

# Влияние регулируемых параметров выдержки коньячных дистиллятов на процессы их созревания

Ольга Алексеевна Чурсина<sup>1</sup>, д-р техн. наук, гл. науч. сотр. лаборатории коньяка, olal45@mail.ru, тел. (3654) 23-40-95; Людмила Алексеевна Легашева<sup>1</sup>, мл. науч. сотр. отдела технологии вин и коньяков, lusi2402@gmail.com; Марина Николаевна Простак<sup>2</sup>, главный технолог, marina-kokt@mail.ru

<sup>1</sup> Федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Всероссийский национальный научно-исследовательский институт виноградарства и виноделия «Магарач» РАН», 298600, Россия, Республика Крым, г. Ялта, ул. Кирова, 31

<sup>2</sup> ООО «КД «Коктебель», 292187, Россия, Республика Крым, г. Феодосия, пгт. Щebetовка, ул. Ленина, 27

Качество коньяков формируется на протяжении всего периода их производства и в значительной степени зависит от условий выдержки коньячных дистиллятов. Основными процессами, которые протекают при созревании коньячных дистиллятов, являются экстракционные и окислительно-восстановительные с участием танинов дубовой клепки и компонентов дистиллятов, продукты превращения которых участвуют в формировании букета и вкуса коньяка. Проблемой качества коньяков с выдержкой 3-5 лет является доминирование сивушных тонов в букете, что связано с недостаточной степенью трансформации высших спиртов изоамиловой группы. В связи с этим являются актуальными исследования, посвященные изучению окислительно-восстановительных процессов в коньячных дистиллятах при их выдержке. В настоящей публикации представлены результаты исследований процессов созревания коньячных дистиллятов, выдержанных в контакте с дубовой клепкой в моделируемых условиях. Выявлены закономерности влияния регулируемых параметров (удельная поверхность дубовой клепки, температура) на содержание летучих примесей, в том числе высших спиртов, и органолептическую оценку коньячных дистиллятов. Показано, что на начальном этапе выдержки процессы экстракции преобладают над окислительно-восстановительными, что приводит к накоплению в коньячных дистиллятах фенольных веществ, представленных, в основном, мономерными формами. Их увеличение сопровождалось усилением интенсивности окислительных процессов, характеризуемых возрастанием ОВ-потенциала, доли полимерных форм фенольных веществ, оптических характеристик (интенсивности окраски и показателя желтизны) и обогащением коньячных дистиллятов альдегидами и летучими кислотами. Показано, что органолептическая оценка коньячных дистиллятов возрастает с увеличением срока выдержки, но существенно зависит от регулируемых параметров. Сокращению сроков созревания коньячных дистиллятов способствовало увеличение удельной площади поверхности дубовой клепки, что обусловило возрастание массовой концентрации фенольных соединений, в основном за счет мономерных форм, и интенсивности окислительно-восстановительных процессов. Увеличение массовой концентрации высших спиртов в коньячных дистиллятах приводило к возрастанию интенсивности окислительно-восстановительных процессов без количественного изменения высших спиртов, однако сроки выдержки коньячных дистиллятов при этом возрастали.

**Ключевые слова:** экстракция; окислительно-восстановительные процессы; танины дуба; летучие примеси; высшие спирты; удельная площадь поверхности дубовой клепки.

## Как цитировать эту статью:

Чурсина О.А., Легашева Л.А., Простак М.Н. Влияние регулируемых параметров выдержки коньячных дистиллятов на процессы их созревания // Магарач. Виноградарство и виноделие, 2019; 21(1). С. 70-74

## How to cite this article:

Chursina O.A., Legasheva L.A., Prostak M.N. The impact of regulated brandy distillate aging parameters on the processes of their maturation // Magarach. Viticulture and Winemaking, 2019; 21(1). pp. 70-74.

