



ОРИГИНАЛЬНЫЕ СТАТЬИ

Научная статья

УДК 543.544:543.51:543.545.2

doi: 10.17308/sorpchrom.2024.24/12410

Методы газовой хроматографии и капиллярного электрофореза для исследования химического состава выдержанных зерновых дистиллятов

Наталья Викторовна Шелехова[✉]

ВНИИПБТ – филиал ФГБУН «Федеральный исследовательский центр питания, биотехнологии и безопасности пищи», Москва, Россия, 4950360101@mail.ru[✉]

Аннотация. Производство алкогольных напитков с заданными качественными характеристиками требует глубокого понимания сущности физико-химических превращений, протекающих на каждом этапе технологического процесса. Выдержка зерновых дистиллятов в дубовых бочках играет значимую роль в технологии виски. Многообразие технологических схем и применяемого сырья обуславливает значительные различия в химическом составе зерновых дистиллятов. Нормативной документацией на виски и зерновые дистилляты предусмотрено суммарное определение альдегидов, компонентов сивушного масла, сложных эфиров, метилового спирта и регламентированы химические методы анализа, которые, к сожалению, не в полной мере удовлетворяют современным требованиям производства. В работе реализована возможность дифференцированной идентификации 48 химических соединений, характерных для зерновых дистиллятов, с использованием методов газовой хроматографии, хромато-масс-спектрометрии и капиллярного электрофореза. С применением разработанных нами методик исследована динамика ионного состава и летучих органических примесей зернового дистиллята в зависимости от продолжительности контакта и степени термической обработки дубовой щепы. Доказано, что варьируемые факторы оказывают влияние на химический состав зернового дистиллята. Установлено, что в составе летучих органических примесей преобладают компоненты сивушного масла, среди которых наибольшие концентрации зарегистрированы для изоамилола 333.6 мг/дм³, изобутанола 322.73 мг/дм³, 1-пропанола 229.97 мг/дм³. Среди эфиров в наибольших концентрациях обнаружен этилацетат 417.3 мг/дм³. В ионном составе зерновых дистиллятов среди анионов в наибольших концентрациях обнаружены ацетаты 127.1 мг/дм³, среди катионов калий 9.16 мг/дм³ и натрий 4.64 мг/дм³. Определены характерные диапазоны массовых концентраций для каждого целевого аналита. Проведенное исследование может служить основой для углубленного изучения химического состава зерновых дистиллятов, позволит выявить закономерности в вариативном химическом составе дистиллятов и будет способствовать разработке инновационных технологических приемов, направленных на повышение эффективности производства спиртных напитков.

Ключевые слова: газовая хроматография, хромато-масс-спектрометрия, капиллярный электрофорез, летучие органические примеси, катионы, анионы органических и неорганических кислот, идентификация, зерновые дистилляты, древесина дуба.

Благодарности: исследование проводилось в рамках выполнения Государственного задания по теме № FGMF-2022-0006.

Для цитирования: Шелехова Н.В. Методы газовой хроматографии и капиллярного электрофореза для исследования химического состава выдержанных зерновых дистиллятов // *Сорбционные и хроматографические процессы*. 2024. Т. 24, № 4. С. 556-571. <https://doi.org/10.17308/sorpchrom.2024.24/12410>



Original article

Gas chromatography and capillary electrophoresis for studying the chemical composition of aged grain distillates

Natalya V. Shelekhova 

Russian Scientific Research Institute of Food Biotechnology – a branch of the Federal Research Centre of Nutrition, Biotechnology, and Food Safety, Moscow, Russian Federation, 4950360101@mail.ru 

Abstract. Production of alcoholic beverages with specific qualitative characteristics requires deep understanding of the nature of physicochemical transformations occurring during each stage of the production process. Ageing of grain distillates in oak barrels is an important part of the production of whisky. A large number of technological schemes and a variety of raw materials used account for a significant difference in the chemical compositions of grain distillates. Standards regulating the production of whisky and grain distillates provide a general approach to the identification of aldehydes, fusel alcohols, esters, and methyl alcohol and suggest chemical analysis methods, which, unfortunately, do not fully meet the modern production requirements. In our study, we implemented a method for the identification of 48 differentiated compounds common for grain distillates based on gas chromatography, gas chromatography-mass spectrometry, and capillary electrophoresis. The suggested method allowed us to study the dynamics of the ion composition and volatile organic impurities in grain distillates depending on the duration of the contact and the degree of heat treatment of oak chips. The study showed that variable factors affect the chemical composition of grain distillates. The study demonstrated that the compositions of volatile organic impurities were dominated by fusel alcohols, with the largest concentrations registered for isoamylol (333.6 mg/dm³), isobutanol (322.73 mg/dm³), and 1-propanol (229.97 mg/dm³). As per esters, the largest concentration was observed for ethyl acetate (417.3 mg/dm³). As for the ion composition of grain distillates, anions demonstrated the largest concentrations of acetates (127.1 mg/dm³) and cations demonstrated the largest concentrations of potassium (9.16 mg/dm³) and sodium (4.64 mg/dm³). The study also determined the characteristic ranges of mass fractions for each target analyte. The obtained results can be used for a more detailed analysis of the chemical composition of grain distillates. They can help to determine dependences in the variable chemical composition of distillates and facilitate the development of innovative techniques aimed at enhancing the production of alcoholic beverages.

Keywords: gas chromatography, gas chromatography-mass spectrometry, capillary electrophoresis, volatile organic impurities, cations, anions of organic and inorganic acids, identification, grain distillates, oak wood

Acknowledgments: this study was performed in accordance with the state task, state registration No. FGMF-2022-0006.

For citation: Shelekhova N.V. Gas chromatography and capillary electrophoresis for studying the chemical composition of aged grain distillates. *Sorbtsionnye i khromatograficheskie protsessy*. 2024. 24(4): 556-571. (In Russ.). <https://doi.org/10.17308/sorpchrom.2024.24/12410>

Введение

Зерновой дистиллят получают дистилляцией сброженного сусла из зерна злаковых культур [1-3]. В соответствии с ГОСТ 33723-2016 «Дистиллят зерновой. Технические условия» летучие органические примеси определяют с применением химических методов анализа суммарно. По органолептическим показателям выдержанный зерновой дистиллят должен обладать характерным ароматом исходного сырья с тонами древесины дуба, без постороннего привкуса. Выдержка зерновых дистиллятов в дубовых бочках – наиболее длительный технологический

этап приготовления виски. Невыдержанный дистиллят обладает резкими и эфирными тонами, поэтому, в целях улучшения его качественных характеристик, проводят выдержку в контакте со специально подготовленной древесиной дуба. В процессе выдержки протекают химические превращения, в результате которых дистиллят достигает зрелости и округленности вкуса, приобретая новые ванильные, пряные, фруктовые, шоколадные и древесные тона [4-7].

Классическая технология приготовления виски предусматривает продолжительную выдержку зерновых дистиллятов в дубовых бочках. Процесс созревания

ния дистиллятов ресурсозатратный, поэтому особую актуальность приобретают исследования, направленные на его интенсификацию [8]. В условиях выпуска виски для массового потребителя, производителям важно минимизировать затраты на производство без потери основных качественных характеристик готовой продукции. Один из способов, ускорения созревания дистиллятов – их выдержка в эмалированных емкостях в контакте с дубовой щепой. Данный технологический прием позволяет оптимизировать использование ресурсов, снизить затраты, тем самым, повысить экономическую эффективность производства.

