = 4 \times (10 - \frac{b}{6.86}) \text{ (\% об.)}.$$

В тех случаях, когда рабочие растворы бихромата и гипосульфита имеют несколько иные титры, в расчетах учитываются коэффициенты поправок.

**Примечания.** Для получения точных результатов при йодометрическом методе определения спирта необходимо учитывать следующее:

а) вследствие высокой концентрации титрованного раствора бихромата измерение его при приготовлении окислительной смеси должно быть очень точным: ошибка в 0.1 мл при отмеривании раствора бихромата дает отклонение в результатах анализа в 0.2 % об. В связи с этим нужно пользоваться выверенной, постоянно установленной

узкой бюреткой на 10 мл, который следует также отмерять раствор бихромата при установлении его титра гипосульфитом;

б) установление титра бихромата следует проводить в аналогичных определению спирта условиях, а именно: отмеривают из рабочей бюретки 10 мл раствора бихромата в коническую колбочку, приливают в нее 5 мл крепкой серной кислоты и по мере остывания 5 мл дистиллированной воды. Через 15 мин прибавляют 2-2.5 г йодистого калия (в водном растворе) и по мере выделения йода (через 5 мин) приливают 200-250 мл дистиллированной воды, титруют 0.1 н раствором гипосульфита. Слепой опыт для проверки титра повторяют периодически, но не реже одного раза в неделю;

в) для гарантии полноты окисления спирта до уксусной кислоты избыток бихромата должен быть значительным – не менее 2-3 мл. В связи с этим при исследовании крепких вин (выше 15 % об.) разбавление дистиллята нужно проводить в 20 раз;

г) при низких температурах помещения (ниже 18<sup>0</sup>С) не обеспечивается полнота окисления спирта до уксусной кислоты, в связи с чем могут быть получены заниженные результаты. В таких случаях реакцию окисления нужно проводить в колбе, помещенной на 15 мин в термостат или водяную баню при температуре 20-22<sup>0</sup>С;

д) необходимо строго придерживаться требований объемного анализа, предусмотренных для йодометрии (способ приготовления раствора крахмала, режим титрования йода, предупреждение потерь йода и пр.).

## ЭКСТРАКТИВНОСТЬ

*Экстрактом* вина называют сумму всех содержащихся в нем нелетучих веществ, в том числе и глицерина. Различают *общий экстракт* вина, под которым понимают общее содержание нелетучих веществ, и *приведенный экстракт* (несахар), представляющий общий экстракт за вычетом сахара.

Определение экстракта вина является одним из наиболее важных, так как количество экстракта позволяет судить о вкусовых достоинствах вина и вместе с тем служит основанием для различного рода заключений о вине. Однако экстракт вина является в значительной мере условным показателем, поскольку нет еще безупречного метода его определения, несмотря на значительное их количество. Значения экстракта для одного и того же вина, полученные различными мето-

дами, иногда очень сильно расходятся, и потому следует указывать, какой метод применялся при исследовании.

Методы для определения экстракта вина могут быть *прямые*, основанные на выпаривании вина и взвешивании полученного остатка, и *непрямые*, при которых экстракт определяют косвенным путем, без выпаривания вина. Кроме того, экстракт вина может быть рассчитан с достаточным приближением по данным плотности и спиртуозности.

Для определения экстракта вина используются непрямые методы (плотность или показатель преломления водного раствора экстракта). В отдельных случаях, например для контрольной проверки, прибегают к прямому методу. Для получения приближенных значений экстракта можно использовать расчетный метод.

Содержание экстракта в вине принято обозначать в концентрационных процентах (г/100 мл), иногда в промилле (г/л). Экстрактивность вин, содержащих сахара менее 5 г/100 мл, выражают с точностью 0.01 г/100 мл. Для вин с содержанием сахара более 5 г/100 мл точность выражения экстракта ограничивают 0.1 г/100 мл.

### Прямое определение экстракта

Метод основан на выпаривании определенного объема вина из чашки стандартных размеров, помещенной на кипящую водяную баню, в течение точно установленного времени. Остаток от выпаривания после охлаждения в эксикаторе взвешивается.

**Техника определения.** В предварительно взвешенную платиновую или никелевую чашку с плоским дном диаметром 7 см и высотой 2.5 см отмеривают 25 мл вина. Чашку ставят на кипящую водяную баню и, обеспечивая равномерное кипение, оставляют на ней в течение 7 часов. Затем чашку с остатком от выпаривания переносят в эксикатор и после охлаждения быстро взвешивают. Вина, содержащие более 3 % экстракта, предварительно соответственно разбавляют. Можно также вместо разбавления в этих случаях ограничивать объем отмериваемого для определения вина. Масса остатка в чашке после выпаривания не должна превышать 1.5 г. Для получения более точных результатов определения необходимо, чтобы дно чашки было плоским, а сама чашка стояла на водяной бане в строго горизонтальном положении.

**Расчет.** Содержание общего экстракта (x) в вине определяется по формуле

$$X = 100 \times \frac{a_1}{a} \text{ (г/100 мл),}$$

где  $a_1$  – масса сухого остатка после выпаривания, г;  
 $a$  – объем взятого для определения вина, мл.

Для случая, когда в чашку отмеряется 25 мл вина, содержание общего экстракта будет равным  $4a$  г/100 мл.

Приведенный экстракт вина рассчитывается. Для этого из найденной величины общего экстракта вычитают инвертный сахар, выраженный в г/100 мл.

### **Определение экстракта по плотности водного раствора**

После удаления из вина спирта и легколетучих веществ остаток доводится водой до прежнего объема и затем определяется плотность полученного таким образом водного раствора экстракта. Пересчет плотности на общий экстракт вина (по сахарозе) ведут по таблице.

**Техника определения.** Остаток вина из перегонной колбы (после отгонки при определении спирта, если в вино не прибавляли танин или щелочь) переносят полностью при многократном ополаскивании небольшими порциями дистиллированной воды в ту же измерительную колбу (или пикнометр), в которой отмеряли вино для определения спирта. После этого приводят жидкость к температуре, при которой отмеряли вино для определения спирта. После этого приводят жидкость к температуре, при которой отмеряли вино, и колбу (пикнометр) доводят до метки дистиллированной водой. Плотность полученного водного раствора экстракта определяют одним из описанных выше методов (пикнометрическим, ареометрическим или при помощи гидростатических весов) при температуре  $20^{\circ}\text{C}$ . При измерении плотности должна быть обеспечена точность до четвертого десятичного знака.

Если не представляется возможным использовать остаток вина от определения в нем спирта, то проводят самостоятельное выпарива-

ние до  $1/3$  объема вина, точно отмеренного при  $20^{\circ}\text{C}$  в измерительной колбе (лучше пикнометре), в фарфоровой чашке. Остаток от выпаривания переносят с ополосками в ту же колбу (пикнометр) и при той же температуре доводят до метки. В этом случае целесообразно сочетать определение экстракта с пикнометрическим определением плотности.

Необходимо иметь в виду, что летучие кислоты при перегонке вина удаляются лишь наполовину, и поэтому при их высоком содержании (более 1.2 %) следует вносить поправку в полученные значения плотности, так как летучие кислоты увеличивают ее. Для определения остаточного содержания летучих кислот после отгонки спирта найденное их количество в дистилляте вычитают из общего содержания этих кислот в вине.

**Расчет.** В полученное значение плотности водного раствора экстракта вносят поправку на содержание летучих кислот, если остаточное количество их превышает 0.6 г/л (исходное содержание в вине летучих кислот должно быть при этом не более 1.2 г/л). Так как 1 г/л летучих кислот повышает плотность на 0.00015, то из установленного значения плотности ( $d_{20}^{20}$ ) водного раствора экстракта вычитают  $0.00015 \cdot a_1$ , где  $a_1$  – остаточное содержание летучих кислот в водном растворе экстракта в г/л.

Для вин, содержащих летучих кислот менее 1.2 г/л, поправка к плотности не вносится.

Содержание общего экстракта в вине (в г/100 мл) находится по табл. 7 на основании установленного значения плотности  $d_{20}^{20}$  водного раствора экстракта вина.

Приведенный экстракт (несахар) вина рассчитывается, как указано в описании предыдущего метода.

**Примечание.** Плотность водного раствора экстракта может быть установлена при температуре помещения с получением значения  $d_t^t$ , что значительно облегчает проведение определения. В этом случае  $d_t^t$  переводят в  $d_{20}^t$ , пользуясь поправочным коэффициентом, найденным по табл. 4 (как описано в соответствующем разделе при определении плотности вина).

Поправку для перевода  $d_{20}^t$  в  $d_{20}^{20}$  находят по табл. 8.

## **Определение экстракта по показателю преломления водного раствора**

Метод основан на определении показателя преломления водных растворов экстракта с последующим переводом в содержание сухих веществ по таблице показателей преломлений сахарных растворов. Некоторые рефрактометры (например, сахарный, полевой) имеют шкалу, непосредственно показывающую содержание сухих веществ (сахара) в испытуемой жидкости в % масс.

**Техника определения.** Подготавливают водный раствор экстракта после удаления из вина спирта, как описано в предыдущем методе. После этого рефрактометром (сахарным и для более грубых определений – полевым) измеряют показатель преломления водного раствора экстракта при температуре 20<sup>0</sup>С.

**Расчет.** Правая шкала сахарного рефрактометра непосредственно показывает содержание сахара (сухих веществ) в % масс. Если измерение проводят не при 20<sup>0</sup>С, то вносят температурную поправку, найденную по табл. 9.

При пользовании полевым рефрактометром, шкала которого также непосредственно показывает содержание сухих веществ в % масс., применяют температурную поправку в 0,2 % на каждые 3<sup>0</sup>С, отнимая ее при температуре измерения ниже 20<sup>0</sup>С и прибавляя при температуре выше 20<sup>0</sup>С.

Для перевода найденной величины экстракта (содержание сухих веществ в % масс.) в г/100 мл умножают ее на плотность водного раствора экстракта.

## **Определение экстракта по плотности и спиртуозности вина**

Так как один объем дистиллята (вино, в котором экстракта заменен водой) и объем раствора экстракта (вино, в котором алкоголь заменен водой) получаются из одного объема вина и одного такого же объема воды, то, очевидно, что сумма масс первых двух объемов равна сумме масс двух вторых. Отсюда может быть установлено следующее соотношение между плотностями воды, вина, дистиллята и водного раствора экстракта:

$$1 + d_B = d_{\text{Э}} + d_D,$$

где 1 – плотность воды;

$d_B$  – плотность вина ( $d_{20}^{20}$ );

$d_{\text{Э}}$  – плотность водного раствора экстракта ( $d_{20}^{20}$ );

$d_D$  – плотность дистиллята ( $d_{20}^{20}$ ).

