методов. Данный вопрос можно рассматривать как перспективу для продолжения настоящих исследований.

1. Мусаев А.А. Устойчивые методы определения движения. СПб.: МО СССР, 1989. 172 с.
2. Хьюбер П. Робастность в статистике // Пер. с англ. под ред. И.Г. Журбенко. М.: Мир, 1984. 303 с.

Оселедцева И.В.¹, Якуба Ю.Ф.², Резниченко К.В.²

Контроль качества коньячных дистиллятов на основе соотношения спиртов брожения

¹ФГБОУ ВО «Кубанский государственный технологический университет»
(Россия, Краснодар)

²ФГБНУ «Северо-Кавказский федеральный научный центр садоводства,
виноградарства, виноделия»
(Россия, Краснодар)

doi:10.18411/spc-12-05-2019-15

idsp: sciencepublic-12-05-2019-15

Реферат.

Представлен анализ исследования покомпонентного состава основных высших спиртов брожения в коньячных дистиллятах молодых и выдержанных в контакте с древесиной дуба (1-40 лет), выработанных в разных географических зонах стран СНГ и ЕС.

Обоснована целесообразность использования соотношения концентраций изоамилового и изобутилового спиртов при оценке качества дистиллятов. Установлено, что в дистиллятах, полученных с применением фракционированной перегонки столового виноматериала до концентрации этилового спирта в дистилляте не более 70 % об., концентрация изоамилового спирта превышает концентрацию изобутилового спирта в 2 и более раза. Показано, что значения отношения изоамиловый спирт/изобутиловый спирт в в готовой продукции (бренди, коньяк) на уровне 1,0 и менее могут быть обусловлены использованием дистиллятов с концентрацией этилового спирта свыше 90% об. с последующим разбавлением их водой до требуемых кондиций.

Введение.

Высшие спирты являются существенной ароматической составляющей дистиллятов и бренди [1]. Они переходят в вино непосредственно из винограда, а также синтезируются вследствие жизнедеятельности дрожжей из углеводов и аминокислот [2]. Основными спиртами брожения являются изоамиловый и изобутиловый, их доля составляет более 50% от общей суммы всех синтезируемых спиртов [2]. В наибольшем количестве дрожжами образуется изоамиловый спирт (от 40 до 70 % от всей суммы высших спиртов) [3]. Нормативный контроль содержания высших спиртов в дистиллятах и бренди осуществляется по суммарному показателю в соответствии с требованиями, установленными в Регламенте ЕС 110/2008/ЕС [4] и стандартах на продукцию, действующих на территории России [5,6].

Несмотря на тот факт, что накопление изобутилового и изоамилового спиртов происходит на стадии получения вина, при перегонке сформированный состав летучих примесей существенно изменяется в виду особенностей поведения разных летучих веществ во время дистилляции. Таким образом, соотношения концентраций отдельных спиртов могут быть рассмотрены в качестве основы для разработки расчетных критериев контроля качества дистиллятов, бренди и коньяков.

Материалы и методы исследований.

В качестве материалов исследований были использованы: производственные образцы дистиллятов из столового вина молодых и выдержанных в контакте с древесиной дуба (1-40 лет), выработанных в разных географических зонах стран СНГ и ЕС, а также российские бренди и коньяки разных категорий; опытные образцы виноматериалов и дистиллятов из винограда европейских сортов коньячного направления и сортов межвидового происхождения.

При выполнении измерений использовали хроматограф газовый, оснащенный пламенно-ионизационным детектором с пределом детектирования не более $5 \cdot 10^{-12}$ гС/с и колонку исследования проводили методом газовой хромато-масс-спектрометрии (прибор «хроматографическую капиллярную HP-FFAP (производство США) 50 м х 0,32 мм х 0,52 мкм. Паралельно Perkin Elme rClarus 600T»; колонка Elite-WaxETR50 м х 0,32 мм х 0,52 мкм). Предел обнаружения методики ГХ-МС составил 0,05 мг/дм³.

Обсуждение результатов.