Совершенствованию технологии производства напитков на основе дистиллятов посвящены многочисленные научные публикации [9-18], однако, недостаточно изученной остается проблема повышения качества готовых купажей. Дополнительная выдержка зерновых дистиллятов и их купажей в контакте с дубовой щепой относится к методам ускоренного созревания, позволяющим интенсифицировать процесс обогащения компонентами древесины дуба и заметно повышающим органолептические характеристики. К сожалению, приходится констатировать, что химический состав зерновых дистиллятов сложен и изучен далеко не полностью. Разработка новых методик анализа и цифровых технологий позволит более полно исследовать химический состав зерновых дистиллятов, усовершенствовать технологические приемы, в том числе направленные на формирование заданных органолептических характеристик [19].

Цель исследования с применением методов газовой хроматографии и капиллярного электрофореза исследовать динамику химического состава выдержанных зерновых дистиллятов в процессе дополнительной выдержки в зависимости от продолжительности контакта и степени термической обработки древесины дуба.

Экспериментальная часть

Объектом исследований выступал образец зернового дистиллята (D) (Шотландия), выдержанный в течении 3-х лет в дубовой бочке и модельные растворы, приготовленные на его основе. В мерные колбы из полимерного материала с винтовой крышкой вместимостью 1000 см³, класс точности В (Vitlab, Германия) помещали по 7 г специально подготовленной щепы американского дуба (США) слабой (L), средней (M), сильной (S) степени термической обработки и 1000 мл выдержанного дистиллята (D) с объемной долей этилового спирта 65% и выдерживали 7, 14, 21, 28 суток в темном месте при температуре 22-25°C.

Массовые концентрации летучих органических примесей определяли методом газовой хроматографии по разработанным нами методикам [20] с использованием хроматографической системы Agilent 7850 (Agilent Technologies, США) с пламенно-ионизационным детектором с пределом детектирования не более 5·10⁻¹² г/с.

В качестве референтного метода для подтверждения достоверности идентификации применяли метод хромато-масс-спектрометрии, использовали хроматографическую систему Agilent 7820 (Agilent Technologies –Интерлаб, США-Россия) с масс-селективным детектором Agilent 5975MSD. Соединение считали идентифицированным при совпадении масс-спектров с тематической библиотекой Whiskey22 не менее, чем на 90% [21].

Ионный состав исследовали методом капиллярного электрофореза по разработанным нами методикам [22] с использованием системы капиллярного электрофореза PrinCE модель 560 (Prince Technologies, Нидерланды), оснащенной бесконтактным кондуктометрическим детектором проводимости TraceDec (Innovative Sensor Technologies GmbH, Австрия) с пределом детектирования 1·10⁻¹⁰ г/см³.

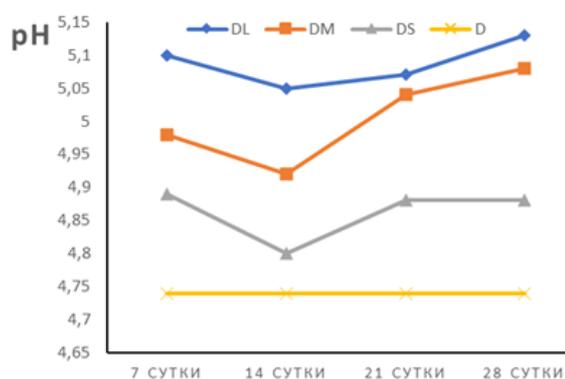


Рис. 1. Динамика водородного показателя в модельных растворах
Fig. 1. Dynamics of the hydrogen index in model solutions

Определение водородного показателя проводили на рН-метре HI2002-03 (Hanna Instruments, Германия), оснащённом электродом HI 11310 с точностью измерений ± 0.01 рН при 25°C . Для взятия точных навесок использовали аналитические весы неавтоматического действия GR200 (Analog&Digital, Япония) с погрешностью взвешивания не более ± 0.0003 г при температуре 20°C .

Обсуждение результатов

Водородный показатель оказывает значительное влияние на ход химических реакций, протекающих в щелочной, кислой или нейтральной среде. На первом этапе работ исследовали динамику водородного показателя рН (рис. 1).

Показано, что во всех модельных растворах уровень рН повысился, по сравнению с образцом контроля D (рН=4.74). Установлены диапазоны варьирования значений водородного показателя: для модельного раствора DL диапазон составил от 5.10 до 5.13 рН, для DM 4.98-5.08 рН и для DS 4.88-4.89 рН. Различия в диапазонах, по всей вероятности, обусловлено степенью термической обработки дубовой щепы.

В соответствии с нормативной документацией, действующей на территории РФ, физико-химические показатели зернового дистиллята, должны находиться в следующих диапазонах: массовая концентрация сивушного масла $500-6000$ мг/дм³, сложных эфиров $10-1500$ мг/дм³,

альдегидов $10-350$ мг/дм³, фурфурола не более 30 мг/дм³. Метиловый спирт не более 0.05% об. Остальные летучие органические примеси не нормируются. Важно отметить, что ГОСТ 33723-2016 «Дистиллят зерновой. Технические условия» регламентирует определение химического состава с применением методов мокрой химии, что по всей видимости, связано с недостаточной разработанностью инструментальных методов анализа. Дифференцированное определение химического состава зерновых дистиллятов и напитков, приготовленных на их основе, позволит повысить информативность анализа и обеспечит управляемость технологических процессов.

С применением методов газовой хроматографии и хромато-масс-спектрометрии по разработанным нами методикам, исследован состав летучих органических примесей образца контроля (D) и модельных растворов, приготовленных с использованием щепы слабой (DL), средней (DM) и сильной (DS) степени термической обработки на 7, 14, 21 и 28 суток выдержки. Границы относительной погрешности методики измерений при доверительной вероятности $P=0.95$ не более 5% . (табл. 1-3).

Сопоставляя данные таблиц 1-3 можно сделать вывод, что состав летучих органических примесей зерновых дистиллятов представлен широким кругом химических соединений, массовые концентрации которых варьировали в зависимости

Таблица 1. Состав летучих органических примесей образца D и модельного раствора DL
 Table 1. Composition of volatile impurities obtained in sample D and model solution DL