Пользуясь этим соотношением, можно рассчитать плотность водного раствора экстракта по следующей формуле:

$$d_{\text{Э}} = 1 + d_B - d_D.$$

По найденной величине  $d_{\text{Э}}$  (плотности водного раствора экстракта) находят по табл. 7 значение общего экстракта в г/100 мл.

Таким образом, этот расчетный метод позволяет определить содержание экстракта в вине по плотности вина и содержанию в нем спирта (значение плотности дистиллята устанавливается по концентрации спирта с помощью табл. 5).

Точность получаемых при помощи этого расчетного метода результатов находится в прямой зависимости от точности измерения плотности и спиртуозности вина.

Следует указать, что, пользуясь рассмотренным соотношением между плотностью воды, вина, дистиллята и раствора экстракта, представляется возможным контролировать правильность результатов определения плотности, спиртуозности и экстрактивности вина.

**Пример.** Пусть вино имеет плотность 0.9976 и содержит 10.2% об. спирта. Требуется установить его экстрактивность.

**Решение.** Дистиллят вина, содержащий 10.2 % об. спирта, имеет плотность 0.9863. Тогда плотность раствора экстракта  $d_{\text{Э}}$ , в котором спирт заменен водой, будет

$$d_{\text{Э}} = 1 + 0.9976 - 0.9863 = 1.0113.$$

По табл. 7 находим, что этой плотности водного раствора экстракта соответствует содержание 2.927 г/100 мл общего экстракта.

## САХАРА

Определение содержания сахара в вине относится к числу основных, так как содержание сахара характеризует тип вина и его вкусовые особенности. Обычно в вине определяют содержание инвертного сахара (сумму глюкозы и фруктозы).

Обилие предложенных в литературе методов создает затруднения при их выборе. Для опытных целей можно использовать следующие методы:

- рефрактометрический и по плотности – для определения сахаристости винограда и сусла;
- метод Бертрана – для точных определений инвертного сахара и в спорных случаях;
- объемный метод прямого титрования – для производственных определений инвертного сахара;
- йодометрический метод – для определения глюкозы;
- колориметрический метод – для определения фруктозы

Содержание сахара в вине принято выражать в концентрационных процентах (г/100 мл).

Сахаристость вин, содержащих менее 5 % сахара, выражают с точностью до 0.01 %. Для вин с содержанием сахара более 5 %, а так же для винограда и сусла точность результатов ограничивают 0.1 %.

### **Определение содержания сахара по плотности**

Метод основан на прямой зависимости плотности виноградного сусла или вина от содержания в нем сахара. От плотности сусла к его сахаристости переходят при помощи специальной таблицы или расчетных формул, учитывающих содержание в сусле других экстрактивных веществ (несахаров).

**Техника определения.** Плотность определяют одним из описанных выше методов (см. методы определения плотности).

**Расчет.** По плотности находят содержание в нем сахара, пользуясь табл. 10.

Содержание сахара можно приближенно установить также при помощи следующей формулы:

$$X = \mathcal{E} - \frac{13}{3.65} \text{ (г/100мл)},$$

где  $\Delta$  – градусы Эксле (функция плотности:  $(d - 1) \times 1000$ );  
 $d$  – плотность сусла или вина.

### Определение содержания сахара по показателю преломления

Метод основан на прямой зависимости показателя преломления от плотности, в свою очередь отражающего содержание в нем сахара.

**Техника определения.** Определяют показатель преломления при помощи сахарного или полевого рефрактометра.

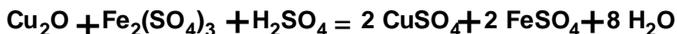
**Расчет.** От показаний шкалы рефрактометра после внесения температурной поправки (табл. 9) переходят непосредственно к содержанию сахара, пользуясь табл. 11.

### Метод Бертрана

Метод основан на восстановительной способности инвертного сахара (общей для всех альдоз и кетоз) по отношению к фелинговой жидкости, приготовляемой смешением раствора медного купороса со щелочным раствором сегнетовой соли. В момент смешения образуется голубой осадок гидрата окиси меди, который быстро исчезает в связи с реакцией образования комплексного соединения окиси меди с сегнетовой солью.

Роль сегнетовой соли сводится к переводению гидрата окиси меди в растворимое состояние.

Окисная форма меди восстанавливается инвертным сахаром в закись меди  $\text{Cu}_2\text{O}$ , которая осаждается из реакционной смеси в количестве, отвечающем содержанию сахара в последней. Образовавшаяся закись меди отфильтровывается и растворяется в сильно подкисленном серной кислотой растворе сернокислого железа. Реакция идет по уравнению



Закисное железо, образующееся в количестве, эквивалентном количеству закиси меди, определяется титрованным раствором перманганата калия в соответствии с уравнением



По количеству израсходованного титрованного раствора перманганата калия устанавливают, какое количество меди было восстановлено сахаром, и затем по табл. 12 определяют содержание сахара в исследуемой жидкости.

В связи с тем, что *феллингову жидкость* (смесь в равном соотношении растворов сернистой меди и сегнетовой соли) восстанавливают дубильные и красящие вещества, последние перед определением необходимо удалять из вина.

**Подготовка пробы для определения.** Удаление дубильных и красящих веществ особенно важно при анализе малосахаристых вин, не требующих сильного разбавления. Удаление может быть проведено при помощи нейтрального или основного уксуснокислого свинца, активированного угля или солей ртути.

Техника определения уксуснокислым свинцом сводится к следующему. Точно измеренный объем исследуемой жидкости (25 или 50 мл, в зависимости от требуемого разбавления) помещают в мерную колбу на 100 мл и прибавляют по каплям раствор нейтрального или основного уксуснокислого свинца из расчета 1 мл на 10 мл вина. Колбу доводят до метки водой и взбалтывают. Образовавшийся творожистый осадок свинцовых солей дубильных и красящих веществ отфильтровывают.

**Примечание.** 1. Если исследованию подвергается *сухое вино*, то 50 мл фильтрата отмеривают в мерную колбу с двумя метками на 50 и 55 мл и туда же порциями добавляют насыщенный на холоде раствор сернокислого натрия для прекращения дальнейшего образования осадка. Через несколько минут в колбу прибавляют дистиллированной воды до метки 55 мл, взбалтывают и вновь фильтруют. Именно этот фильтр служит для определения.

2. Если исследованию подвергается *сладкое вино*, необходимо предварительное разбавление с таким расчетом, чтобы содержание сахара в подготовленном растворе было приблизительно 0.25 % (от 0.05 до 0.5 %). Разбавление обычно сочетают с удалением дубильных и красящих веществ следующим образом: 50 мл фильтрата отмеривают в мерную колбу на 100 мл и туда же порциями добавляют насыщенный на холоде раствор сернокислого натрия, связывающего из-

быток свинца. Через несколько минут в колбу прибавляют дистиллированной воды до метки 100 мл, взбалтывают и вновь фильтруют. В этом случае будет иметь место разбавление в 8 или 4 раза, в зависимости от того, сколько было взято исходного материала – 25 или 50 мл.

3. Если разбавление *сладкого вина* до концентрации сахара приблизительно 0.25 % (от 0.05 до 0.5 %) требуется сильное разбавление (не менее чем в 10 раз для белых вин и в 20 раз для красных вин) удаление дубильных и красящих веществ становится излишней операцией из-за малой концентрации их в разбавленном растворе.

**Реактивы.** 1. Нейтральный уксуснокислый свинец, 30 % водный раствор.

2. Основной уксуснокислый свинец. 200 г окиси свинца PbO растирают с 600 г уксуснокислого свинца, смесь растворяют в 100 мл воды при нагревании на водяной бане до приобретения белого или красновато-белого цвета. Далее порциями прибавляют 1900 мл воды, дают отстояться и прозрачную жидкость снимают сифоном.

3. Феллингова жидкость. Готовят непосредственно перед определением два раствора: раствор сернокислой окиси меди (40 г  $\text{CuSO}_4 \times 5\text{H}_2\text{O}$  в 1 л воды) и раствор сегнетовой соли (200 г сегнетовой соли или 150 г NaOH в 1 л воды). Растворы смешиваются в равных количествах.

4. Раствор сернокислого окисного железа. 50 г  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$  и 200 г  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (плотность 1.84) растворяют в 1 л воды. К раствору по каплям прибавляют раствор перманганата калия до слабого порозовения.

5. Раствор перманганата калия, 0.1 н раствор. Один титр этого раствора отвечает 6.36 мг меди. Титр рабочего раствора перманганата калия выражают по меди.

**Техника определения.** В колбу на 200-250 мл отмеряют пипетками по 20 мл испытуемого раствора, раствора сегнетовой соли, раствора сернокислой меди и быстро нагревают до кипения, кипятят 3 мин. Затем, удалив нагрев, выжидают несколько секунд для оседания закиси меди и горячую жидкость фильтруют с помощью вакуумного насоса. Фильтрат должен иметь синюю окраску. Бледная окраска свидетельствует о недопустимо высоком содержании сахара в исследуемой жидкости (свыше 100 мг). Осадок в колбе дважды взбалтывают с небольшим количеством горячей воды и фильтруют через тот же фильтр. В колбу с осадком добавляют порциями по несколько мл раствор сернокислого окисного железа (до 20 мл) с целью полного рас-

творения закиси меди. Фильтр с осадком соединяют с чистой колбой для сбора фильтрата и пропускают через него прозрачную зеленоватую жидкость (полученную после растворения закиси меди), растворяя осадок закиси меди перенесенный на фильтр. Колбу после зеленоватой жидкости и затем фильтр промывают не менее трех раз небольшим количеством горячей воды.

Собранную в приемной колбе жидкость титруют 0.1 н раствором перманганата калия из бюретки со стеклянным краном до исчезновения зеленого цвета и появления слабого, но устойчивого порозовения жидкости.

**Расчет.** Число *мл* раствора перманганата калия (*b*), затраченное на титрование, умножают на его титр по меди. Для 0.1 н раствора титр по меди равен 0.00636.

Тогда количество осажденной закиси меди (*X*) будет

$$X = 6.36 \times b$$

По табл. 12 находят соответствующее количество инвертного сахара. Для выражения полученных результатов на 100 мл найденное по таблице количество сахара умножают на 5, а если исследуемая жидкость была при подготовке разбавлена, то и на коэффициент разбавления.

## ВЯЗКОСТЬ

*Динамическая вязкость* является показателем внутреннего трения, проявляющегося при наличии относительного перемещения соседних слоев жидкости и зависящего от сил сцепления между ее молекулами.