В результате комплексного исследования состава летучих веществ высококачественных дистиллятов и бренди ($n > 1000$), выработанных в разных географических зонах стран СНГ и ЕС, нами установлено, что значения соотношения изоамилол/изобутанол варьируют в диапазоне от 2,0 до 5,5; значение коэффициента парной корреляции между анализируемыми спиртами по данным статистической обработки составляет более 0,9. Полученные экспериментальные данные согласуются с научными данными о составе бренди из винограда [12], сливы [14,15]; яблок, груши [9]; дистиллятов из виноградной выжимки (граппа и орухо) [11]; бурбона (Bourbon whiskey), арманьяка (Armagnac), французского коньяка (Cognac), бренди французских, германских и испанских [15]; рома, ирландского виски (Irish whiskey), бренди болгарских, калифорнийских, чилийских, египетских, румынских, итальянских, венгерских, российских [12]. Таким образом, диапазон варьирования значений соотношения изоамилол/изобутанол в интервале от 2,0 и до 5,5 является типичным для сельскохозяйственных дистиллятов и получаемых из них напитков.

Тем не менее, анализ литературных данных свидетельствует о том, что в некоторых образцах шотландского и канадского виски низкой ценовой категории отношение изоамилол/изобутанол составляет 1 и менее [12,15]. По нашим данным это не может быть обусловлено особенностями сырья, а также влиянием условий брожения, видом дрожжей и прямыми подкормками аминокислотами [16,17]. По мнению R. I. Aylott и W. M. MacKenzie это может быть обусловлено использованием непрерывного способа перегонки (Patent или Coffeystill, автор Аэнас Коффи, 1831 год) [18, 19]. Согласно полученным нами экспериментальным данным соотношение концентраций изоамилол/изобутанол в образцах дистиллятов, получаемых однократной сгонкой, варьирует в диапазоне 2,0-3,5, в образцах, получаемых двойной перегонкой – в диапазоне 4,0-5,5 (при уровне объемной доли этилового спирта в дистиллятах 66,2-69,8%).

Такая разница в данных может быть обусловлена наличием укрепляющей колонки (тарелок Писториуса) на аппарате однократной сгонки, в результате чего происходит не только укрепление, но и очищение спирта, тогда как на кубовых аппаратах дистиллят только укрепляется за счет процесса дефлегмации. Тем не менее, на наш взгляд, определяющим фактором, влияющим на соотношение изоамилола и изобутанола в дистилляте, является не способ перегонки, а степень укрепления дистиллята. Это обусловлено тем, что высшие спирты, являясь промежуточными примесями, при разной крепости перегоняемой жидкости могут вести себя как головные или хвостовые примеси. При перегонке виноматериала и спирта-сырца, крепость которых составляет менее 35 % об., изобутанол и изоамилол ведут себя как чистые головные примеси и в значительном количестве переходят в головную фракцию, а также в среднюю. Это позволяет регулировать (до определенной степени) общий уровень их концентрации в получаемом дистилляте, но без существенного

сдвига соотношения концентраций. Поэтому в дистиллятах и бренди, полученных из столового вина с применением двойной перегонки с фракционированием, отношение концентраций изоамилол/изобутанол не должно существенно отличаться от значений данного отношения в вине с некоторой тенденцией увеличения доли изоамилола. Динамика изменения значений соотношения изоамилол/изобутанол в полупродуктах при получении дистиллятов из столового вина, выработанного из сорта винограда Алиготе с применением четырех разных штаммов дрожжей (Варианты 1-4), представлена на Рисунке 1.

Рисунок 1. Динамики изменения соотношения изоамилол/изобутанол при дистилляции

При перегонке сред с высоким уровнем концентрации этанола или при использовании аппаратов непрерывного действия (с наличием ректификационной колонны), позволяющих получать дистилляты крепостью до 90 % об. и более, соотношение анализируемых спиртов будет изменяться в сторону увеличения доли изобутилового спирта. Это обусловлено тем, что с повышением концентрации этанола в перегоняемом растворе изменяются коэффициенты ректификации изобутанола и изоамилола, которые имеют характер хвостовых примесей, но с разной летучестью [20]. Ввиду различия значений индивидуальных коэффициентов ректификации данных спиртов соотношение их концентраций при перегонке будет постепенно изменяться за счет более существенного очищения дистиллята от изоамилового спирта при постепенном укреплении дистиллята, тем самым сдвигая соотношение в сторону увеличения доли изобутанола в получаемом дистилляте.

Учитывая тот факт, что дистилляты с высокой концентрацией этанола могут быть выработаны не только непрерывной перегонкой, но также по способу простой многократной дистилляции, нами были исследованы экспериментальные образцы дистиллятов, полученные дополнительной перегонкой с фракционированием. Согласно результатам анализа состава опытных образцов дистиллятов при укреплении молодого коньячного дистиллята простой перегонкой также происходит существенная чистка дистиллята, при этом существенно изменяется соотношение изоамилола и изобутанола за счет разницы их коэффициентов ректификации (Рисунок 2).