Аналит, мг/дм ³	D	Продолжительность контакта с древесиной дуба			
		7 сутки	14 сутки	21 сутки	28 сутки
ацетальдегид	14.17±0.70	26.96±1.35	37.45±1.87	31.95±1.60	27.27±1.36
ацетон	0.51±0.03	1.64±0.08	1.74±0.09	1.69±0.08	1.54±0.08
этилформиат	28.31±1.42	5.98±0.30	6.25±0.31	6.00±0.30	5.34±0.27
этилацетат	183.8±9.19	352.4±17.62	395.0±19.75	411.3±20.56	327.2±16.36
метанол, % об.	0.0060±0.0003	0.0142±0.0007	0.0170±0.0008	0.0168±0.0008	0.0137±0.0007
2-пропанол	2.57±0.13	6.13±0.30	7.16±0.36	6.63±0.33	5.86±0.29
2-бутанол	0.58±0.03	1.04±0.05	1.86±0.09	1.61±0.08	1.32±0.07
1-пропанол	230.0±11.5	580.8±29.0	752.7±37.6	726.5±36.3	588.6±29.4
изобутанол	322.7±16.1	471.3±23.6	493.7±24.7	459.9±23.0	757.6±37.9
изоамилацетат	6.03±0.30	12.43±0.62	15.53±0.78	15.38±0.77	11.77±0.59
1-бутанол	1.85±0.09	5.03±0.25	6.76±0.34	6.28±0.31	5.20±0.26
изоамилол	333.6±16.7	903.1±45.2	1223.0±61.2	1142.5±57.1	917.6±45.9
1-пентанол	0.45±0.02	0.55±0.03	0.60±0.03	0.80±0.04	0.64±0.03
этиллактат	4.45±0.22	8.83±0.44	10.07±0.50	9.89±0.49	8.73±0.44
этилкаприлат	5.54±0.28	15.15±0.76	20.29±1.01	19.81±0.99	14.57±0.73
уксусная кислота	79.00±3.95	64.65±3.23	61.09±3.05	45.87±2.29	45.86±2.29
фурфурол	3.11±0.16	3.33±0.17	7.04±0.35	7.88±0.39	6.67±0.33
этилкапринат	14.49±0.72	42.70±2.12	59.28±2.96	55.54±2.78	42.56±2.13
этиллаурат	10.8±0.54	34.37±1.72	47.03±2.35	43.98±2.20	34.16±1.70
2-фенилэтанол	14.11±0.70	25.87±1.29	25.42±1.27	24.81±1.24	21.53±1.08
Сумма	1256.08	2562.28	3172.0	3018.34	2824.03

от времени выдержки и интенсивности термической обработки дубовой щепы. Установлено, что на долю ацетальдегида приходится от 0.93 до 1.15% от общей суммы идентифицированных летучих органических примесей, доля ацетона составляет 0.03-0.07%, доля этилформиата 0.19-2.25%, этилацетата 11.59-13.54%, 2-

пропанола 0.17-0.24%, 2-бутанола 0.04-0.05%, 1-пропанола 18.31-24.07%, изобутанола 14.91-26.34%, изоамилацетата 0.42-0.54%, 1-бутанола 0.15-0.21%, изоамилола 26.56-38.56%, 1-пентанола 0.02-0.04%, этиллактата 0.28-0.35%, этилкаприлата 0.44-0.66%, уксусной кислоты

Таблица 2. Состав летучих органических примесей модельного раствора DM
 Table 2. Composition of volatile organic impurities in the DM model solution

Аналит, мг/дм ³	Продолжительность контакта с древесиной дуба			
	7 сутки	14 сутки	21 сутки	28 сутки
ацетальдегид	24.16±1.31	33.23±1.66	33.16±1.66	27.90±1.40
ацетон	1.80±0.09	1.73±0.09	1.54±0.08	1.41±0.07
этилформиат	6.36±0.32	5.71±0.28	6.17±0.30	5.21±0.26
этилацетат	363.6±18.2	356.6±17.83	417.3±20.9	353.4±17.67
метанол, % об.	0.0141±0.0070	0.0159±0.0008	0.0168±0.0008	0.0140±0.0007
2-пропанол	6.10±0.31	6.89±0.34	7.35±0.37	4.98±0.25
2-бутанол	1.24±0.06	1.52±0.08	1.47±0.07	1.25±0.06
1-пропанол	590.0±29.5	694.3±34.7	736.0±36.8	606.31±30.3
изобутанол	480.0±24.0	453.4±22.7	463.7±23.2	786.2±39.3
изоамилацетат	12.90±0.64	13.92±0.69	16.78±0.84	12.94±0.65
1-бутанол	4.98±0.25	6.12±0.31	6.43±0.32	5.13±0.26
изоамилол	900.0±45.0	1133.8±56.7	1154.4±57.7	927.9±46.4
1-пентанол	0.50±0.03	0.53±0.03	0.63±0.03	0.48±0.02
этиллактат	8.74±0.44	9.5±0.48	10.56±0.53	8.49±0.42
этилкаприлат	15.57±0.78	18.3±0.92	19.71±0.98	15.57±0.78
уксус. кислота	74.92±3.75	72.0±3.60	67.44±3.37	71.71±3.58
фурфурол	3.40±0.17	6.75±0.34	7.68±0.38	6.70±0.33
этилкапринат	42.40±2.12	55.01±2.75	55.30±2.76	43.13±2.16
этиллаурат	51.26±0.51	69.79±3.49	51.7±2.58	42.36±2.12
2-фенилэтанол	22.24±1.11	23.22±1.16	25.15±1.26	21.02±1.05
Сумма	2610.18	2962.33	3082.48	2942.10

1.52-6.29%, фурфурола 0.13-0.33%, этил-каприната 1.15-1.87%, этиллаураат 0.86-2.32%, фенилэтанола 0.71-1.12%.

Ацетальдегид – продукт побочного метаболизма дрожжей *Saccharomyces cerevisiae* – грибов – сахаромикетов, используемых в производстве алкогольной продукции. Гликолиз является первым этапом спиртового брожения. Образовавшаяся пировиноградная кислота декарбоксилируется при участии декарбоксилазы в ацетальдегид, который затем восстанавливается до этанола. Повышенному образованию ацетальдегида способствует переработка острodefектного сырья, аэрация и повышение температуры брожения. Возможно образование ацетальдегида в качестве продукта окисления спиртов кислородом воздуха и некоторых вторичных реакций [23-25]. Ацетальдегид – бесцветная жидкость с запахом прелых яблок, умеренно токсичен, канцерогенен, представляет опасность для окружающей среды.

По экспериментальным данным (табл. 1-3) установлено, что диапазон варьирования массовых концентраций ацетальдегида для модельного раствора DL составил 26.96 – 37.45 мг/дм³, для DM 24.16-33.23 мг/дм³, для DS 26.24-35.81 мг/дм³. Максимальная концентрация 37.45 мг/дм³ обнаружена на 14 сутки в растворе DL, приготовленном с применением щепы слабой степени обжига, минимальная в образце контроля (D) 14,17 мг/дм³.

Ацетон в незначительных количествах может синтезироваться в ходе спиртового брожения как продукт метаболизма сахаромикетов, в более высоких концентрациях в результате ацетоно-бутилового брожения, вызываемого бактериями *Clostridium acetobutylicum* [23-25]. Ацетон вступает в химические реакции, характерные для кетонов, обладает способностью к окислению и восстановлению, вступает в реакции альдольной и кротоновой конденсации. При накоплении в

Таблица 3. Состав летучих органических примесей модельного раствора DS
 Table 3. Composition of volatile organic impurities in the DS model solution