*Абсолютную вязкость* ( $\eta$ ) выражают в динах, которую нужно приложить к 1 см<sup>2</sup> площадки внутри жидкости, перемещаемой в ламинарном потоке, для того чтобы сообщить ей скорость 1 см/сек относительно другой параллельной ей площадки, отстоящей от нее на 1 см.

Абсолютная единица вязкости называется пуазом. Для жидкости обычно пользуются единицей в 100 раз меньшей – сантипуазом (спз), что удобнее, так как коэффициент вязкости воды при температуре 20<sup>0</sup>С и давлении 1 атм почти точно равен 1 спз. В связи с этим вместо абсолютной часто применяют относительную вязкость, пред-

ставляющую отношение вязкости данной жидкости к вязкости воды при 20<sup>0</sup>С.

Коэффициент вязкости обычно называют просто вязкостью. Величина, обратная вязкости (1/η), называется *текучестью*.

Вязкость является важным физико-химическим показателем, имеющим значение при решении целого ряда практических задач и теоретических вопросов винодельческого производства (для технологических и аппаратурных расчетов, для характеристики вин и виномаериалов, в специальных физико-химических методах исследования вина и т.д.). Вина, различные по своему составу, характеризуются весьма различной вязкостью, резко меняющейся с изменением температуры.

При выражении вязкости в сантипуазах точность результатов определения ограничивают тремя десятичными знаками и для менее ответственных случаев – двумя десятичными знаками.

Для измерения вязкости жидкости применяются разного вида вискозиметры. Некоторые из них основаны на измерении скорости истечения жидкости из капиллярных трубок, другие – скорости падения твердого шарика в жидкости, третьи – сопротивления оказываемого вращению погруженного в жидкость цилиндра и т.д. Наиболее распространенными в лабораторной практике является вискозиметр Оствальда, характеризующийся простотой своего устройства и в тоже время достаточной для практических целей точностью показаний. Для точных измерений следует пользоваться вискозиметром Уббелюде, обеспечивающим получение более надежных результатов.

Помимо измерения вязкости вискозиметрами применительно к исследованию вина можно рекомендовать расчетный метод, позволяющий получать с достаточным приближением значения вязкости по данным его спиртуозности и сахарозности.

**Расчетный метод.** Зависимость вязкости для вин различных типов от температуры имеет, как установлено, параболический характер и может быть выражена эмпирической формулой

$$\eta_t = \frac{K}{1 + y \times t + z \times t^2},$$

где η<sub>t</sub> – вязкость вина при температуре t,спз;

$K$ ,  $y$ ,  $z$  – эмпирические коэффициенты, определяемые опытным путем.

Экспериментально установлена зависимость коэффициентов  $K$ ,  $y$  и  $z$  от содержания в вине спирта и общего экстракта (приведенный экстракт + сахар) и составлены таблицы значений этих коэффициентов. Таким образом, вязкость вина при заданной температуре может быть вычислена по приведенной выше формуле путем подстановки в нее значений  $K$ ,  $y$  и  $z$ , найденных из табл. 13, 14 и 15 по данным состава исследуемого вина.

**Пример.** Вино содержит 17 % об. спирта, 10 % сахара и 2 г/100 мл приведенного экстракта (следовательно, 12 г/100 мл общего экстракта). Требуется рассчитать вязкость этого вина при температуре  $10^{\circ}\text{C}$ .

**Решение.** Этому составу вина отвечают следующие значения коэффициента  $K$ ,  $y$  и  $z$ , найденные по табл. 13, 14 и 15 с применением метода интерполяции

$$K=5.71 \quad y=0.0455 \quad z=0.00046.$$

Подставляя найденные значения в формулу зависимости вязкости от температуры, рассчитываем вязкость вина указанного состава при заданной температуре ( $10^{\circ}\text{C}$ ), спз:

$$\begin{aligned} \eta_{10} &= \frac{5.71}{1 + 0.0455 \times 10 + 0.000846 \times 10^2} = \frac{5.71}{1 + 0.455 + 0.0846} = \\ &= \frac{5.71}{1.5396} = 3.71. \end{aligned}$$

## УДЕЛЬНАЯ ТЕПЛОЕМКОСТЬ

*Удельная массовая теплоемкость*  $C$  показывает, какое количество тепла требуется для изменения температуры единицы массы на  $1^{\circ}\text{C}$ . Удельная теплоемкость вина является важным физическим показателем, необходимым для расчетов, связанных с обработкой вина теплом и холодом.

Опытное определение удельной теплоемкости представляет известные трудности, и поэтому рекомендуется расчетный метод ус-

тановления этого показателя, обеспечивающий достаточную практическую точность получаемых результатов. Точность выражения удельной теплоемкости при расчетном методе установления следует ограничить двумя знаками после запятой.

**Расчетный метод.** Удельная теплоемкость вина вычисляется, как средневзвешенная величина от удельных теплоемкостей отдельных соединений, входящих в его состав

$$C_B = \sum \frac{m \times c}{100} \text{ (ккал / (кг} \times \text{град))},$$

где  $m$  – концентрация в вине отдельных химических соединений, %;  
 $c$  – удельные теплоемкости этих соединений.

Для практических целей расчет удельной теплоемкости вина может быть проведен по формуле, учитывающей содержание в нем спирта и общего экстракта (ошибка, связанная с таким упрощением, незначительна):

$$C_B = \frac{(i + 0.002 \times t) \times (100 - \text{Э}) + 0.35 \times \text{Э}}{100},$$

где  $i$  – теплоемкость водно-спиртовой части вина (находится по таблице);

$\text{Э}$  – содержание общего экстракта в вине (сахар + приведенный экстракт), %;

$t$  – температура вина,  $^{\circ}\text{C}$ .

Спирт в различных концентрациях по-разному влияет на теплоемкость вина, и поэтому удельная теплоемкость спирта ( $i$ ), подставляемая в расчетную формулу, в каждом отдельном случае находится по табл. 16.

**Пример.** Вино содержит 18 % об. спирта и 12 % общего экстракта (10 % сахара и 2 % приведенного экстракта). Требуется рассчитать его удельную теплоемкость при  $50^{\circ}\text{C}$ .

По табл. 16 для 18 % об. спирта значение удельной теплоемкости водно-спиртовой части вина отвечает 1.065. Тогда удельная теплоемкость (ккал/(кг  $\times$  град) заданного вина будет

$$C_B = \frac{(1.065 + 0.002 \times 50) \times (100 - 12) + 0.35 \times 12}{100} = 1.07.$$

## КОЭФФИЦИЕНТ ТЕПЛОПРОВОДНОСТИ

Коэффициент теплопроводности ( $\lambda$ ) показывает, какое количество тепла (в ккал) проходит через слой жидкости площадью  $1 \text{ м}^2$  и толщиной  $1 \text{ м}$  за  $1 \text{ ч}$  при разности температур  $1^\circ\text{С}$ .

Коэффициент теплопроводности большинства жидкостей (за исключением воды), в отличие от твердых тел уменьшается с увеличением температуры.

Коэффициент теплопроводности является показателем, необходимым при расчетах обработки вин теплом и холодом. Коэффициент теплопроводности зависит от состава вещества и может быть определен опытным путем. Для жидкостей коэффициент теплопроводности целесообразнее устанавливать расчетным методом, так как опытный путь в этом случае встречает затруднения, связанные с явлением конвекции.

Для практических целей вычисление коэффициента теплопроводности жидкостей рекомендуется проводить по следующей формуле:

$$\lambda = \frac{0.29 \times d^{2.15} \times c^{1.55} \times M^{0.192}}{\eta^{0.12}} \quad (\text{ккал/м} \times \text{ч} \times \text{град}),$$

где  $d$  – плотность жидкости;  
 $c$  – удельная теплоемкость жидкости, ккал/(кг  $\times$  град);  
 $M$  – молекулярная масса жидкости;  
 $\eta$  – вязкость жидкости, спз.

Существует следующая простая расчетная формула для определения средней взвешенной молекулярной массы  $M_B$  вина:

$$M_B = 20 + 0.28 \times a + 1.62 \times c,$$

где  $a$  – содержание в вине спирта, % масс.;  
 $c$  – содержание в вине сахара, %.

Таким образом, расчет коэффициента теплопроводности вина по приведенной выше формуле затруднений не встречает, так как входящие в нее величины могут быть определены (плотность) или рассчитаны (вязкость, теплоемкость и молекулярная масса).

## **КОЭФФИЦИЕНТ ТЕМПЕРАТУРНОГО РАСШИРЕНИЯ ВИНА**

Определение коэффициента температурного расширения вина имеет большое практическое значение, в частности, для более точного ведения количественного учета вина в объемных единицах, принятых вино производственных условиях.

Степень температурного расширения вина зависит от его состава. Как было установлено, температурное расширение растворов экстракта вина полностью подчиняется законам температурного расширения растворов сахара, и поэтому при расчете коэффициента температурного расширения вина можно ограничиться учетом содержания в нем только сахара и общего экстракта (сахара + приведенный экстракт).

Изменение объема вина от температуры может быть выражено параболическим уравнением типа:

$$V_t = V_0 \times (1 + b \times t + c \times t^2),$$

где  $V_0$  – объем вина при  $0^0\text{C}$ ;

$V_t$  – объем вина при заданной температуре;

$b$  и  $c$  – эмпирические коэффициенты, зависящие от содержания в вине спирта и общего экстракта.

Численные значения коэффициентов приведены в табл. 17 и 18, где они даются в зависимости от содержания в вине спирта и экстракта (для сухих вин) и спирта и сахара (для вин, содержащих сахар).

Эмпирическая формула температурного расширения вина позволяет устанавливать расчетным путем, какой объем займет вино при температуре  $t$ , если известен его объем при температуре измерения  $t_1$ . Для этого надо вначале вычислить объем  $V_0$  (при  $t = 0^0\text{C}$ ) по формуле

$$V_0 = \frac{V_{t1}}{1 + b \times t_1 + c \times t_1^2}.$$

Затем, зная  $V_0$ , рассчитывают по приведенной выше эмпирической формуле объем, который займет вино при заданной температуре  $t$ .

**Пример.** Объем вина, содержащего 18 % спирта и 10 % сахара, при температуре измерения  $t_1 = 10^{\circ}\text{C}$  составляет 1000 л. Необходимо рассчитать, какой объем займет это вино при заданной температуре  $t = 20^{\circ}\text{C}$ .