Рисунок 2. Уровень концентраций и отношение изоамилол/изобутанола в дистиллятах с разным содержанием этанола

При анализе динамики изменения соотношения концентраций изоамилол/изобутанол при перегонке дистиллятов с изначальной крепостью более 60 % об. установлено, что динамика перехода изоамилола и изобутанола в этом случае существенно отличается от динамики перехода определяемых спиртов при перегонке вина на коньячный или бренди-дистиллят. Это обусловлено варьированием коэффициентов ректификации данных спиртов при перегонке. Установлен значительный сдвиг соотношения изоамилола и изобутанола за счет увеличения доли изобутанола при общем снижении концентрации обоих компонентов. Данные по составу фракций опытных образцов укрепленных дистиллятов представлены в Таблице 2.

Таблица 2

Данные по составу фракций укрепленных дистиллятов, получаемых простой перегонкой, $P=0,95$

Анализируемый образец	Этанол, %об.	Массовая концентрация, мг/дм ³		Изоамилол/изобутанол
		Изоамилол	Изобутанол	
Перегоняемый дистиллят №1	62,6	1694	356	4,8
Полученный дистиллят по фракциям (№1)				
Фракция 1 (33%)	82,1	673	408	1,6
Фракция 2 (33%)	75,7	1445	532	2,7
Фракция 3 (16%)	46,1	1256	261	4,8
Перегоняемый дистиллят №2	82,5	675	336	2,0
Полученный дистиллят по фракциям (№2)				
Фракция 1 (29,3 %)	90,2	270	277	1,0
Фракция 2 (33,3 %)	86,2	382	290	1,3
Фракция 3 (28,7 %)	80,2	930	484	1,9

Результаты исследований свидетельствуют о том, что соотношение изоамилол/изобутанол зависит от концентрации этанола в полученном после завершения перегонки дистилляте, что обусловлено разной динамикой перехода спиртов в дистиллят при перегонке и ректификации.

Выводы.

Обосновано использование соотношения концентраций изоамилол/изобутанол для определения диапазона концентраций этилового спирта (% об.) в дистилляте, полученном сразу после завершения перегонки. Установлено, что в дистиллятах, полученных с применением фракционированной дистилляции столового виноматериала до концентрации этилового спирта в дистилляте не более 70 % об., соотношение концентраций ++++++изоамилол/изобутанол составляет не менее 2,0. Показано, что в готовой продукции значения соотношения изоамилол/изобутанол на уровне 1,0 и менее могут быть обусловлены использованием дистиллятов с концентрацией этилового спирта свыше 90% об. с последующим разбавлением их водой до требуемых кондиций.

1. Lachenmeier, D. W. Defining maximum levels of higher alcohols in alcoholic beverages and surrogate alcohol products / D. W. Lachenmeier, S. Haupt, K. Schulz // Regulatory Toxicology and Pharmacology. – 2008. – Vol. 50. – P. 313–321
2. Родопуло, А.К. Основы биохимии виноделия / А. К. Родопуло. – М.: Книга по Требованию, 2012. – 240 с.
3. Berger, R. G. Flavours and Fragrances: Chemistry, Bioprocessing and Sustainability (Электронная книга Google) / Springer Science & Business Media, 6 марта 2007 г. - Всегостраниц: 648 URL: https://books.google.ru/books?id=ax1OvyH8jGoC&dq=compounds+in+spirits&hl=ru&source=gbs_navlinks_s