УДК 663.241.058.2:663.5.002/006.354

Поступила 29.01.2019

Принята к публикации 11.02.2019

©Авторы, 2019

## ORIGINAL ARTICLE

# The impact of regulated brandy distillate aging parameters on the processes of their maturation

Olga Alekseevna Chursina<sup>1</sup>, Ludmila Alekseevna Legasheva<sup>1</sup>, Marina Nikolaevna Prostak<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Federal State Budget Scientific Institution All-Russian National Research Institute of Viticulture and Winemaking Magarach of RAS, 31 Kirova Str., 298600 Yalta, Republic of Crimea, Russia

<sup>2</sup> OOO KD Koktebel, 27 Lenina Str., 292187, urban type settlement Schebetovka, Feodosia, Republic of Crimea, Russia

The quality of brandy is formed throughout the entire period of its production and largely depends on the brandy distillate aging conditions. Extraction and redox processes involving oak stave tannins and distillate components are the primary processes occurring during brandy distillate maturation. Their derivatives are involved in the cognac bouquet and taste formation. The problem affecting the quality of brandies aged for 3-5 years is the predominance of fusel tones in the flavour due to insufficient transformation of higher isoamyl alcohols. Thus, studies examining redox processes occurring in brandy distillates during their aging are of pressing concern at this time. This publication synthesizes study results on brandy distillate maturation processes aged in contact with an oak stave in simulated conditions. Some patterns have been revealed of the effect of controlled parameters (specific surface area of the oak stave, temperature) on the volatile impurities' content, including higher alcohols, and organoleptic assessment of brandy distillates. It has been demonstrated that at the initial stage of the aging, extraction prevails over redox processes, which leads to phenolic substances accumulation in brandy distillates represented mainly by monomeric forms. Increase in their content was accompanied by intensification of the oxidative processes characterized by rising of the OM potential, the proportion of polymeric forms of phenolic substances, optical characteristics (colour intensity and yellowness index) and enrichment of brandy distillates with aldehydes and volatile acids. It is shown that organoleptic evaluation of brandy distillates goes up with an increase in the aging time, but significantly depends on the controlled parameters. Increasing specific surface area of the oak stave shortened the brandy distillate maturation period, thus increasing mass concentration of phenolic compounds, mostly made up of monomeric forms, and the intensity of the redox processes. An increase in the mass concentration of higher alcohols intensified the redox processes in brandy distillates without changing the quantity of higher alcohols. This, however, increased the aging time for brandy distillates.

**Key words:** extraction; redox processes; oak tannins; volatile impurities; higher alcohols; oak stave specific surface area.

**Введение.** Основным критерием качества коньяков являются его органолептические свойства, которые формируются на протяжении всего периода производства коньяков, и в значительной степени зависят от условий выдержки коньячных дистиллятов. Созревание коньячных дистиллятов при выдержке сопровождается рядом физико-химических процессов, основными из которых являются экстракционные и окислительно-восстановительные

с участием танинов дубовой клепки и компонентов дистиллятов, продукты превращения которых участвуют в формировании букета и вкуса коньяка [1, 2]. Интенсивность окислительных процессов зависит от многих факторов: объемной доли этилового спирта и состава летучих примесей дистиллятов, температуры, длительности выдержки, степени извлечения и состава экстрактивных компонентов древесины дуба, содержания кислорода и металлов, катализирующих окислительно-восстановительные процессы, величины рН и др. [1-7].

Инициатором окислительно-восстановительных процессов при выдержке коньячного дистиллята выступают танины, экстрагируемые из дубовой клепки [5, 8]. Учитывая их важную роль в процессах созревания, технологическими требованиями регулируется не только площадь поверхности дубовой клепки при выдержке, но и содержание приведенного экстракта в коньяках, который должен составлять не менее 0,5-0,6 г/дм<sup>3</sup> [9]. Для обеспечения этого уровня экстрактивных веществ в готовом продукте в коньячном производстве вследствие высокой изношенности бочкового парка практикуется интенсивное обогащение молодых дистиллятов танинами при их контакте с древесиной дуба в условиях повышенных температур (при дистилляции виноматериалов, тепловой обработке дистиллятов и т.д.) [10]. При этом существует высокий риск того, что нерегулируемая интенсификация окислительно-восстановительных процессов в дистиллятах может привести к формированию посторонних тонов, не свойственных натуральным коньякам [1-5].