**Решение.** Прежде всего, устанавливают, какой объем заняло бы вино при температуре  $0^{\circ}\text{C}$ , подставляя в формулу для вычисления значения  $b$  и  $c$  из табл. 18 соответствующие составу вина. Затем рассчитывают объем вина (л) при заданной температуре  $20^{\circ}\text{C}$ , подставляя в формулу для вычисления  $V_t$  те же значения  $b$  и  $c$ :

$$\begin{aligned} V_{20} &= 997.29 \times (1 + 0.00024 \times 20 + 0.0000032 \times 20^2) = \\ &= 997.29 \times (1 + 0.0048 + 0.00128) = 997.29 \times 1.00608 = 1003.35. \end{aligned}$$

**Примечание.** В практической работе вычисление температурного расширения вина может встречать затруднения из-за их громоздкости. Поэтому Т.Л. Парфентьевой составлены таблицы температурных коэффициентов расширения вина, позволяющие приводить объем, измеренный при какой-либо температуре, к объему при нормальной температуре ( $20^{\circ}\text{C}$ ). Значения коэффициентов даются в зависимости от состава вина: для сухих вин – от содержания спирта и приведенного экстракта, для вин, содержащих сахар – от содержания спирта и сахара. Содержание приведенного экстракта в десертных винах, принятое равным 3 г/100 мл, учтено при составлении таблиц коэффициентов (возможные отклонения в содержании приведенного экстракта практического значения не имеют).

Пользование таблицами температурных коэффициентов, помещенными в приложении, сводится к следующему. Если необходимо привести измеренный объем вина к температуре  $20^{\circ}\text{C}$ , то его умножают на коэффициент, найденный в таблице и соответствующий составу данного вина и той температуре, при которой проводилось измерение. В том же случае, когда нужно перейти к объему вина при какой-либо другой температуре, расчет проводят в два приема: сначала установ-

ливают объем вина при 20<sup>0</sup>С, а затем – при требуемой температуре путем деления найденного объема на коэффициент, соответствующий этой температуре.

## ТЕМПЕРАТУРА ЗАМЕРЗАНИЯ ВИНА

Определение температуры замерзания вина имеет значение при установлении технологического режима обработки виноматериалов и шампанского холодом. Температура замерзания вина зависит от его состава и, прежде всего, от содержания спирта, приведенного экстракта и сахара.

Удобен расчетный метод определения температуры замерзания вина по данным его состава, обеспечивающий достаточную для практических целей точность получаемых результатов и отличающийся своей простотой.

Для определения температуры замерзания сухих вин ( $t_x$ ) применяется следующая формула

$$t_x = a - b \times x - 0.00575 \times x^2,$$

где  $x$  – содержание в вине спирта, % об.;

$a$  – коэффициент, по своему физическому смыслу характеризующий температуру замерзания раствора экстракта;

$b$  – эмпирический коэффициент, зависящий от концентрации экстракта;

0.00575 – постоянный множитель, имеющий значение эмпирического коэффициента.

Для определения температуры замерзания вин, содержащих сахар, служит следующая формула:

$$t'_x = a_1 - b_1 \times y - c_1 \times y^2,$$

где  $t'_x$  – температура замерзания вина, содержащего сахар;

$a_1$  – температура замерзания раствора спирта и экстракта;

$y$  – содержание в вине сахара, г/100 мл;

$b_1$  и  $c_1$  – эмпирические коэффициенты, зависящие от содержания в вине спирта.

Значение коэффициента  $a_1$ , отражающего температуру замерзания вина с тем же содержанием спирта и экстракта, но без сахара, находится по табл. 20. Числовые значения коэффициентов  $b_1$  и  $c_1$  даны в табл. 21.

**Пример.** Необходимо рассчитать температуру замерзания вина, содержащего 18 % спирта, 10 % сахара и 2 % приведенного экстракта.

**Решение.** Значение коэффициента  $a_1$ , найденное из табл. 20 для заданного содержания в вине спирта и экстракта, отвечает 8.4. Значение коэффициентов  $b_1$  и  $c_1$  из табл. 21 для 18 % об. будет соответственно 0.350 и 0.0049. Подстановкой найденных значений коэффициентов в расчетную формулу определяется температура замерзания вина заданного состава

$$t'_x = 8.4 - 0.35 \times 10 - 0.0049 \times 10^2 = 8.4 - 3.5 - 0.49 \approx -12.4^0 \text{ C}.$$

## ТЕМПЕРАТУРА НАИБОЛЬШЕЙ ПЛОТНОСТИ ВИНА

Знание температуры наибольшей плотности вина необходимо для установления оптимального режима охлаждения виноматериалов и шампанизированного вина.

Температура наибольшей плотности вина зависит от его состава и может быть вычислена по формуле:

$$t_m = -\frac{b}{2 \times c},$$

где  $t_m$  – температура наибольшей плотности;  
 $b$  и  $c$  – эмпирические коэффициенты, зависящие от содержания в вине спирта и экстракта .

Значения коэффициентов  $b$  и  $c$  приведены в табл. 22.

Практически достичь температуры наибольшей плотности можно только у сухих вин, так как у вин, содержащих повышенное

количество спирта и экстрактивных веществ, температура наибольшей плотности лежит ниже точки замерзания и поэтому теряет свое реальное значение.

### **Литература для самоподготовки**

1. Химико-технологический контроль виноделия / Г.Г. Агабальянц [и др.]. – М.: Пищевая промышленность, 1969. – 612 с.
2. Тюкавкина, О.О. Биоорганическая химия / О.О. Тюкавкина, Ю.И. Бауков. – М.: Медицина, 1991. – 528 с.
3. Ленинджер, А. Основы биохимии / А. Ленинджер. – М.: Мир, 1985. – 717 с.
4. Райле, А. Основы органической химии / А. Райле, К. Смит, Р. Уорд. – М.: Мир, 1983. – 340 с.
5. Инструкция по контролю качества ликеро-водочных изделий. – М., 1993. – 580 с.
6. Сборник международных методов анализа и оценки вин и сусел. – М.: Пищепром. 1993. – 319 с.
7. Польшалина, Г.В. Технологический контроль спиртового и ликероводочного производств / Г.В. Польшалина. – М.: Колос, 1999. – 240 с.

## ПРИЛОЖЕНИЕ К ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ № 6

*Таблица 1*

### Плотность воды при различных температурах

Температура, °C	Плотность, г/см <sup>3</sup>	Температура, °C	Плотность, г/см <sup>3</sup>
0	0.99987	21	0.99802
1	0.99993	22	0.99780
2	0.99997	23	0.99756
3	0.99999	24	0.99732
4	1.00000	25	0.99707
5	0.99999	26	0.99681
6	0.99997	27	0.99654
7	0.99993	28	0.99626
8	0.99988	29	0.99597
9	0.99981	30	0.99567
10	0.99973	31	0.99537
11	0.99963	32	0.99505
12	0.99952	33	0.99473
13	0.99940	34	0.99440
14	0.99927	35	0.99406
15	0.99913	36	0.99371
16	0.99897	37	0.99336
17	0.99880	38	0.99299
18	0.99862	39	0.99262
19	0.99843	40	0.99224
20	0.99823		

*Таблица 2*

### Коэффициенты приведения плотности к массе воды при 20°C ( $d'_{20}$ )

Температура, °C	К	Температура, °C	К
<b>1</b>	<b>2</b>	<b>1</b>	<b>2</b>
10	1.0015	11	1.0014

Окончание табл. 2

1	2	1	2
12	1.0013	22	0.9996
13	1.0012	23	0.9994
14	1.0011	24	0.9991
15	1.0009	25	0.9988
16	1.0008	26	0.9986
17	1.0006	27	0.9983
18	1.0004	28	0.9981
19	1.0002	29	0.9978
20	1.0000	30	0.9975
21	0.9998		

Таблица 3

**Поправки для приведения плотности  
сухих вин от  $d_t^i$  к  $d_{20}^i$**

Температура, °С	Содержание спирта, % об.			
	8-9	10	11	12
От найденной величины плотности отнять				
10	0.0018	0.0019	0.0020	0.0021
11	0.0017	0.0018	0.0019	0.0020
12	0.0015	0.0017	0.0017	0.0018
13	0.0014	0.0015	0.0015	0.0016
14	0.0012	0.0013	0.0013	0.0014
15	0.0010	0.0011	0.0011	0.0012
16	0.0008	0.0009	0.0009	0.0010
17	0.0006	0.0007	0.0007	0.0008
18	0.0004	0.0005	0.0005	0.0006
19	0.0002	0.0002	0.0002	0.0003
К найденной величине плотности прибавить				
21	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003
22	0.0006	0.0006	0.0006	0.0006
23	0.0008	0.0009	0.0009	0.0009

Окончание табл. 3

Температура, °С	Содержание спирта, % об.			
	8-9	10	11	12
К найденной величине плотности прибавить				
24	0.0011	0.0012	0.0012	0.0012
25	0.0014	0.0015	0.0015	0.0015
26	0.0017	0.0018	0.0018	0.0018
27	0.0020	0.0021	0.0021	0.0021
28	0.0023	0.0024	0.0025	0.0026
29	0.0026	0.0027	0.0028	0.0029
30	0.0029	0.0030	0.0031	0.0032

Таблица 4

**Поправки для приведения плотности вин,  
содержащих сахар от  $d_{20}^t$  к  $d_{20}^{20}$**

Температура, °С	Содержание спирта, % об.					
	12			15		
	Содержание сахара, %					
	5	10	5	10	15	20
От найденной величины плотности отнять						
10	0.0021	0.0025	0.0028	0.0030	0.0032	0.0035
11	0.0022	0.0021	0.0026	0.0028	0.0030	0.0032
12	0.0020	0.0021	0.0024	0.0025	0.0028	0.0029
13	0.0018	0.0019	0.0021	0.0022	0.0024	0.0025
14	0.0016	0.0016	0.0019	0.0019	0.0021	0.0022
15	0.0014	0.0014	0.0016	0.0016	0.0017	0.0018
16	0.0011	0.0011	0.0013	0.0013	0.0014	0.0015
17	0.0009	0.0009	0.0010	0.0010	0.0011	0.0012
18	0.0006	0.0006	0.0007	0.0007	0.0007	0.0008
19	0.0003	0.0003	0.0004	0.0004	0.0004	0.0004
К найденной величине плотности прибавить						
21	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003	0.0004	0.0004