4. Техническое регулирование производства и оборота винодельческой продукции и спиртных напитков. Регламенты Европейского союза/Под ред. Л.А. Оганесянца, А.Л. Панасюка. – М.: Промышленно-консалтинговая группа «Развитие» по заказу ВНИИ пивоваренной, безалкогольной и винодельческой промышленности, 2009. – 200 с.
5. ГОСТ 31728-2014. Дистилляты коньячные. Технические условия. - Введ. 2016-05-01.- Москва: Стандартинформ, 2015. - 5 с.
6. ГОСТ 31732-2014. Коньяк. Общие технические условия. - Введ. 2016-05-01.- Москва: Стандартинформ, 2015. - 5 с.
7. Lukić, I. Behavior of volatile compounds during traditional alembic distillation of fermented Muscat Blanc and MuškatRužaPorečki grape marcs / I. Lukić, , S. Tomas, B. Miličević, S. Radeka, Đ. Peršurić // J. I. Brewing.– 2011. – Vol.117. –P. 440–450
8. Tsakiris, A. Grape brandy production, composition and sensory evaluation / A.Tsakiris, S. Kallithraka, Y. Kourkoutas // J. Sci. Food Agric. – 2014. – Vol. 94. – P. 404–414
9. Coldea, T. Gas-Chromatographic Analysis of Major Volatile Compounds Found in Traditional Fruit Brandies from Transylvania, Romania / T. Coldea, C. Socaciu, M. Vodnar // Not. Bot. Horti. Agrobo. – 2011. – Vol. 39(2). – P. 109-116
10. Winterová, R. Assessment of the Authenticity of Fruit Spirits by Gas Chromatography and Stable Isotope Ratio Analyses / R. Winterová, R. Mikulíková, J. Mazáč, P. Havelec // Czech J. Food Sci. – 2008. – Vol. 26. – No. 5. – P. 368–375
11. Cortés, S. Comparative study between Italian and Spanish grape marc spirits in terms of major volatile compounds / S. Cortés, R. Rodríguez, J. M. Salgado, J. M. Domínguez // Food Control. – 2011. – Vol. 22. – P. 673-680
12. Suomalainen, H. Aroma of Beer, Wine and Distilled Alcoholic Beverages / Springer Science & Business Media, 31 мая 1983 г. - Всегостраниц: 424; URL: http://books.google.ru/books/about/Aroma_of_Beer_Wine_and_Distilled_Alcohol.html?id=allg4XxlOM4C&redir_esc=y
13. Spaho, N. Effects of distillation cut on the distribution of higher alcohols and esters in brandy produced from three plum varieties / N. Spaho, P. Dürr, S. Grba, E. Velagić-Habul // J. Institute of Brewing & Distilling. – 2013. – Vol. 119. – P. 48–56
14. Jung, A. Volatile congeners in alcoholic beverages: analysis and forensic significance / A. Jung, H. Jung, V. Auwärter, S. Pollak, A. M. Fähr, L. Hecser, A. Schiopu // J. Romanian Society of Legal Medicine. – 2010. – Vol.18. – P. 265 – 270
15. Maarse, H. Volatile Compounds in Foods and Beverages / CRC Press, 29 марта 1991, 784 с. URL: https://books.google.ru/books?id=_OvXjhLUz-oC&dq
16. Оселедцева, И.В. Влияние штамма дрожжей и подкормок аминокислотами на накопление высших спиртов в коньячных виноматериалах / И.В. Оселедцева, К.В.Резниченко, Н.М. Агеева, Т.И. Гугучкина // Научно-практический журнал ФГБОУ ВПО «Ставропольский государственный аграрный университет» «Вестник АПК Ставрополя». – 2014. – № 3(15). –С. 26-30
17. Оселедцева, И.В. Влияние аланина и валина на биосинтез изобутилового и изоамилового спиртов на стадии брожения виноградного сусла / И.В.Оселедцева, Т.И.Гугучкина, Н.М. Агеева //Изв. Вузов «Пищевая технология». – 2015. – № 2-3 (344-345). – С. 21-24
18. Campbell, I. Grain whisky distillation / I. Campbell // In: Whisky – Technology, Production and Marketing. I. Russell, Ed., Academic Press: London, 2003. – P. 181-208
19. Aylott, R. I. Analytical Strategies to Confirm the Generic Authenticity of Scotch Whisky / R. I. Aylott, W. M. MacKenzie // J. Institute of Brewing & Distilling. – 2010. – Vol. 116(3). – P. 215–229
20. Яровенко, В.Л. Технология спирта / В.Л. Яровенко, В.А. Маринченко, В.А. Смирнов [и др.]; под ред. Проф. В.Л. Яровенко. – М.: Колос, «Колос-Пресс», 2002.– 464 с.

Сорокин В.А., Крупский А.А.

Разработка технологического процесса вертикального прессования брикетов с выдержкой времени под давлением

*ФГБОУ ВО «Оренбургский государственный университет»
(Россия, Оренбург)*

doi:10.18411/spc-12-05-2019-16

ids: sciencepublic-12-05-2019-16

Аннотация

Основным направлением утилизации древесных отходов является их использование для получения тепловой и электрической энергии, что представляет собой альтернативу традиционным видам топлива, т.к. они являются CO₂ – нейтральными и имеют низкое содержание серы. Переработка опилок и древесных отходов в топливные брикеты делают деревообрабатывающее производство безотходным и экологически чистым.