Острым вопросом в обеспечении качества коньяков с выдержкой 3-5 лет является незавершенность в установленные сроки выдержки коньячных дистиллятов процессов их созревания, что связано с недостаточной степенью трансформации высших спиртов изоамиловой группы С<sub>4</sub>-С<sub>5</sub> (изомеров бутанола и пентанола), доминирование которых в букете дистиллята сообщает ему «незрелые» сивушные тона и оказывает негативное влияние на его органолептические показатели. С увеличением сроков выдержки этот тон трансформируется, резкость коньячного дистиллята в букете и во вкусе снижается. Однако, учитывая низкую скорость процессов созревания при выдержке коньячного

**Таблица.** Схема постановки опыта  
**Table.** Experiment design

Показатели	Образец				
	Контроль	№ 1	№ 2	№ 3	№ 4
Удельная площадь поверхности клепки, см <sup>2</sup> /дм <sup>3</sup>	–	70-80	140-150		
Содержание высших спиртов, мг/100 см <sup>3</sup> б.с.	320,0	320,0	510,0	320,0	510,0

дистиллята, для этого требуется не менее 7-10 лет [11]. По мнению ряда авторов, содержание высших спиртов в коньячных дистиллятах возраста 3-5 лет следует ограничивать до 300 мг/дм<sup>3</sup> [3, 12].

В связи с этим являются актуальными исследования, направленные на изучение окислительно-восстановительных процессов в присутствии танинов древесины дуба и влияния их на качество коньячных дистиллятов с целью регулирования процессов их созревания.

Целью работы явилось изучение влияния регулируемых параметров выдержки коньячных дистиллятов на процессы их созревания.

#### Материалы и методы исследований

Материалами исследований являлись образцы коньячных дистиллятов с объемной долей этилового спирта 65,0%, выдержанные в контакте с дубовой клепкой в условиях интенсификации окислительных процессов (температура 40°С, продолжительность 180 дней). Варьируемыми параметрами являлись массовая доля высших спиртов в коньячных дистиллятах, которая составила 320,0 мг/100 см<sup>3</sup> б.с. (образцы № 1, 3) и 510,0 мг/100 см<sup>3</sup> б.с. (образцы № 2, 4), а также удельная площадь поверхности клепки при выдержке коньячных дистиллятов: 70-80 см<sup>2</sup>/дм<sup>3</sup> (образцы № 1, 2) и 140-150 см<sup>2</sup>/дм<sup>3</sup> (образцы № 3, 4) (таблица).

В качестве контроля служили образцы коньячного дистиллята с массовой концентрацией высших спиртов 320,0 мг/100 см<sup>3</sup> б.с., не контактировавшие с древесиной дуба, и выдержанные при повышенной (40°С) температуре. Отбор проб для анализа осуществляли не менее 2 раз в мес.

При выполнении экспериментальных работ использовали физико-химические методы анализа [13]: массовую концентрацию фенольных веществ, а также мономерных и полимерных форм фенольных веществ – колориметрическим методом; оценку состояния окисленности фенольных соединений – методом потенциометрического титрования по показателям прироста потенциала ( $\Delta E_h = E_1 - E_2$ ), удельного прироста потенциала ( $\omega = \Delta E_h / V$ ) и показателю окисляемости фенольных веществ ( $W = \Delta E_h / C_\phi$ ); значение величины рН – потенциометрическим методом; оптические характеристики – колориметрическим методом. Массовую концентрацию пирогалловых гидроксильных групп определяли колориметрическим методом с использованием железо-тарtratoного реактива [1]. Анализ ароматобразующего комплекса осуществляли методом ГХ с использованием газового хроматографа Agilent Technology 6890 с масс-спектрометрическим детектором.

Органолептическую оценку опытных образцов коньячных дистиллятов проводили с привлечением дегустационной комиссии ФГБУН «ВНИИВиВ «Магарач» по десятибалльной шкале. Результаты проведенных исследований систематизировали, обрабатывали методами математической статистики с применением программного обеспечения компьютерных технологий.

#### Результаты и их обсуждение

Исследование динамики массовой концентрации фенольных веществ показало, что на начальном этапе выдержки в моделируе-

мых условиях (40°C) процессы экстракции преобладают над окислительно-восстановительными (рис. 1).

В образцах № 1 и № 2 массовая концентрация общих фенольных веществ к концу выдержки достигла уровня 440-450 мг/дм<sup>3</sup> с превалированием доли мономерных форм (85%). При этом содержание полимерных форм возрастало, превысив в 1,5-2 раза их исходный уровень. С увеличением удельной площади поверхности клепки в 2 раза (до 140-150 см<sup>2</sup>/дм<sup>3</sup>) содержание общих фенольных веществ увеличилось (в 1,3-1,4 раза), при этом доля мономерных форм повысилась до 90%, а доля полимерных форм после их значительного роста (1,8-4 раза) на 30-60-е сутки несколько снизилась. Повышение массовой концентрации высших спиртов с 320 мг/100 см<sup>3</sup> б.с до 510 мг/100 см<sup>3</sup> б.с не оказало заметного влияния на степень извлечения фенольных соединений и соотношение полимерных и мономерных форм.