Продолжение табл. 4

Температура, °С	Содержание спирта, % об.					
	12		15			
	Содержание сахара, %					
	5	10	5	10	15	20
К найденной величине плотности прибавить						
22	0.0006	0.0007	0.0006	0.0007	0.0007	0.0008
23	0.0010	0.0011	0.0010	0.0011	0.0011	0.0012
24	0.0013	0.0014	0.0013	0.0015	0.0016	0.0017
25	0.0010	0.0017	0.0016	0.0019	0.0020	0.0021
26	0.0019	0.0021	0.0020	0.0023	0.0024	0.0025
27	0.0022	0.0021	0.0023	0.0027	0.0028	0.0030
28	0.0026	0.0028	0.0027	0.0030	0.0032	0.0034
29	0.0030	0.0032	0.0032	0.0034	0.0036	0.0038
30	0.0034	0.0036	0.0036	0.0038	0.0040	0.0042
Температура, °С	Содержание спирта, % об.					
	18		20			
	Содержание сахара, %					
	5	10	5	10	15	20
От найденной величины плотности отнять						
10	0.0033	0.0035	0.0037	0.0040	0.0036	0.0038
11	0.0030	0.0032	0.0034	0.0036	0.0033	0.0035
12	0.0027	0.0029	0.0031	0.0033	0.0030	0.0032
13	0.0024	0.0026	0.0027	0.0029	0.0027	0.0028
14	0.0021	0.0022	0.0023	0.0025	0.0024	0.0025
15	0.0017	0.0018	0.0019	0.0021	0.0020	0.0021
16	0.0014	0.0015	0.0016	0.0017	0.0016	0.0017
17	0.0011	0.0012	0.0012	0.0013	0.0012	0.0013
18	0.0007	0.0008	0.0008	0.0009	0.0008	0.0009
19	0.0004	0.0004	0.0004	0.0005	0.0004	0.0004

Окончание табл. 4

Температура, °С	Содержание спирта, % об.					
	18		20			
	Содержание сахара, %					
	5	10	5	10	15	20
К найденной величине плотности прибавить						
21	0.0003	0.0004	0.0004	0.0005	0.0004	0.0004
22	0.0007	0.0008	0.0009	0.0010	0.0008	0.0009
23	0.0011	0.0012	0.0013	0.0014	0.0013	0.0014
24	0.0015	0.0016	0.0017	0.0018	0.0017	0.0018
25	0.0019	0.0020	0.0022	0.0023	0.0021	0.0022
26	0.0023	0.0024	0.0026	0.0028	0.0026	0.0027
27	0.0027	0.0029	0.0031	0.0032	0.0030	0.0031
28	0.0031	0.0035	0.0035	0.0036	0.0034	0.0035
29	0.0035	0.0037	0.0040	0.0041	0.0038	0.0040
30	0.0039	0.0041	0.0044	0.0045	0.0042	0.0044

Таблица 5

**Определение концентрации спирта по плотности дистиллята, приведенной к воде при 20°С ( $d_{20}^{20}$ )**

Плотность дистиллята $d_{20}^{20}$	Спирт, % об.	Плотность дистиллята $d_{20}^{20}$	Спирт, % об.	Плотность дистиллята $d_{20}^{20}$	Спирт, % об.
1	2	1	2	1	2
1.00000	0.0	0.99881	0.8	0.99764	1.6
0.99985	0.1	0.99867	0.9	0.99749	1.7
0.99970	0.2	0.99852	1.0	0.99735	1.8
0.99956	0.3	0.99837	1.1	0.99720	1.9
0.99941	0.4	0.99823	1.2	0.99706	2.0
0.99926	0.5	0.99808	1.3	0.99691	2.1
0.99911	0.6	0.99793	1.4	0.99677	2.2
0.99896	0.7	0.99779	1.5	0.99662	2.3

*Продолжение табл. 5*

<b>1</b>	<b>2</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>1</b>	<b>2</b>
0.99648	2.4	0.99216	5.5	0.98820	8.6
0.99633	2.5	0.99202	5.6	0.98808	8.7
0.99619	2.6	0.99189	5.7	0.98796	8.8
0.99605	2.7	0.99176	5.8	0.98783	8.9
0.99590	2.8	0.99163	5.9	0.98771	9.0
0.99576	2.9	0.99150	6.0	0.98759	9.1
0.99561	3.0	0.99137	6.1	0.98747	9.2
0.99547	3.1	0.99124	6.2	0.98735	9.3
0.99533	3.2	0.99111	6.3	0.98723	9.4
0.99519	3.3	0.99098	6.4	0.98711	9.5
0.99505	3.4	0.99085	6.5	0.98699	9.6
0.99491	3.5	0.99072	6.6	0.98687	9.7
0.99477	3.6	0.99059	6.7	0.98675	9.8
0.99462	3.7	0.99046	6.8	0.98663	9.9
0.99448	3.8	0.99033	6.9	0.98651	10.0
0.99434	3.9	0.99020	7.0	0.98639	10.1
0.99420	4.0	0.99008	7.1	0.98627	10.2
0.99406	4.1	0.98995	7.2	0.98615	10.3
0.99392	4.2	0.98982	7.3	0.98603	10.4
0.99379	4.3	0.98970	7.4	0.98591	10.5
0.99365	4.4	0.98957	7.5	0.98579	10.6
0.99351	4.5	0.98945	7.6	0.98566	10.7
0.99337	4.6	0.98932	7.7	0.98554	10.8
0.99323	4.7	0.98919	7.8	0.98542	10.9
0.99309	4.8	0.98907	7.9	0.98530	11.0
0.99296	4.9	0.98894	8.0	0.98519	11.1
0.99282	5.0	0.98882	8.1	0.98507	11.2
0.99269	5.1	0.98869	8.2	0.98495	11.3
0.99255	5.2	0.98857	8.3	0.98484	11.4
0.99242	5.3	0.98845	8.4	0.98472	11.5
0.99229	5.4	0.98832	8.5	0.98460	11.6

*Продолжение табл. 5*

<b>1</b>	<b>2</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>1</b>	<b>2</b>
0.98448	11.7	0.98093	14.8	0.97754	17.9
0.98437	11.8	0.98082	14.9	0.97743	18.0
0.98425	11.9	0.98071	15.0	0.97732	18.1
0.98413	12.0	0.98059	15.1	0.97722	18.2
0.98402	12.1	0.98048	15.2	0.97711	18.3
0.98390	12.2	0.98037	15.3	0.97701	18.4
0.98378	12.3	0.98026	15.4	0.97690	18.5
0.98367	12.4	0.98015	15.5	0.97680	18.6
0.98355	12.5	0.98004	15.6	0.97669	18.7
0.98343	12.6	0.97993	15.7	0.97659	18.8
0.98332	12.7	0.97982	15.8	0.97648	18.9
0.98320	12.8	0.97971	15.9	0.97638	19.0
0.98309	12.9	0.97960	16.0	0.97627	19.1
0.98297	13.0	0.97949	16.1	0.97617	19.2
0.98286	13.1	0.97938	16.2	0.97606	19.3
0.98274	13.2	0.97927	16.3	0.97596	19.4
0.98263	13.3	0.97916	16.4	0.97585	19.5
0.98251	13.4	0.97905	16.5	0.97575	19.6
0.98240	13.5	0.97894	16.6	0.97564	19.7
0.98228	13.6	0.97884	16.7	0.97554	19.8
0.98217	13.7	0.97873	16.8	0.97543	19.9
0.98206	13.8	0.97862	16.9	0.97533	20.0
0.98194	13.9	0.97851	17.0	0.97522	20.1
0.98183	14.0	0.97840	17.1	0.97511	20.2
0.98172	14.1	0.97830	17.2	0.97501	20.3
0.98160	14.2	0.97819	17.3	0.97490	20.4
0.98149	14.3	0.97808	17.4	0.97479	20.5
0.98138	14.4	0.97797	17.5	0.97468	20.6
0.98127	14.5	0.97786	17.6	0.97458	20.7
0.98115	14.6	0.97775	17.7	0.97447	20.8
0.98104	14.7	0.97765	17.8	0.97436	20.9

Окончание табл. 5

1	2	1	2	1	2
0.97426	21.0	0.97197	23.1	0.96961	25.2
0.97415	21.1	0.97186	23.2	0.96949	25.3
0.97404	21.2	0.97175	23.3	0.96938	25.4
0.97393	21.3	0.97164	23.4	0.96927	25.5
0.97382	21.4	0.97152	23.5	0.96915	25.6
0.97371	21.5	0.97141	23.6	0.96904	25.7
0.97361	21.6	0.97130	23.7	0.96892	25.8
0.97350	21.7	0.97119	23.8	0.96881	25.9
0.97339	21.8	0.97108	23.9	0.96870	26.0
0.97328	21.9	0.97097	24.0	0.96858	26.1
0.97317	22.0	0.97086	24.1	0.96846	26.2
0.97306	22.1	0.97074	24.2	0.96835	26.3
0.97295	22.2	0.97063	24.3	0.96823	26.4
0.97285	22.3	0.97052	24.4	0.96812	26.5
0.97274	22.4	0.97040	24.5	0.96800	26.6
0.97263	22.5	0.97029	24.6	0.96789	26.7
0.97252	22.6	0.97018	24.7	0.96777	26.8
0.97241	22.7	0.97006	24.8	0.96766	26.9
0.97230	22.8	0.96995	24.9	0.96800	26.6
0.97219	22.9	0.96984	25.0	0.96789	26.7
0.97208	23.0	0.96972	25.1		

Таблица 6

**Поправки для приведения плотности дистиллята  $d_{20}^t$**

**к плотности  $d_{20}^{20}$**

Температура, °C	Плотность, г/см <sup>3</sup>							
	от 0.9980 до 0.9940	от 0.9939 до 0.9890	от 0.9889 до 0.9850	от 0.9849 до 0.9810	от 0.9809 до 0.9770	от 0.9769 до 0.9730	от 0.9729 до 0.9690	
От найденной величины плотности отнять								
10	0.0015	0.0016	0.0018	0.0021	0.0024	0.0028	0.0031	