Аналит, мг/дм ³	Продолжительность контакта с древесиной дуба			
	7 сутки	14 сутки	21 сутки	28 сутки
ацетальдегид	26.24±1.31	35.81±1.79	32.72±1.64	29.83±1.49
ацетон	1.70±0.08	2.33±0.12	2.27±0.11	1.61±0.08
этилформиат	5.90±0.30	6.95±0.35	6.85±0.34	5.69±0.28
этилацетат	345.0±17.3	381.0±19.1	386.9±19.3	330.0±16.5
метанол, % об.	0.0144±0.0007	0.0171±0.0008	0.0170±0.0008	0.0140±0.0007
2-пропанол	5.80±0.29	6.32±0.32	5.41±0.27	6.06±0.30
2-бутанол	1.11±0.05	1.59±0.08	1.48±0.07	1.14±0.06
1-пропанол	593.3±29.7	719.3±36.0	712.5±35.6	575.0±28.8
изобутанол	479.2±24.0	471.1±23.6	447.4±22.4	744.5±37.2
изоамилацетат	12.36±0.62	15.03±0.75	15.15±0.76	11.87±0.59
1-бутанол	5.10±0.25	6.60±0.33	6.09±0.30	4.92±0.25
изоамилол	924.4±46.2	1169.1±58.5	1119.5±56.0	889.9±44.5
1-пентанол	0.56±0.03	0.83±0.04	0.86±0.04	0.53±0.03
этиллактат	9.35±0.47	9.78±0.49	9.99±0.50	7.91±0.039
этилкаприлат	15.53±0.78	19.67±0.98	19.18±0.96	14.52±0.73
уксус. кислота	108.45±5.42	93.18±4.66	93.28±4.66	94.93±4.75
фурфурол	4.55±0.23	8.03±0.40	9.81±0.49	7.90±0.39
этилкапринат	44.2±2.21	56.28±2.81	54.6±2.73	40.95±2.08
этиллаурат	52.24±2.61	71.97±3.60	51.3±2.56	38.98±2.00
2-фенилэтанол	25.26±1.26	23.47±1.17	24.64±1.23	20.18±1.01
Сумма	2660.26	3098.36	2999.95	2826.43

высоких концентрациях в организме человека может приводить к развитию кетоацидоза.

Экспериментально установлен диапазон варьирования массовых концентраций ацетона в исследованных модельных растворах: для DL диапазон составил 1.54-1.74 мг/дм³, для DM 1.41-1.80 мг/дм³, для DS 1.70-2.33 мг/дм³ (табл. 1-3). Анализ данных выявил корреляцию между степенью термической обработки дубовой щепы и образованием ацетона. В максимальных концентрациях ацетон обнаружен в растворе, приготовленном с использованием щепы сильной степени обжига.

Метанол может образовываться при переработке растительного сырья из пектиновых веществ. Известно, что наибольшее количество метанола образуется при переработке картофеля в этанол, наименьшее при переработке зернового сырья [26]. Метанол токсичен, его допустимые концентрации в спиртных напитках регламентированы нормативными

документами. Важно отметить, что метанол по запаху практически не отличается от этилового спирта, поэтому его присутствие в спиртных напитках не оказывает влияния на дегустационную оценку.

Анализ полученных экспериментальных данных (табл. 1-3) позволил установить диапазоны варьирования метилового спирта в модельных растворах, которые составили от 0.014 до 0.017% об. При этом, зафиксировано значительное увеличение концентраций метанола в модельных растворах, более, чем в 2 раза, по сравнению с образцом контроля 0.006% об. Вероятно, термическая обработка дубовой щепы оказывает влияние на концентрацию метанола, вследствие разрушения клеток древесины и экстракции в модельный раствор пектина. Значимой корреляции со степенью термической обработки обнаружено не было. Колебания концентраций метанола в процессе выдержки модельных растворов в контакте с древесиной дуба, можно объяснить его участием в реакции этерификации.



Уксусная кислота обладает характерным резким уксусным запахом и кислым вкусом, однако, в малых концентрациях может смягчать горечь. Уксусная кислота известна как добавка E260 и используется в пищевой промышленности в качестве регулятора кислотности, консерванта. Может образовываться уксуснокислыми бактериями *Acetobacter*, которые получают энергию, окисляя этанол до уксусной кислоты. *Acetobacter* часто развиваются вслед за дрожжами, используя этиловый спирт, продуцируемый *Saccharomyces cerevisiae*, в качестве субстрата. Маслянокислые бактерии, такие как *Clostridium butyricum* и *Clostridium tyrobutyricum*, могут конкурировать с *Saccharomyces cerevisiae*, ассимилируя сахара с образованием масляной и уксусной кислот [23-28]. Уксусная кислота – нежелательная примесь, оказывающая негативное влияние на органолептические характеристики зерновых дистиллятов. Именно поэтому микробиологический контроль посторонней флоры очень важен при мониторинге процесса брожения.

Установлены диапазоны массовых концентраций уксусной кислоты: для DL диапазон составил 45.86-64.65 мг/дм³, для DM 67.44-72.0 мг/дм³, для DS 93.18-108.45 мг/дм³ (табл.1-3). Выявлена некоторая корреляция между степенью обжига древесины дуба и концентрациями уксусной кислоты в модельных растворах: наибольшие содержания обнаружены в образце DS приготовленном с использованием щепы сильной степени обжига. Колебания массовой концентрации уксусной кислоты в процессе выдержки модельных растворов на щепе, можно попытаться объяснить ее участием в реакции этерификации с образованием этилацетата. Согласно литературным данным, уксусная кислота может образовываться в процессе термической обработки древесины дуба и участвовать в синтезе фурфурола и муравьиной кислоты [4].

Фурфурол обладает приятным ароматом ржаного хлеба, характерен для спирта, полученного из зернового сырья, и не встречается в мелассном спирте [27]. Процесс образования фурфурола из растительного сырья состоит, прежде всего, в гидролизе содержащихся в нем пентозанов до пентоз, которые далее превращаются, в фурфурол. Выход фурфурола при каталитическом гидролизе пентозансодержащего сырья зависит от соотношения скорости следующих трех реакций: гидролиза пентозанов, дегидратации пентоз и распада фурфурола [4]. Фурфурол может образовываться при дистилляции зерновой бражки и при выдержке дистиллятов в контакте с древесиной дуба. Известно, что в состав древесины дуба входят пентозаны, которые в кислой среде гидролизуются до пентоз, которые затем дегидратируются до фурфурола. При окислении фурфурола могут образовываться муравьиная и фумаровая кислота [4].

На основе полученных экспериментальных данных установлены границы диапазонов массовых концентраций фурфурола: для DL от 3.33 до 7.88 мг/дм³, для DM 3.40-7.68 мг/дм³, для DS 4.55-9.81 мг/дм³ (табл. 1-3). Выявлена общая тенденция: во всех исследованных модельных растворах, на 21 сутки зарегистрированы максимальные концентрации, которые снижались на 28 сутки. Наибольшая концентрация фурфурола 9.81 мг/дм³ обнаружена в модельном растворе DS на 21 сутки, наименьшая концентрация 3.33 мг/дм³ зарегистрирована на 7 сутки в растворе DL, что вероятно, связано со степенью обжига щепы.

Сложные эфиры могут образовываться в процессе жизнедеятельности дрожжей сахаромикетов, вследствие реакций этерификации, протекающих при дистилляции браги и выдержки дистиллятов в контакте с древесиной дуба. Известно, что концентрация сложных эфиров в дистиллятах зависит от содержания кислот и спиртов, однако И.М. Скурихиным, экспериментально установлено, что

фактическая величина этерификации не превышает 35% от теоретически возможной [4].

В формировании органолептических свойств зерновых дистиллятов важная роль принадлежит эфирам: этилацетат в небольших концентрациях обладает приятным фруктовым ароматом, этилформиат имеет характерный запах рома, изоамилацетат обладает ярко выраженным ароматом груши и банана, этиллактат придает напиткам аромат рома, фруктов и крема, этилкаприлат – запах банана и прелого сена одновременно, этилкапринат имеет выраженный фруктово-цветочный аромат, этиллаурат – сладковатый аромат с цветочным оттенком [4]. В соответствии с нормативной документацией, эфиры определяют суммарно, с применением методов мокрой химии. Разработанная нами методика позволяет селективное определение этилформиата, этилацетата, изоамилацетата, этиллактата, этилкаприлата, этилкаприната, этиллаурата в зерновых дистиллятах.