Увеличение содержания танинов дуба сопровождалось снижением величины рН коньячных дистиллятов до 3,8-3,9 ед. к концу выдержки (рис. 2). При этом динамика показателя практически не зависела ни от удельной площади поверхности клепки, ни от массовой концентрации высших спиртов в исследуемом диапазоне. О протекающих в этот период окислительных процессах свидетельствует повышение ОВ-потенциала и снижение показателя окисляемости, который характеризует вклад единицы фенольных веществ в изменение ОВ-потенциала.

Изменение показателей интенсивности окраски соответствовало динамике массовой концентрации фенольных веществ (рис. 3). Анализ показателя желтизны, оцени-

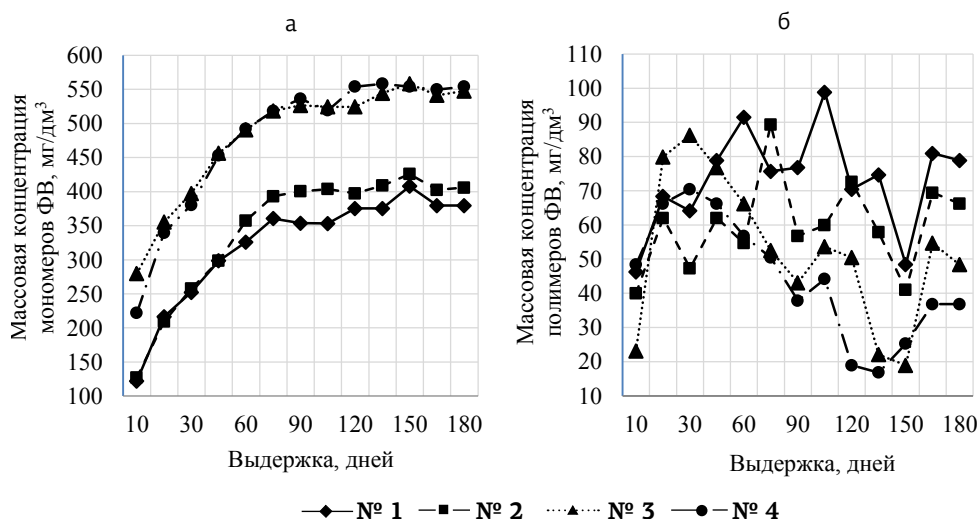


Рис. 1. Динамика массовой концентрации мономерных (а) и полимерных (б) форм фенольных веществ в образцах коньячных дистиллятов № 1-4 при выдержке  
Figure 1. Behaviour of mass concentration of monomeric (a) and polymeric (b) forms of phenolic substances in brandy distillate samples № 1-4 during aging

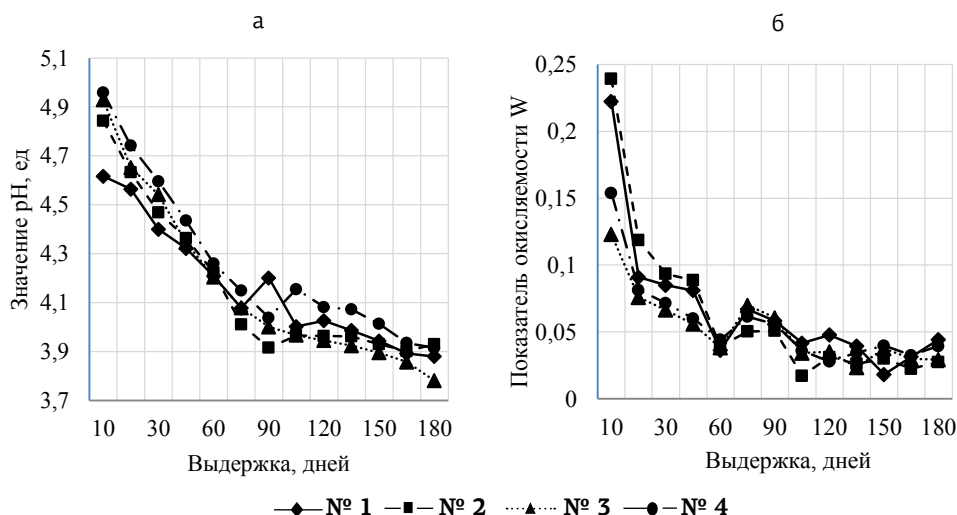


Рис. 2. Динамика величины рН (а) и показателя окисляемости W (б) коньячных дистиллятов № 1-4 при выдержке  
Figure 2. pH value (a) and oxidation value W (b) dynamics of brandy distillate samples № 1-4 during aging