Окончание табл. 6

Температура, °C	Плотность, г/см <sup>3</sup>													
	от 0,9980	до 0,9940	от 0,9939	до 0,9890	от 0,9889	до 0,9850	от 0,9849	до 0,9810	от 0,9809	до 0,9770	от 0,9769	до 0,9730	от 0,9729	до 0,9690
От найденной величины плотности отнять														
11	0.0014	0.0015	0.0017	0.0019	0.0022	0.0026	0.0028							
12	0.0013	0.0014	0.0015	0.0017	0.0020	0.0024	0.0026							
13	0.0012	0.0013	0.0014	0.0016	0.0018	0.002	0.0023							
14	0.0010	0.0011	0.0012	0.0014	0.0016	0.0018	0.0020							
15	0.0009	0.0010	0.0011	0.0012	0.0014	0.0016	0.0017							
16	0.0007	0.0008	0.0009	0.0010	0.0011	0.0013	0.0014							
17	0.0005	0.0006	0.0007	0.0008	0.0009	0.0010	0.0011							
18	0.0004	0.0004	0.0005	0.0005	0.0006	0.0006	0.0007							
19	0.0002	0.0002	0.0002	0.0003	0.0003	0.0003	0.0004							
К найденной величине плотности прибавить														
21	0.0002	0.0002	0.0002	0.0003	0.0003	0.0003	0.0004							
22	0.0004	0.0004	0.0005	0.0005	0.0006	0.0006	0.0007							
23	0.0006	0.0006	0.0007	0.0008	0.0009	0.0010	0.0011							
24	0.0009	0.0009	0.0010	0.0011	0.0012	0.0014	0.0015							
25	0.0011	0.0012	0.0013	0.0014	0.0016	0.0018	0.0019							
26	0.0014	0.0015	0.0016	0.0017	0.0019	0.0021	0.0023							
27	0.0017	0.0018	0.0019	0.0020	0.0022	0.0025	0.0028							
28	0.0020	0.0021	0.0022	0.0023	0.0026	0.0029	0.0032							
29	0.0023	0.0024	0.0025	0.0026	0.0030	0.0033	0.0036							
30	0.0026	0.0027	0.0028	0.0030	0.0034	0.0037	0.0040							

Таблица 7

**Определение содержания экстракта, приравненного к сахарозе, по плотности его водного раствора**

Плотность $d_{20}^{20}$ , г/см <sup>3</sup>	Содержание в растворе экстрактивных веществ, г/100 мл. при 20°C	Плотность $d_{20}^{20}$ , г/см <sup>3</sup>	Содержание в растворе экстрактивных веществ, г/100 мл. при 20°C
<b>1</b>	<b>2</b>	<b>1</b>	<b>2</b>
1.0000	0.000	1.0004	0.099

*Продолжение табл. 7*

<b>1</b>	<b>2</b>	<b>1</b>	<b>2</b>
1.0008	0.199	1.0129	3.336
1.0012	0.299	1.0133	3.439
1.0016	0.399	1.0137	3.541
1.0019	0.500	1.0141	3.644
1.0023	0.600	1.0145	3.746
1.0027	0.700	1.0149	3.849
1.0031	0.800	1.0153	3.952
1.0035	0.900	1.0157	4.055
1.0039	1.000	1.0161	4.158
1.0043	1.102	1.0165	4.261
1.0047	1.203	1.0169	4.364
1.0051	1.304	1.0173	4.468
1.0055	1.405	1.0177	4.571
1.0058	1.506	1.0181	4.674
1.0062	1.607	1.0185	4.778
1.0066	1.708	1.0189	4.881
1.0070	1.809	1.0193	4.985
1.0074	1.910	1.0197	5.089
1.0078	2.012	1.0201	5.193
1.0082	2.113	1.0205	5.296
1.0086	2.214	1.0209	5.400
1.0090	2.316	1.0213	5.505
1.0094	2.418	1.0217	5.609
1.0098	2.519	1.0221	5.713
1.0102	2.621	1.0225	5.817
1.0106	2.723	1.0229	5.922
1.0109	2.825	1.0233	6.026
1.0113	2.927	1.0237	6.131
1.0117	3.029	1.0241	6.235
1.0121	3.132	1.0245	6.340
1.0125	3.234	1.0249	6.445

*Продолжение табл. 7*

<b>1</b>	<b>2</b>	<b>1</b>	<b>2</b>
1.0253	6.550	1.0380	9.842
1.0257	6.655	1.0384	10.950
1.0261	6.760	1.0388	10.057
1.0265	6.865	1.0392	10.165
1.0269	6.970	1.0396	10.273
1.0273	7.075	1.0400	10.381
1.0277	7.180	1.0404	10.489
1.0281	7.286	1.0409	10.597
1.0285	7.392	1.0413	10.705
1.0289	7.497	1.0417	10.812
1.0294	7.603	1.0421	10.921
1.0298	7.709	1.0425	11.030
1.0302	7.815	1.0429	11.139
1.0306	7.921	1.0433	11.247
1.0310	8.027	1.0438	11.356
1.0314	8.133	1.0442	11.465
1.0318	8.239	1.0446	11.574
1.0322	8.345	1.0450	11.683
1.0326	8.452	1.0454	11.792
1.0330	8.558	1.0459	11.901
1.0334	8.665	1.0463	12.010
1.0338	8.771	1.0467	12.120
1.0343	8.878	1.0471	12.229
1.0347	8.985	1.0475	12.338
1.0351	9.092	1.0480	12.448
1.0355	9.199	1.0484	12.558
1.0359	9.306	1.0488	12.667
1.0363	9.413	1.0492	12.777
1.0367	9.520	1.0496	12.887
1.0371	9.627	1.0501	12.996
1.0375	9.735	1.0505	13.106

*Продолжение табл. 7*

<b>1</b>	<b>2</b>	<b>1</b>	<b>2</b>
1.0509	13.217	1.0641	16.676
1.0513	13.327	1.0646	16.789
1.0517	13.437	1.0650	16.902
1.0522	13.548	1.0654	17.016
1.0526	13.658	1.0659	17.129
1.0530	13.769	1.0663	17.242
1.0534	13.879	1.0667	17.356
1.0539	13.991	1.0672	17.469
1.0543	14.102	1.0676	17.583
1.0547	14.213	1.0680	17.696
1.0551	14.324	1.0684	17.810
1.0556	14.435	1.0689	17.924
1.0560	14.546	1.0693	18.038
1.0564	14.657	1.0698	18.152
1.0568	14.769	1.0702	18.267
1.0573	14.880	1.0706	18.381
1.0577	14.992	1.0711	18.495
1.0581	15.103	1.0715	18.610
1.0585	15.215	1.0719	18.724
1.0589	15.327	1.0724	18.839
1.0594	15.439	1.0728	18.954
1.0598	15.551	1.0733	19.069
1.0603	15.663	1.0737	19.184
1.0607	15.775	1.0737	24.454
1.0611	15.887	1.0741	19.299
1.0615	15.999	1.0746	19.413
1.0620	16.112	1.0750	19.529
1.0624	16.225	1.0755	19.644
1.0628	16.338	1.0759	19.759
1.0633	16.450	1.0763	19.875
1.0637	16.563	1.0768	19.990

*Продолжение табл. 7*

<b>1</b>	<b>2</b>	<b>1</b>	<b>2</b>
1.0772	20.106	1.0910	23.740
1.0777	20.222	1.0915	23.859
1.0781	20.338	1.0919	23.978
1.0785	20.454	1.0924	24.087
1.0790	20.570	1.0928	24.216
1.0794	20.686	1.0933	24.335
1.0799	20.802	1.0942	24.574
1.0803	20.919	1.0946	24.693
1.0807	21.035	1.0951	24.812
1.0812	21.252	1.0956	24.931
1.0816	21.268	1.0960	25.052
1.0821	21.385	1.0965	25.172
1.0825	21.502	1.0969	25.292
1.0830	21.619	1.0974	25.412
1.0834	21.736	1.0978	25.532
1.0839	21.853	1.0983	25.652
1.0843	21.970	1.0987	25.772
1.0848	22.108	1.0992	25.893
1.0852	22.205	1.0997	26.013
1.0856	22.323	1.1001	26.134
1.0861	22.430	1.1006	26.254
1.0865	22.558	1.1010	26.375
1.0870	22.676	1.1015	26.496
1.0874	22.794	1.1020	26.617
1.0879	22.912	1.1024	26.738
1.0883	23.029	1.1029	26.859
1.0888	23.149	1.1033	26.981
1.0892	23.266	1.1038	27.102
1.0897	23.385	1.1043	27.224
1.0901	23.503	1.1047	27.345
1.0905	23.622	1.1052	27.467

Окончание табл. 7

1	2	1	2
1.1056	27.589	1.1107	28.935
1.1061	27.711	1.1112	29.058
1.1066	27.833	1.1117	29.182
1.1070	27.955	1.1121	29.305
1.1075	28.077	1.1126	29.428
1.1079	28.199	1.1131	29.552
1.1084	28.322	1.1135	29.675
1.1089	28.444	1.1140	29.798
1.1093	28.567	1.1145	29.923
1.1098	28.689	1.1149	30.046
1.1103	28.813		

Таблица 8

**Поправки для приведения плотности растворов экстракта,  
определенной при температуре  $t(d'_{20})$ ,  
к плотности при  $20^{\circ}\text{C}(d''_{20})$**

Температура, $^{\circ}\text{C}$	Плотность, $\text{г}/\text{см}^3$											
	от 1.00 до 1.01	от 1.01 до 1.02	от 1.02 до 1.03	от 1.03 до 1.04	от 1.04 до 1.05	от 1.05 до 1.06	от 1.06 до 1.07	от 1.07 до 1.08	от 1.08 до 1.09	от 1.09 до 1.10	от 1.10 до 1.11	от 1.11 до 1.12
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
К найденному значению плотности прибавляется												
10	0.0016	0.0017	0.0019	0.0020	0.0022	0.0023	0.0024	0.0025	0.0026	0.0027	0.0028	0.0029
11	0.0015	0.0016	0.0017	0.0018	0.0020	0.0021	0.0022	0.0023	0.0025	0.0026	0.0027	0.0027
12	0.0014	0.0014	0.0016	0.0017	0.0018	0.0019	0.0020	0.0021	0.0023	0.0024	0.0025	0.0025
13	0.0012	0.0013	0.0014	0.0015	0.0016	0.0017	0.0018	0.0019	0.0020	0.0021	0.0022	0.0023
14	0.0011	0.0011	0.0012	0.0013	0.0014	0.0015	0.0016	0.0017	0.0018	0.0018	0.0019	0.0020
15	0.0010	0.0010	0.0010	0.0011	0.0012	0.0013	0.0014	0.0014	0.0015	0.0016	0.0016	0.0017
16	0.0008	0.0008	0.0008	0.0009	0.0010	0.0011	0.0011	0.0011	0.0012	0.0013	0.0013	0.0014