Установлено, что в составе эфиров превалирует этилацетат в диапазоне концентраций 32.7-417.3 мг/дм³. Минимальные концентрации этилацетата найдены в образце контроля D 183.8 мг/дм³. Максимальные концентрации для всех модельных растворов зарегистрированы на 21 сутки, при этом наибольшие концентрации наблюдали в образцах, приготовленных с применением щепы слабой и средней степени термической обработки DL 411.34 мг/дм³, DM 417.29 мг/дм³, в образце, приготовленном с применением щепы сильной степени обжига DS отмечена наименьшая концентрация 386.87 мг/дм³.

Важно отметить, что цветочный аромат, высоко ценимый при дегустации зерновых дистиллятов, обусловлен содержанием энантового эфира. Большинство исследователей под термином «энантовый эфир» понимают сумму этиловых эфиров жирных кислот C₈, C₁₀ и C₁₂ – этилкаприлат, этилкапринат и этиллаурат, обладаю-

щих сходными, но сильно отличающимися по интенсивности ароматами. Считают, что этилкапринат является основным компонентом энантового эфира, а этилкаприлат обладает наиболее интенсивным ароматом.

Анализ данных таблиц 1-3 позволил установить диапазоны массовых концентраций энантовых эфиров: этилкапринат – для DL от 42.7 до 59,28 мг/дм³, для DM 42.4-55.30 мг/дм³, для DS 40.95-56.20 мг/дм³; этилкаприлат – для DL от 14.57 мг/дм³ до 20.29 мг/дм³, для DM 15.57-19.71 мг/дм³, для DS 15.53-19.67 мг/дм³; этиллаурат – DL от 34.16 до 47.03 мг/дм³, для DM 42.40-55.30 мг/дм³, для DS 38.98-71.97 мг/дм³. Минимальные массовые концентрации энантовых эфиров (этилкапринат 14.49 мг/дм³, этилкаприлат 5.54 мг/дм³, этиллаурат 10.08 мг/дм³), зарегистрированы для образца контроля D. Для модельных растворов DL, DM и DS наибольшие концентрации зафиксированы на 14 сутки, затем наблюдали тенденцию к снижению, на 28 сутки обнаруживали минимальные концентрации.

Колебания массовых концентраций эфиров в процессе выдержки зернового дистиллята в контакте с древесиной дуба, по-видимому, объясняется тем, что наряду с реакцией этерификации протекает и обратная реакция гидролиза. Известно, что сложные эфиры способны гидролизироваться как в щелочной, так и в кислой среде, при этом, реакция кислотного гидролиза является обратимой, поскольку образующиеся в ходе реакции кислота и спирт снова могут взаимодействовать между собой, образуя сложный эфир. В случае щелочного гидролиза, карбоновые кислоты могут превращаться в их соли, тем самым устраняя возможность протекания обратной реакции.

Высшие спирты синтезируются дрожжами-сахаромицетами, при этом, процесс синтеза обусловлен штаммом дрожжей, режимными параметрами процесса сбраживания и характеристиками зернового



сырья. Следует отметить, что при переработке остро дефектного сырья в больших количествах образуются изоамиловый, изобутиловый и пропиловый спирты, являющиеся компонентами сивушного масла [23-26]. Известно, что спирты, входящие в состав сивушного масла токсичны, имеют острый запах и жгучий вкус. Изоамиловый спирт раздражает слизистые оболочки дыхательных путей и провоцирует удушье и кашель, изобутиловый спирт вызывает раздражение слизистой глаз и кожных покровов, может иметь канцерогенное действие.

В производстве зерновых дистиллятов, в соответствии с нормативной документацией, высшие спирты определяют суммарно, с применением химических методов анализа. Разработанная нами методика позволяет дифференцированное определение 2-пропанола, 2-бутанола, 1-пропанола, изобутанола, 1-бутанола, изоамилола, 1-пентанола, 2-фенилэтанола. В образце контроля D (выдержанном дистилляте), среди высших спиртов, в наибольших концентрациях обнаружены изоамилол 333.6 мг/дм³, изобутанол 322.73 мг/дм³, 1-пропанол 229.97 мг/дм³. В процессе дополнительной выдержки массовые концентрации высших спиртов варьировали в широких пределах: на 7-14 сутки по сравнению с контролем во всех образцах наблюдалось увеличение, на 21-28 снижение.

Одной из желательных примесей, положительно влияющих на букет зерновых дистиллятов, является 2-фенилэтанол, обладающий ароматом розы с цветочно-медовыми оттенками. Установлено, что массовая концентрация фенилэтанола в модельных растворах по сравнению с контрольным вариантом D 14.11 мг/дм³ варьировала в зависимости от продолжительности выдержки и термической обработки дубовой щепы. Максимальные концентрации для DL и DS обнаружены на 7 сутки 25.87 мг/дм³ и 25.26 мг/дм³ соответственно, для DM на 21 сутки – 25.15 мг/дм³.

На следующем этапе исследований, с применением разработанных нами методик, исследован ионный состав модельных растворов. Границы относительной погрешности методик измерений при доверительной вероятности $P=0.95$ не более 5%. Содержание растворенных веществ и отдельных микроэлементов может оказывать как положительное, так и отрицательное влияние на органолептические характеристики напитков, в том числе и на стабильность при хранении.

Согласно данным научных источников, в водках и водках особых, хлориды в умеренных концентрациях создают мягкие тона послевкусия, нитраты придают неприятный горьковато-вяжущий привкус, сульфаты могут создавать устойчивую горечь во вкусе, фосфаты в зависимости от концентрации формируют либо кислый, либо неприятный мыльный привкус. Следует отметить, что влияние ионного состава на органолептические характеристики и стойкость при хранении выдержанных зерновых дистиллятов недостаточно изучено.

Показано, что выдержка зернового дистиллята в контакте с древесиной дуба различной степени термической обработки оказывает влияние на ионный состав (табл. 4-6, рис.2).

В целях изучения технологических процессов выдержки зерновых дистиллятов в контакте с древесиной дуба, выявления причин и химической сущности процессов осадкообразования и помутнений, несомненный интерес представляют кислоты, являющиеся промежуточными продуктами цикла Кребса, идентифицированные в зерновых дистиллятах в виде анионов органических кислот: оксалатов, формиатов, фумаратов, тартратов, малатов, цитратов, сукцинатов, гликолятов, ацетатов, лактатов.