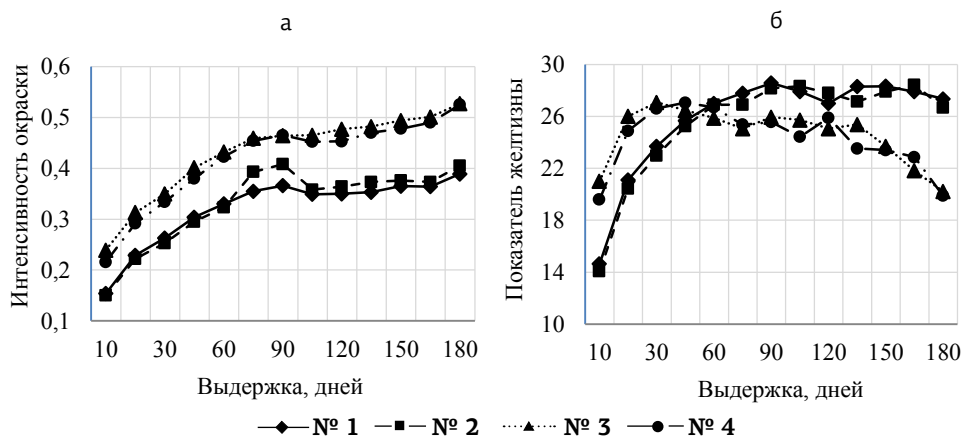
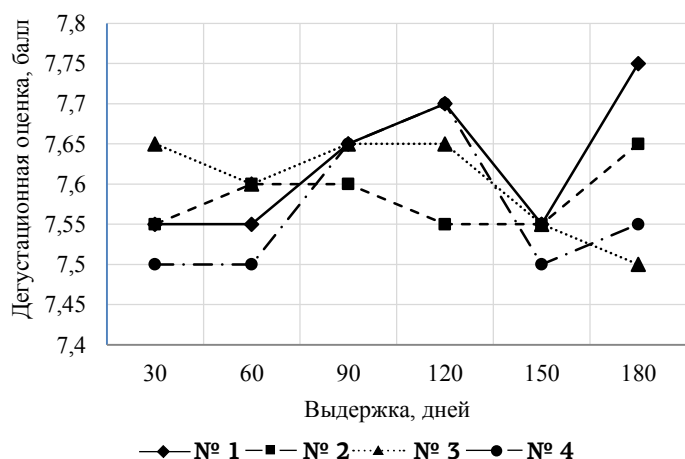


Рис. 3. Динамика показателей интенсивности окраски (а) и желтизны (б) коньячных дистиллятов № 1-4 при выдержке  
Figure 3. Colour intensity (a) and yellowness (b) indices dynamics of brandy distillate samples № 1-4 during aging



**Рис. 4.** Динамика органолептической оценки коньячных дистиллятов № 1-4 при выдержке

**Figure 4.** Organoleptic assessment dynamics of brandy distillate samples № 1-4 during aging

вающего вклад коричневых и желтых пигментов в окраску коньячных дистиллятов, показал, что в образцах № 1 и № 2 тенденция его изменения также совпала с динамикой массовой концентрации фенольных веществ, однако в образцах № 3 и № 4 показатель имел тенденцию к снижению, что связано с изменением соотношения форм фенольных веществ в сторону возрастания доли слабо окрашенных мономерных форм фенольных веществ и снижением – интенсивно окрашенных полимерных форм.