Окончание табл. 8

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
К найденному значению плотности прибавляется												
17	0.0006	0.0006	0.0006	0.0006	0.0008	0.0008	0.0009	0.0009	0.0009	0.0010	0.0010	0.0011
18	0.0004	0.0004	0.0004	0.0004	0.0005	0.0005	0.0006	0.0006	0.0006	0.0007	0.0007	0.0007
19	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003	0.0004
От найденного значения плотности отнимается												
21	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003
22	0.0004	0.0004	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0006	0.0006	0.0006	0.0007	0.0007
23	0.0006	0.0007	0.0007	0.0007	0.0008	0.0008	0.0008	0.0009	0.0010	0.0010	0.0010	0.0011
24	0.0009	0.0009	0.0010	0.0001	0.0011	0.0011	0.0012	0.0012	0.0013	0.0013	0.0014	0.0015
25	0.0011	0.0012	0.0012	0.0013	0.0014	0.0014	0.0015	0.0016	0.0017	0.0017	0.0017	0.0018
26	0.0014	0.0014	0.0015	0.0016	0.0017	0.0017	0.0018	0.0019	0.0020	0.0020	0.0021	0.0022
27	0.0016	0.0017	0.0018	0.0019	0.0020	0.0020	0.0021	0.0022	0.0023	0.0023	0.0024	0.0026
28	0.0019	0.0020	0.0021	0.0022	0.0023	0.0024	0.0025	0.0026	0.0026	0.0027	0.0028	0.0030
29	0.0022	0.0023	0.0024	0.0025	0.0026	0.0027	0.0028	0.0029	0.0029	0.0030	0.0032	0.0033
30	0.0025	0.0026	0.0027	0.0028	0.0029	0.0030	0.0031	0.0032	0.0033	0.0034	0.0035	0.0036

Таблица 9

**Температурные поправки  
для сахарного рефрактометра**

Температура, °С	Содержание сухих веществ, % масс.										
	5	10	15	20	30	40	50	60	70	75	
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	
От найденного содержания сухих веществ отнимается											
15	0.25	0.27	0.31	0.32	0.34	0.35	0.36	0.37	0.36	0.36	
16	0.21	0.23	0.26	0.27	0.29	0.30	0.31	0.32	0.31	0.29	
17	0.16	0.18	0.20	0.20	0.22	0.23	0.23	0.23	0.20	0.17	
18	0.11	0.12	0.14	0.14	0.15	0.16	0.16	0.15	0.12	0.09	
19	0.06	0.07	0.08	0.08	0.09	0.09	0.09	0.08	0.07	0.05	
К найденному содержанию сухих веществ прибавляется											
21	0.06	0.07	0.07	0.07	0.07	0.07	0.07	0.07	0.07	0.07	

Окончание табл. 9

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
К найденному содержанию сухих веществ прибавляется										
22	0.12	0.14	0.14	0.14	0.14	0.14	0.15	0.14	0.14	0.14
23	0.18	0.20	0.20	0.21	0.21	0.21	0.23	0.22	0.22	0.22
24	0.24	0.26	0.26	0.27	0.28	0.28	0.30	0.29	0.29	0.29
25	0.30	0.32	0.32	0.34	0.36	0.36	0.38	0.36	0.36	0.36
26	0.36	0.39	0.39	0.41	0.43	0.43	0.46	0.44	0.43	0.44
27	0.43	0.46	0.46	0.48	0.50	0.51	0.55	0.52	0.50	0.51
28	0.50	0.53	0.53	0.55	0.58	0.59	0.63	0.60	0.57	0.59
29	0.57	0.60	0.61	0.62	0.66	0.67	0.71	0.68	0.65	0.67
30	0.64	0.67	0.69	0.71	0.74	0.75	0.80	0.76	0.73	0.75

Таблица 10

**Содержание сахара в виноградном сусле или вине  
по показанию денсиметра (относительной плотности)**

Показания денсиметра $d_4^{20}$ , г/см <sup>3</sup>	Относительная плотность $d_{20}^{20}$ , г/см <sup>3</sup>	Содержание сахара, г/100мл
1	2	3
1.033	1.035	6.3
1.034	1.036	6.5
1.035	1.037	6.8
1.036	1.038	7.1
1.037	1.039	7.3
1.038	1.040	7.6
1.039	1.041	7.9
1.040	1.042	8.2
1.041	1.043	8.4
1.042	1.044	8.7
1.043	1.045	9.0
1.044	1.046	9.3
1.045	1.047	9.5
1.046	1.048	9.8

*Продолжение табл. 10*

<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>
1.047	1.049	10.0
1.048	1.050	10.3
1.049	1.051	10.6
1.050	1.052	10.8
1.051	1.053	11.1
1.052	1.054	11.4
1.053	1.055	11.6
1.054	1.056	11.9
1.055	1.057	12.2
1.056	1.058	12.4
1.057	1.059	12.7
1.058	1.060	13.0
1.059	1.061	13.2
1.060	1.062	13.5
1.061	1.063	13.8
1.062	1.064	14.0
1.063	1.065	14.3
1.064	1.066	14.6
1.065	1.067	14.8
1.066	1.068	15.1
1.067	1.069	15.4
1.068	1.070	15.6
1.069	1.071	15.9
1.070	1.072	16.2
1.071	1.073	16.4
1.072	1.074	16.7
1.073	1.075	17.0
1.074	1.076	17.2
1.075	1.077	17.5
1.076	1.078	17.8
1.077	1.079	18.0

*Продолжение табл. 10*

<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>
1.078	1.080	18.3
1.079	1.081	18.6
1.080	1.082	18.8
1.081	1.083	19.1
1.082	1.084	19.4
1.083	1.085	19.6
1.084	1.086	19.9
1.085	1.087	20.2
1.086	1.088	20.4
1.087	1.089	20.7
1.088	1.090	21.0
1.089	1.091	21.2
1.090	1.092	21.5
1.091	1.093	21.8
1.092	1.094	22.0
1.093	1.095	22.3
1.094	1.096	22.6
1.095	1.097	22.8
1.096	1.098	23.1
1.097	1.099	23.4
1.098	1.100	23.6
1.099	1.101	23.9
1.100	1.102	24.2
1.101	1.103	24.4
1.102	1.104	24.7
1.103	1.105	25.0
1.104	1.106	25.2
1.105	1.107	25.5
1.106	1.108	25.8
1.107	1.109	26.0
1.108	1.110	26.3

Окончание табл. 10

<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>
1.109	1.111	26.6
1.110	1.112	26.8
1.111	1.113	27.1
1.112	1.114	27.4
1.113	1.115	27.6
1.114	1.116	27.9
1.115	1.117	28.2
1.116	1.118	28.4
1.117	1.119	28.7
1.118	1.120	29.0

Таблица 11

**Содержание сахара по показанию  
сахарной шкалы рефрактометра**

Показания рефрактометра при 20 <sup>0</sup> С	Содержание сахара, г/100мл	Показания рефрактометра при 20 <sup>0</sup> С	Содержание сахара, г/100мл
<b>1</b>	<b>2</b>	<b>1</b>	<b>2</b>
8.8	6.3	12.2	10.0
9.0	6.5	12.4	10.3
9.3	6.8	12.6	10.6
9.5	7.1	12.8	10.8
9.8	7.3	13.1	11.1
10.0	7.6	13.3	11.4
10.2	7.9	13.6	11.6
10.5	8.2	13.8	11.9
10.7	8.4	14.0	12.2
11.0	8.7	14.3	12.4
11.2	9.0	14.5	12.7
11.4	9.3	14.7	13.0
11.7	9.5	15.0	13.2
11.9	9.8	15.2	13.5

*Окончание табл. 11*

<b>1</b>	<b>2</b>	<b>1</b>	<b>2</b>
15.4	13.8	22.2	21.8
15.7	14.0	22.5	22.0
15.9	14.3	22.7	22.3
16.1	14.6	22.9	22.6
16.4	14.8	23.1	22.8
16.6	15.1	23.3	23.1
16.8	15.4	23.6	23.4
17.0	15.6	23.8	23.6
17.3	15.9	24.0	23.9
17.5	16.2	24.2	24.2
17.7	16.4	24.4	24.4
18.0	16.7	24.6	24.7
18.2	17.0	24.9	25.0
18.4	17.2	25.1	25.2
18.6	17.5	25.3	25.5
18.9	17.8	25.5	25.8
19.1	18.0	25.7	26.0
19.3	18.3	25.7	26.0
19.6	18.6	26.0	26.3
19.8	18.8	26.0	26.3
20.0	19.1	26.2	26.6
20.2	19.4	26.4	26.8
20.4	19.6	26.6	27.1
20.7	19.9	26.8	27.4
20.9	20.2	27.0	27.6
21.1	20.4	27.2	27.9
21.4	20.7	27.4	28.2
21.6	21.0	27.7	28.4
21.8	21.2	27.9	28.7
22.0	21.5	28.1	29.0

**Определение инвертного сахара по меди**

Медь, мг	Инвертный сахар, мг	Медь, мг	Инвертный сахар, мг
<b>1</b>	<b>2</b>	<b>1</b>	<b>2</b>
10	4.8	39	19.3
11	5.3	40	19.8
12	5.8	41	20.3
13	6.3	42	20.9
14	6.8	43	21.4
15	7.3	44	21.9
16	7.7	45	22.4
17	8.2	46	22.9
18	8.7	47	23.5
19	9.2	48	24.0
20	9.7	49	24.5
21	10.2	50	25.1
22	10.7	51	25.6
23	11.2	52	26.1
24	11.7	54	27.2
25	12.2	55	27.8
26	12.8	56	28.3
27	13.3	57	28.8
28	13.8	58	29.3
29	14.3	59	29.8
30	14.8	60	30.4
31	15.3	61	30.9
32	15.8	62	31.4
33	16.3	63	26.7
34	16.8	63	32.0
35	17.3	64	32.5
36	17.8	65	33.1
37	18.3	66	33.6
38	18.8	67	34.2

*Продолжение табл. 12*

<b>1</b>	<b>2</b>	<b>1</b>	<b>2</b>
68	34.7	100	52.7
69	35.3	101	53.2
71	36.4	102	53.8
72	36.9	103	54.4
73	37.5	104	55.0
74	38.0	105	55.5
75	38.5	106	56.1
76	39.1	107	56.7
77	39.6	108	57.3
78	40.2	109	57.8
79	40.7	110	58.4
80	41.3	111	59.0
81	41.9	112	59.6
82	42.4	113	60.2
83	43.0	114	60.8
84	43.5	115	61.4
85	44.1	116	62.0
86	44.7	117	62.6
87	45.2	118	63.2
88	45.8	119	63.8
89	46.3	120	64.4
90	46.9	121	65.1
91	47.5	122	65.7
92	48.1	123	66.3
93	48.7	124	66.9
94	49.2	125	67.6
95	49.8	126	68.1
96	50.3	127	68.7
97	50.9	128	69.3
98	51.5	129	69.9
99	52.1	130	70.5