Анализируя экспериментальные данные, можно сделать вывод, что среди анионов преобладают ацетаты, при этом максимальные концентрации в диапазоне

Таблица 4. Анионный состав образца D и модельного раствора DL
 Table 4. Anionic composition of sample D and model solution DL

Аналит, мг/дм ³	D	Продолжительность контакта с древесиной дуба			
		7 сутки	14 сутки	21 сутки	28 сутки
хлориды	2.94±0.15	2.74±0.14	3.23±0.16	3.04±0.15	3.93±0.20
нитраты	0.22±0.01	0.23±0.01	0.25±0.01	0.23±0.01	0.23±0.01
сульфаты	2.50±0.13	2.24±0.11	2.37±0.12	2.19±0.11	2.28±0.11
оксалаты	0.80±0.04	0.39±0.02	0.25±0.01	0.23±0.01	0.18±0.009
формиаты	2.92±0.15	2.75±0.14	2.96±0.15	2.79±0.14	2.87±0.14
тарtrato	2.54±0.13	2.40±0.12	2.42±0.12	2.74±0.14	2.38±0.12
малаты	0.36±0.02	0.40±0.02	0.43±0.02	0.50±0.03	0.41±0.02
цитраты	не обнаружено	не обнаружено	не обнаружено	0.46±0.02	0.21±0.01
сукцинаты	0.65±0.03	0.69±0.03	0.72±0.04	0.63±0.03	0.70±0.03
гликоляты	0.47±0.02	0.40±0.02	0.47±0.02	0.49±0.02	0.45±0.02
ацетаты	101.0±5.1	99.0±1.95	102.3±5.11	94.1±4.70	98.5±4.92
лактаты	не обнаружено	не обнаружено	1.47±0.07	0.39±0.02	2.22±0.11
фосфаты	0.65±0.03	0.68±0.03	не обнаружено	0.51±0.02	0.33±0.02
бензоаты	не обнаружено	0.54±0.02	не обнаружено	0.62±0.03	0.65±0.03
сумма	115.01	112.42	116.85	108.92	115.34

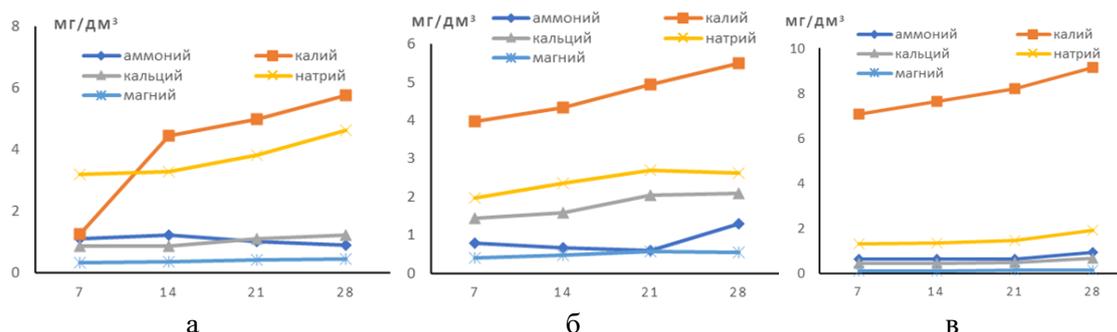


Рис. 2. Динамика катионного состава модельных растворов: а) DL, б) DM, в) DS
 Fig. 2. Dynamics of the cationic composition of model solutions: a) DL, b) DM, c) DS

120.1-127.1 мг/дм³ обнаружены в модельном растворе DS, что подтверждает влияние степени термической обработки дубовой щепы, использованной при приготовлении модельного раствора. В значительно меньших концентрациях в модельных растворах обнаружены тартраты, формиаты, сульфаты, хлориды.

В модельном растворе DS обращает внимание повышенное содержание гликолятов. Присутствие гликолятов массовой концентрацией 0.47 мг/дм³ в образце контроля D можно объяснить метаболизмом спиртовых дрожжей. Важно отметить, что гликолевая кислота не является

характерной для древесины дуба, она характерная для хвойных пород [16]. Вполне вероятно, что показатель «массовая концентрация гликолятов» может служить одним из маркеров качества промышленной дубовой щепы, применяемый для выдержки дистиллятов, в целях выявления подмешивания к дубовой щепе щепы древесины хвойных пород. Выдвинутая гипотеза носит предположительный характер и требует проведения дополнительных исследований.

Важной проблемой производства спиртных напитков являются помутнения и осадки. Стабильная прозрачность

Таблица 5. Анионный состав модельного раствора DM

Tab. 5. Anionic composition of the DM model solution

Аналит, мг/дм ³	Продолжительность контакта с древесиной дуба			
	7 сутки	14 сутки	21 сутки	28 сутки
хлориды	3.17±0.16	3.05±0.15	2.93±0.15	3.87±0.19
нитраты	0.24±0.01	0.22±0.01	0.21±0.01	0.22±0.01
сульфаты	2.30±0.11	2.19±0.11	2.10±0.10	2.26±0.11
оксалаты	0.34±0.02	0,27±0,01	0,15±0,007	0,11±0.005
формиаты	3.08±0.15	3.22±0.16	3.01±0.15	3.11±0.15
тарtratoы	2.41±0.12	2.45±0.12	2.64±0.13	2.34±0.12
малаты	0.60±0.03	0.60±0.03	0.76±0.04	0.67±0.03
цитраты	1.24±0.06	1.08±0.05	1.86±0.09	1.54±0.08
сукцинаты	0.75±0.04	0.72±0.04	0.53±0.03	0.60±0.03
гликоляты	0.40±0.02	0.52±0.03	0.49±0.02	0.55±0.03
ацетаты	101.2±5.06	101.9±5.10	92.3±4.60	98.2±4.91
лактаты	не обнаружено	1.41±0.07	0.39±0.02	2.20±0.11
фосфаты	0.78±0.04	не обнаружено	0.77±0.04	0.66±0.03
бензоаты	0.86±0.04	не обнаружено	0.53±0.03	0.81±0.04
сумма	117.41	117.59	108.7	117.13

характеризует не только внешний вид продукта, но и отсутствие различных включений и потенциальных помутнений. Катионный состав зерновых дистиллятов представляет несомненный интерес, так как повышенные содержания кальция и магния могут являться причиной осадкообразования. Известно, что катионы кальция и магния могут образовывать соли с фосфатами и сульфатами. Экспериментально установлено, что массовые концентрации катионов колеблются в достаточно широких диапазонах (рис. 2).

Показано, что суммарное содержание идентифицированных катионов варьировало в диапазоне от 6.80 до 12.99 мг/дм³. Анализ суммарных содержаний позволил выявить некоторые зависимости. Наименьшие суммарные массовые концентрации катионов для всех исследованных модельных растворах обнаружены на 7 сутки контакта с древесиной дуба, максимальные на 28 сутки, что может быть объяснено экстракцией катионов, содержащихся в древесине. На 7 сутки суммарная концентрация катионов в модельных растворах DL, DM и DS состав-

ляла 6.80, 8.57 и 9.70 мг/дм³ соответственно. На основании вышеизложенного, вполне логичен вывод о корреляции степени термической обработки и содержания катионов, однако, на 21 сутки суммарные концентрации практически сравнялись и составили 11.41, 10.85 и 11.05 мг/дм³ соответственно. На 28 сутки, тенденция к нарастанию концентраций во всех модельных растворах сохранилась и составила для DL 12.99 мг/дм³, для DM 12.08 мг/дм³ и DS 12.93 мг/дм³.

Наименьшие доли к общей сумме идентифицированных катионов приходятся на кальций и магний (рис. 3). Установлено, что по сравнению с образцом контроля D (63%), модельных растворах DL и DM доля калия уменьшилась и колебалась в диапазоне для DL 18-44 %, для DM 46-45%. В модельном растворе DS доля калия увеличилась и варьировала в диапазоне 71-75%. Соотношение аммония, калия, кальция, натрия и магния к общей сумме идентифицированных катионов представлено на рисунке 3.