Об участии экстрагируемых из клепки танинов в ОВ-процессах свидетельствует возрастание в опытных образцах, по сравнению с контролем, содержания летучих компонентов, в первую очередь, альдегидов в среднем в 1,5-2,5 раза и летучих кислот – в 1,1-1,4 раза, что обусловлено окислением этанола до ацетальдегида и уксусной кислоты. Минимальный прирост альдегидов наряду с максимальным содержанием уксусной кислоты отмечен в образце № 2, что свидетельствует о высокой интенсивности окислительных реакций в системе этанол → ацетальдегид → уксусная кислота. И, напротив, максимальный прирост альдегидов в образце № 1, сопряженный с минимальным содержанием уксусной кислоты, указывает на более низкую скорость окислительных процессов по сравнению с другими образцами.

Динамика и высокий уровень исследуемых летучих компонентов у образцов № 3 и № 4, идентичных образцу № 2, позволяет предположить, что увеличение содержания высших спиртов, а также фенольных соединений дубовой клепки в коньячных дистиллятах приводит к более высокой интенсивности протекания процессов окисления. При этом содержание высших спиртов в опытных образцах при выдержке не изменилось.

Органолептическая оценка коньячных дистиллятов показала, что при выдержке качество образцов возрастало, однако сроки их созревания в значительной мере определялись регулируемыми параметрами (рис. 4). Наиболее короткий срок созревания (30 дней) отмечен в образце № 3. Достигнутый им уровень качества оставался стабильным до 120 сут. выдержки, а затем снижался:

во вкусе появлялась выраженная горечь дуба. Более длительный период времени (90 дней) для созревания потребовался образцу № 4, отличающегося от предыдущего повышенным содержанием высших спиртов.

Качественные показатели образца № 1 при выдержке возрастали и по истечении 180 сут. достигли максимального уровня – 7,75 балла. Образец характеризовался зрелыми тонами с легкими цветочными и травянистыми нотами в букете и вкусе. Наиболее длительными сроками созревания отмечен образец № 2, характеризующийся низкой удельной площадью поверхности клепки, но высоким содержанием высших спиртов, уступавший по качеству образцу № 1 (7,65 балла). Оценивая полученные результаты, можно отметить, что с увеличением содержания высших спиртов сроки созревания коньячных дистиллятов также возрастают (в 1,5-3 раза), а с повышением удельной площади поверхности дубовой клепки – снижаются (в 2-4 раза).

### Выводы

В результате проведенных исследований выдержки коньячных дистиллятов в моделируемых условиях выявлены закономерности процессов их созревания, которые существенно зависят от содержания летучих примесей и удельной площади поверхности дубовой клепки. Показано, что с повышением удельной площади поверхности дубовой клепки возрастает экстракция фенольных соединений, преимущественно в мономерной форме, и интенсифицируются ОВ-процессы, что приводит к обогащению коньячных дистиллятов альдегидами и летучими кислотами. При этом сроки созревания коньячных дистиллятов сокращаются. Увеличение содержания высших спиртов способствует усилению ОВ-процессов с участием танинов дубовой клепки в системе этанол → ацетальдегид → уксусная кислота без количественного их изменения и удлиняет сроки созревания коньячных дистиллятов.

### Источники финансирования

Работа выполнена в рамках Государственного задания (№0833-2019-0012).

### Financing source

The study was conducted under public assignment (№0833-2019-0012).

### Конфликт интересов

Авторы статьи подтвердили отсутствие конфликта интересов, о котором необходимо сообщить.

### Conflict of interests

Not declared.

### Список литературы / References

1. Скурихин И.М. Химия коньяка и бренди. – М.: Дели Принт, 2005. – 296 с.
2. Skurihin I.M. *Himiya kon'yaka i brendi* [The chemistry of cognac and brandy production]. М.: Deli Print, 2005, 296 p. (in Russian)
3. Родопуло А.К., Егоров И.А. Химия и биохимия коньячного производства. М.: Агропромиздат, 1988. – 194 с.
4. Rodopulo A.K., Egorov I.A. *Himiya i biokhimiya kon'yachnogo*