*Продолжение табл. 12*

<b>1</b>	<b>2</b>	<b>1</b>	<b>2</b>
131	71.1	162	90.6
132	71.7	163	91.2
133	72.3	164	91.9
134	73.0	165	92.5
135	73.6	166	93.2
136	74.2	167	93.8
137	74.8	168	94.5
138	75.4	169	95.1
139	76.0	170	95.8
140	76.7	171	96.4
141	77.3	172	97.0
142	77.9	173	97.7
143	78.6	174	98.3
144	79.2	175	99.0
145	79.8	176	99.7
146	80.5	177	100.3
147	81.1	178	101.0
148	81.7	179	101.7
149	82.3	180	102.4
150	83.0	181	103.1
151	83.6	182	103.8
152	84.2	183	104.4
153	84.4	184	105.8
154	85.5	185	106.4
155	86.1	186	107.1
156	86.7	187	107.8
157	87.3	188	108.4
158	88.0	189	109.1
159	88.6	190	110.5
160	89.3	191	111.2
161	89.9	192	111.8

Окончание табл. 12

1	2	1	2
193	112.5	201	118.0
194	113.2	202	118.7
195	113.8	203	119.3
196	114.5	204	120.0
197	115.2	205	120.7
198	115.9	206	121.4
199	116.6	207	122.1
200	117.3	208	122.8

Таблица 13

**Значение коэффициента К в зависимости от состава вина**

Содержание общего экстракта, г/100 мл	Содержание спирта, % об.						
	7	10	12	14	16	18	20
2	2.62	3.00	3.30	3.62	4.00	4.39	4.75
4	2.75	3.16	3.47	3.80	4.22	4.62	5.02
6	2.92	3.35	3.68	4.02	4.45	4.90	5.34
8	3.12	3.57	3.90	4.27	4.72	5.21	5.70
10	3.35	3.81	4.17	4.56	5.04	5.55	6.15
12	3.61	4.21	4.49	4.82	5.42	6.00	6.63
14	3.90	4.43	4.84	5.32	5.87	6.49	7.20
16	4.24	4.80	5.25	5.75	6.38	7.06	7.83
18	4.60	5.24	5.72	6.30	6.95	7.72	8.60
20	5.02	5.72	6.25	6.88	7.62	8.49	9.45

Таблица 14

**Значение коэффициента у в зависимости  
от состава вина**

Содержание общего экстракта, г/100 мл	Содержание спирта, % об.						
	7	10	12	14	16	18	20
2	0.0400	0.0408	0.0416	0.0422	0.0429	0.0436	0.0444
4	0.0406	0.0414	0.0421	0.0427	0.0433	0.0440	0.0448
6	0.0412	0.0420	0.0426	0.0432	0.0438	0.0444	0.0452
8	0.0418	0.0426	0.0431	0.0437	0.0443	0.0449	0.0456
10	0.0424	0.0431	0.0437	0.0442	0.0448	0.0453	0.0460
12	0.0430	0.0437	0.0442	0.0447	0.0452	0.0458	0.0464
14	0.0436	0.0443	0.0447	0.0452	0.0457	0.0463	0.0468
16	0.0442	0.0449	0.0453	0.0457	0.0462	0.0467	0.0472
18	0.0448	0.0454	0.0458	0.0462	0.0466	0.0471	0.0476
20	0.0454	0.0460	0.0463	0.0467	0.0471	0.0475	0.0479

Таблица 15

**Значение коэффициента z в зависимости  
от состава вина**

Содержание общего экстракта, г/100 мл	Содержание спирта, % об.						
	7	10	12	14	16	18	20
<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>7</b>	<b>8</b>
2	0.000345	0.000445	0.000505	0.000578	0.000665	0.000770	0.000920

Окончание табл. 15

1	2	3	4	5	6	7	8
4	0.000351	0.000455	0.000520	0.000595	0.000685	0.000793	0.000944
6	0.000360	0.000470	0.000536	0.000615	0.000707	0.000818	0.000970
8	0.000372	0.000485	0.000554	0.000638	0.000730	0.000844	0.000998
10	0.000386	0.000502	0.000576	0.000663	0.000755	0.000872	0.001030
12	0.000402	0.000523	0.000600	0.000690	0.000787	0.000905	0.001065
14	0.000420	0.000545	0.000628	0.000720	0.000825	0.000945	0.001110
16	0.000439	0.000570	0.000660	0.000755	0.000848	0.000990	0.001160
18	0.000459	0.000600	0.000695	0.000797	0.000915	0.001050	0.001220
20	0.000480	0.000630	0.000735	0.000845	0.000970	0.001115	0.001300

Таблица 16

**Удельная теплоемкость спирта**

Содержание спирта, % об.	i	Содержание спирта, % об.	i
5	1.040	19	1.065
6	1.044	20	1.065
7	1.048	21	1.064
8	1.052	22	1.063
9	1.056	23	1.062
10	1.060	24	1.061
11	1.061	25	1.060
12	1.062	30	1.055
13	1.063	35	1.045
14	1.064	40	1.035
15	1.065	45	1.015
16	1.065	50	1.990
17	1.065	55	1.061
18	1.065	60	1.060

Таблица 17

**Эмпирические коэффициенты  $b$  и  $c$   
для сухих вин**

Содержание экстракта, г/100 мл	Содержание спирта, % об.					
	8		10		12	
	$b$	$c$	$b$	$c$	$b$	$c$
1	$2 \cdot 10^{-5}$	$55 \cdot 10^{-7}$	$4.5 \cdot 10^{-5}$	$50 \cdot 10^{-7}$	$5 \cdot 10^{-5}$	$50 \cdot 10^{-7}$
2	$3 \cdot 10^{-5}$	$50 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-5}$	$45 \cdot 10^{-7}$	$6 \cdot 10^{-5}$	$45 \cdot 10^{-7}$
3	–	–	$6 \cdot 10^{-5}$	$40 \cdot 10^{-7}$	$8 \cdot 10^{-5}$	$40 \cdot 10^{-7}$

Таблица 18

**Эмпирические коэффициенты  $b$  и  $c$  для вин,  
содержащих сахар**

Содержание экстракта, г/100 мл	Содержание спирта, % об.					
	15		18		20	
	$b$	$c$	$b$	$c$	$b$	$c$
5	$17 \cdot 10^{-5}$	$40 \cdot 10^{-7}$	$21 \cdot 10^{-5}$	$37 \cdot 10^{-7}$	$25 \cdot 10^{-5}$	$35 \cdot 10^{-7}$
10	$20 \cdot 10^{-5}$	$35 \cdot 10^{-5}$	$24 \cdot 10^{-5}$	$32 \cdot 10^{-7}$	$28 \cdot 10^{-5}$	$30 \cdot 10^{-7}$
15	$24 \cdot 10^{-5}$	$30 \cdot 10^{-7}$	$27 \cdot 10^{-5}$	$27 \cdot 10^{-7}$	$31 \cdot 10^{-5}$	$25 \cdot 10^{-7}$
20	$27 \cdot 10^{-5}$	$25 \cdot 10^{-7}$	$31 \cdot 10^{-5}$	$22 \cdot 10^{-7}$	$34 \cdot 10^{-5}$	$20 \cdot 10^{-7}$

Таблица 19

**Эмпирические коэффициенты  $a$  и  $b$**

Концентрация экстракта, г/100 мл	Коэффициенты	
	$a$	$b$
1	-0.20	0.320
2	-0.40	0.337
3	-0.55	0.355
4	-0.75	0.372
5	-0.95	0.390
6	-1.20	0.407

Таблица 20

**Температура замерзания сухих вин  
(значение коэффициента  $a_1$ )**

Содержание спирта, % об.	Содержание экстракта, г/100 мл					
	1	2	3	4	5	6
7	-2.8	-3.0	-3.3	-3.6	-3.9	-4.2
8	-3.2	-3.4	-3.7	-4.0	-4.4	-4.7
9	-3.6	-3.9	-4.2	-4.5	-4.9	-5.3
10	-4.0	-4.4	-4.7	-5.1	-5.4	-5.8
11	-4.4	-4.8	-5.2	-5.6	-6.0	-6.4
12	-4.9	-5.3	-5.7	-6.2	-6.6	-7.0
13	-5.4	-5.8	-6.3	-6.7	-7.1	-7.5
14	-5.9	-6.3	-6.8	-7.2	-7.7	-8.1
15	-6.4	-6.8	-7.3	-7.7	-8.2	-8.6
16	-6.9	-7.3	-7.8	-8.3	-8.7	-9.2
17	-7.4	-7.9	-8.3	-8.8	-9.3	-9.8
18	-7.9	-8.4	-8.9	-9.3	-9.8	-10.4
19	-8.4	-8.9	-9.4	-9.9	-10.0	-10.9
20	-8.9	-9.4	-9.9	-10.0	-11.0	-11.6

Таблица 21

**Значение коэффициентов  $b_1$  и  $c_1$**

Содержание спирта, % об.	$b_1$	$c_1$	Содержание спирта, % об.	$b_1$	$c_1$
11	0.184	0.0020	16	0.266	0.0039
12	0.190	0.0023	17	0.303	0.0044
13	0.200	0.0027	18	0.350	0.0049
14	0.215	0.0031	19	0.413	0.0054
15	0.234	0.0035	20	0.490	0.0060

Таблица 22

Эмпирические коэффициенты  $b$  и  $c$ 

Содержание спирта, % об.	Содержание экстракта, г/100 мл					
	1		2		3	
	$b$	$c$	$b$	$c$	$b$	$c$
8	$6.5 \cdot 10^{-6}$	$62 \cdot 10^{-7}$	$7.5 \cdot 10^{-6}$	$58 \cdot 10^{-7}$	$23 \cdot 10^{-6}$	$55 \cdot 10^{-7}$
9	$9.5 \cdot 10^{-6}$	$56 \cdot 10^{-5}$	$20 \cdot 10^{-6}$	$56 \cdot 10^{-7}$	$35 \cdot 10^{-6}$	$53 \cdot 10^{-7}$
10	$18 \cdot 10^{-6}$	$55 \cdot 10^{-7}$	$30 \cdot 10^{-6}$	$52 \cdot 10^{-7}$	–	–
11	$30 \cdot 10^{-6}$	$54 \cdot 10^{-7}$	–	–	–	–
12	$45 \cdot 10^{-6}$	$53 \cdot 10^{-7}$	-	-		

# УЧЕБНОЕ ПОСОБИЕ

Е.Л. Гаврилова, Н.И. Шаталова,  
М.Н. Сайфутдинова, П.А. Гуревич

## ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ПРОИЗВОДСТВА АЛКОГОЛЬСОДЕРЖАЩЕЙ ПРОДУКЦИИ

*Ответственный за выпуск М.А. Петрова*