В наибольших концентрациях обнаружены калий и натрий в диапазонах 1.26-

Таблица 6. Анионный состав модельного раствора DS
 Tab. 6. Anionic composition of the DS model solution

Аналит, мг/дм ³	Продолжительность контакта с древесиной дуба			
	7 сутки	14 сутки	21 сутки	28 сутки
хлориды	3.23±0.16	3.26±0.16	3.07±0.15	4.38±0.22
нитраты	0.23±0.01	0.23±0.01	0.21±0.01	0.26±0.01
сульфаты	2.38±0.12	2.51±0.12	2.24±0.11	2.44±0.12
оксалаты	0.72±0.04	0.59±0.03	0.42±0.02	0.40±0.02
формиаты	3.57±0.18	3.94±0.20	3.61±0.18	3.81±0.19
тарtratoы	2.41±0.12	2.47±0.12	2.60±0.13	2.50±0.12
малаты	0.41±0.02	0.39±0.02	0.46±0.02	0.36±0.02
цитраты	не обнаружено	0.33±0.02	0.95±0.05	0.43±0.02
сукцинаты	1.91±0.09	2.14±0.11	1.77±0.09	1.96±0.10
гликоляты	3.10±0.15	3.30±0.16	3.09±0.15	3.11±0.15
ацетаты	126.4±6.32	127.1±6.35	120.12±6.0	124.3±6.21
лактаты	не обнаружено	0.67±0.03	не обнаружено	1.02±0.05
фосфаты	1.33±0.07	1.40±0.07	1.48±0.07	1.40±0.07
бензоаты	2.89±0.14	3.40±0.17	2.79±0.14	3.68±0.18
сумма	148.62	151.77	142.85	150.08

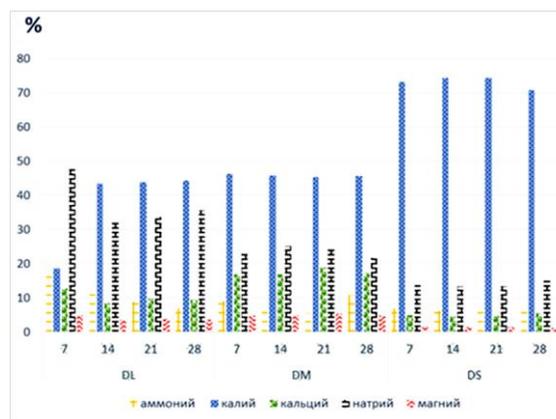


Рис. 3. Доля калий и натрия (%) к общей сумме идентифицированных катионов
 Fig. 3. The proportion of potassium and sodium (%) to the total amount of identified cations

9.16 мг/дм³ и 1.14-4.64 мг/дм³ соответственно. Между процентными содержаниями калия и натрия обнаружена некоторая корреляция: в модельных растворах, в которых обнаружены максимальные доли калия, зафиксированы минимальные доли натрия (рис.3). Известно, что калий и натрий являются щелочными металлами, схожи по химическим свойствам и относятся к числу самых распространенных элементов. Вполне вероятно, что найденная корреляция объясняется участием в различных химических реакциях.

Следует отметить, что в модельном растворе DL зафиксированы наибольшие

доли натрия на протяжении всего периода наблюдений. Более того, на 7 сутки в модельном растворе DL обнаружена минимальная доля калия 19% и максимальная доля натрия 48%, при этом, на 14 сутки доля калия увеличилась и составила 44%, для натрия уменьшилась и составила 32%.

В производстве дубовых бочек и дубовой щепы, предназначенных для выдержки дистиллятов, используют технологические приемы, позволяющие обеспечить лучшее экстрагирование специфических компонентов древесины. Известны следующие виды обработки: термическая (древесину выдерживают при



0 – не воспринимается, 1 – слабо воспринимается, 2 – довольно слабо воспринимается, 3 – средне воспринимается, 4 – довольно сильно воспринимается, 5 – сильно воспринимается
Рис. 4. Лепестковая диаграмма, демонстрирующая характеристики аромата модельных растворов

Fig. 4. Petal diagram showing the aroma characteristics of model solutions

высоких температурах), кислотно-щелочная (обработку проводят 1% раствором кальцинированной соды, после выдерживают в 2% растворе серной кислоты, затем промывают водой), замачивание в водно-спиртовом растворе, комбинированная обработка [6]. Вполне вероятно, что повышенное содержание калия обусловлено использованием производителем щепы технологических приемов улучшения свойств древесины.

Изучение ароматообразующих композиций зерновых дистиллятов представляет значительные трудности, поскольку они могут содержать до нескольких десятков химических соединений. Сенсорная (органолептическая) оценка потребительских свойств пищевых продуктов, в том числе и алкогольных напитков, проводимая с помощью органов чувств человека известна как наиболее древний и широко распространенный способ определения качества. Построение органолептического профиля может осуществляться по кластерам, среди которых значимое место занимают дескрипторы аромата и вкуса.

Сравнительная оценка сенсорных характеристик образца контроля D и модельных растворов DL, DM и DS на 28 сутки показала, что использование дополнительной выдержки в контакте с древесиной дуба заметно повышало органолептические характеристики зерновых

дистиллятов. Лучшую характеристику получил модельный раствор DS, выдержанный на дубовой щепе сильной степени термической обработки (рис. 4).

Модельный раствор DS отличался более сложным ароматом с ярко выраженными оттенками, включающими ноты изюма, чернослива, шоколада, мускатного ореха, корицы, древесины, переплетающимися с нотами мешковины, выделанной кожи и старых книг, подчеркивающими яркую индивидуальность. Вкус полный, гармоничный, бархатистый с оттенками сухофруктов, шоколада и длительным приятным послевкусием, посторонние привкусы отсутствовали.

Таким образом, в результате обогащения зернового дистиллята компонентами древесины дуба и химическим превращением, протекающими в процессе созревания напитка, улучшены его потребительские характеристики. Необходимо отметить, что перспективным направлением развития в области формирования органолептических профилей напитков, являются исследования с использованием интеллектуального датчика – «электронного носа» для идентификации запахов.

Заключение

С применением методов газовой хроматографии, хромато-масс-спектромет-

рии и капиллярного электрофореза исследован состав зерновых дистиллятов в процессе выдержки в контакте с древесиной дуба слабой, средней и сильной степени термической обработки. Получены новые экспериментальные данные относительно содержания 48 целевых аналитов в модельных растворах, приготовленных с использованием дубовой щепы различной степени термической обработки. Показано, что выдержка в контакте с древесиной дуба различной степени термической обработки оказывает влияние на состав летучих органических примесей и ионный состав зерновых дистиллятов.

Проведенное исследование может служить основой для углубленного изучения химического состава зерновых дистиллятов, что позволят изучить процессы, происходящие в ходе выдержки зерновых дистиллятов, объяснить химические реакции. Работы в данном векторе позволят внести вклад в развитие фундаментальных основ аналитической химии и разра-

ботать новые, управляемые технологические процессы производства виски, обеспечивающие получение напитка с заданным химическим составом. Развитие данного направления исследований будет способствовать реализации государственной политики импортозамещения в области спиртных напитков, приготовленных на основе зерновых дистиллятов.

Все вышесказанное в полной мере согласуется с целями и задачами, указанными в государственных программах РФ: «Стратегия развития пищевой и перерабатывающей промышленности в РФ на период до 2030 г.», Доктрина продовольственной безопасности Российской Федерации на период до 2030 г.» и др.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет известных финансовых конфликтов интересов или личных отношений, которые могли бы повлиять на работу, представленную в этой статье.

Список литературы/References

1. Rimareva L.V., Overchenko M.B., Serba E.M. Conversion of wheat and corn grain polymers under the influence of phytolytic and proteolytic enzymes. *Agricultural biology*. 2021; 56(2): 374-383. <https://doi.org/10.15389/agrobiology.2021.2.374rus>
2. Gvelesiani R.K., Pisarnitsky A.F., Zhuchkov E.A., Barannikova E.L., Rubenia T.Yu. On the issue of whiskey production in Russia. *Production of alcohol and alcoholic beverages*. 2005; 4:18.
3. Nikitina S.Yu., Shakhov S.V., Gordienko A.S. Experience in introducing a new technology for the joint production of rectified ethyl alcohol and alcohol distillate from fermented grain raw materials. *Food industry*. 2020; 4: 10-15. <https://doi.org/10.24411/2072-9650-2020-10037>
4. Skurikhin I.M. On the chemical processes that occur during aging of cognac spirits in oak barrels. *Winemaking and viticulture of the USSR*. 1960; 1: 8-15.
5. Krikunova L.N., Dubinina E.V. On the issue of assessing the quality of distillates from starch-containing raw materials. *Polzunovsky Bulletin*. 2018; 4:45-49. <https://doi.org/>

10.25712/ASTU.2072-8921.2018.04.009

6. Novikova I.V., Agafonov G.V., Yakovlev A.N., Chusova A.E. Technological design of the production of alcoholic beverages. *Publishing house Lan. Saint Petersburg*. 2015. 384 p.

7. Eliseev M.N., Belkin Yu.D., Lakutina O.V., Kosareva O.A. Light rum - quality and consumer properties. *Beer and drinks*. 2021; 1: 21-25. <https://doi.org/10.24412/2072-9650-2021-1-0005>

8. Rudakov O.B., Nikitina S.Yu. Trends in analytical quality control of drinking ethanol. *Analytics and control*. 2017; 21(3): 180-196. <https://doi.org/10.15826/analitika.2017.21.3.010>

9. Lichev V.I. Development of technology for obtaining extract from oak wood. M., TSNIITEI Food Industry. 1977. 40 p.

10. Oganesyants L.A., Peschanskaya V.A., Krikunova L.N., Dubinina E.V., Alieva G.A. The influence of distillation speed on the process of obtaining grain distillate. *Beer and drinks*. 2016; 4: 28-30.

11. Peschanskaya V.A., Krikunova L.N., Dubinina E.V. The influence of the duration of



heating of fermented wort on the yield and quality characteristics of grain distillates. *Beer and drinks*. 2016; 3: 36-39.

12. Dzhanpoladyan L.M. Collection of works of the Armenian Research Institute of Viticulture, Winemaking and Fruit Growing. Yerevan. 1957: 5-19.

13. Krikunova L.N., Dubinina E.V., Sviridov D.A., Tomgorov S.M. Methodology for optimizing distillation modes based on criteria for assessing product quality. *Equipment and technology of food production*. 2023; 53(2): 326-334. <https://doi.org/10.21603/2074-9414-2023-2-2437>

14. Eliseev M.N., Neverov F.A., Gribkova I.N. Study of the quality of Irish whiskey sold on the Russian market. *Beer and drinks*. 2021; 3: 20-25. <https://doi.org/10.52653/PIN.2021.3.3.004>

15. Borodulin D.M., Sergeeva I.Yu., Permyakova L.V., Golovacheva Ya.S. Study of the influence of mechanically activated water on the composition of young whiskey distillates. News from universities. *Food technology*. 2023; 9: 76-82 <https://doi.org/10.26297/0579-3009.2023.4.13>

16. Okolo C.A., Kilcawley K.N., O'Connor C. Recent advances in whiskey analysis for authentication, discrimination, and quality control. *Compr Rev Food Sci Food Saf*. 2023; 22(6): 4957-4992. <https://doi.org/10.1111/1541-4337.13249>

17. Guerrero-Chanivet M, Valcárcel-Muñoz MJ, García-Moreno MV, Guillén-Sánchez DA. Characterization of the Aromatic and Phenolic Profile of Five Different Wood Chips Used for Ageing Spirits and Wines. *Foods*. 2020; 9(11): 1613. <https://doi.org/doi:10.3390/foods9111613>

18. Tarko T, Krankowski F, Duda-Chodak A. The Impact of Compounds Extracted from Wood on the Quality of Alcoholic Beverages. *Molecules*. 2023; 28(2): 620.

<https://doi.org/10.3390/molecules28020620>

19. Shelekhova N.V., Shelekhova T.M., Skvortsova L.I. Methods of gas chromatography, capillary electrophoresis, gas chromatography-mass spectrometry and information technologies in the analytical control of alcoholic beverages. *Food industry*. 2021; 9: 63-64. <https://doi.org/10.52653/PPI.2021.9.9.028>

20. Shelekhova N.V. Express method for the determination of volatile organic impurities in distilled alcoholic beverages based on a combination of GC/FID and GC/MSD. *Sorbtsionnye i khromatograficheskie protsessy*. 2022; 22(1): 58-68. <https://doi.org/10.17308/sorpchrom.2022.22/9021> (In Russ.)

21. Shelekhova N.V. Determination of volatile organic impurities in whiskey by gas chromatography-mass spectrometry. *Equipment and technology of food production*. 2022; 52(4): 787-796. <https://doi.org/10.21603/2074-9414-2022-4-2406>

22. Shelekhova N.V. Express method for determining anions in alcoholic beverages based on the EC-CD combination. *Sorbtsionnye i khromatograficheskie protsessy*. 2023; 23(2): 199-215. <https://doi.org/10.17308/sorpchrom.2023.23/11144>

23. Gryaznov V.P. Practical guide to alcohol rectification. *Food industry*. 1968, 191p.

24. Tsygankov P.S., Tsygankov S.P. Guide to alcohol rectification. *Pishchepromizdat*. 2001; 400.

25. Stabnikov V.N. Distillation and rectification of ethyl alcohol. *Food industry*. 1969; 456.

26. Klimovsky D.N. Malting. *Pishchepromizdat*. 1942; 24.

27. Malchenko A.L., Krishtul F.B., Skirstymonsky A.I. Phosphorus nutrition of yeast during the fermentation of molasses into alcohol. *Pishchepromizdat*. 1954; 36.

Информация об авторах / Information about the authors

Н.В. Шелехова – д.т.н., заведующая лабораторией хроматографии ВНИИПБТ – филиала ФГБУН «ФИЦ питания и биотехнологии», Москва, Россия

N.V. Shelekhova – doctor of technical sciences, Head of the Laboratory of chromatography, Russian Research Institute of Food Biotechnology is a Branch of Federal Research Center of Food, Biotechnology and Food Safety, Moscow, Russian Federation, e-mail: 4953610101@mail.ru

Статья поступила в редакцию 20.03.2024; одобрена после рецензирования 04.06.2024; принята к публикации 05.06.2024.

The article was submitted 20.03.2024; approved after reviewing 04.06.2024; accepted for publication 05.06.2024.