- produktstva*. [Chemistry and bio-chemistry of brandy production]. M.: Agropromizdat Publ., 1988, 194 p. (in Russian)
3. Хибахов Т.С. Основы технологии коньячного производства России. – Новочеркасск, 2001. – 159 с.
  - Hiabahov T.S. *Osnovy tekhnologii kon'yachnogo proizvodstva Rossii* [The basics of brandy production technology in Russia]. Novocherkassk, 2001, 159 p. (in Russian)
  4. Урсул О.Н., Алексанян К.А., Ткачук Л.А. Сырьевые и технологические факторы выдержки коньячных спиртов // Пищевая промышленность: наука и технологии. Беларусь, 2012, №1 (15). – С 8-15.
  - Ursul O.N., Aleksanyan K.A., Tkachuk L.A. *Syr'evye i tekhnologicheskie faktory vyderzhki kon'yachnykh spirtov* // *Pishchevaya promyshlennost': nauka i tekhnologii*. Belarus. 2012, №1 (15), pp. 8-15. (in Russian)
  5. Vivas N. Les oxydations et les r ductions dans les mo ts et les vins / N. Vivas. – Ed. Fkret, Bordeaux, 1999. – 164 p.
  6. Семененко Н.Т. Совершенствование технологии коньяков на основе объективной оценки качества: автореф. дис. ... д-ра техн. наук: спец. 05.18.07 «Технология продуктов брожения алкогольных и безалкогольных напитков». Ялта, 1992. – 39 с.
  - Semenenko N.T. *Sovershenstvovaniye tekhnologii konyakov na osnove obyektivnoy otsenki kachestva*: Author's abstract of Dr. Techn. Sci. Diss.: discipline 05.18.07 "Tekhnologiya produktov brozheniya alkohol'nykh i bezalkogol'nykh napitkov" [Fermentation product technology for alcoholic and non-alcoholic beverages]. Yalta, 1992, 39 p. (in Russian)
  7. Соболев Э.М., Кухно А.И., Боярский В.М. Влияние спиртуозности и кислотности коньячных спиртов на экстракцию танидного комплекса древесины дуба // Известия ВУЗов. Пищевая технология. –1995, № 5-6. – С. 50-51.
  - Sobolev E.M., Kuhno A.I., Boyarskiy V.M. *Vliyanie spirtuoznosti i kislotnosti kon'yachnykh spirtov na ekstraktsiyu tanidnogo kompleksa drevesiny duba* // *Izvestiya VUZov Publ. Pishchevaya tekhnologiya* [Food technology], 1995, № 5-6, pp. 50-51. (in Russian)
  8. Чурсина О.А., Легашева Л.А., Загоруйко В.А. Исследование окислительно-восстановительных процессов в водно-спиртовых средах в присутствии танинов дуба // «Магарач». Виноградарство и виноделие. – 2016, № 2. – С. 31-34.
  - Chursina O.A., Legasheva L.A., Zagoruyko V.A. *Issledovanie oksiditelno-vosstanovitelnykh protsessov v vodno-spirtovykh sredakh v prisutstvii taninov duba* // *Magarach. Vinogradarstvo i vinodelie* [Magarach. Viticulture and Winemaking]. 2016, № 2, pp. 31-34. (in Russian)
  9. ГОСТ 31732-2014 Коньяк. Общие технические условия. – Введ. 01.07.2015. – М.: Стандартинформ, 2015. – 6 с.
  - GOST 31732-2014 *Kon'yak. Obshchie tekhnicheskie usloviya* [Cognac. General technical specifications], introduced 01.07.2015. M.: Standartinform Publ., 2015, 6 p. (in Russian)
  10. Сборник технологических инструкций, правил и нормативных материалов по винодельческой промышленности / Под ред. Г.Г. Валуйко. – М.: Агропромиздат, 1985. – 512 с.
  - Sbornik tekhnologicheskikh instruktsiy, pravil i normativnykh materialov po vinodel'cheskoy promyshlennosti* [A collection of standard operation procedures, rules and regulations in wine industry], edited by G.G. Valuyko. M.: Agropromizdat Publ., 1985, 512 p. (in Russian)
  11. Мартыненко Э.Я. Технология коньяка. – Симферополь: Таврида, 2003. – 320 с.
  - Martynenko E.Ya. *Tekhnologiya kon'yaka* [Brandy technology]. Simferopol: Tavrida Publ., 2003, 320 p. (in Russian)
  12. Простак М.Н. Совершенствование технологии производства коньячных спиртов на основе их фракционирования и ускоренного созревания: автореф. дис. ... к-та техн. наук: спец. 05.18.05 «Технология сахаристых веществ и продуктов брожения». Ялта, 2014. – 21 с.
  - Prostak M.N. *Sovershenstvovaniye tekhnologii proizvodstva konyachnykh spirtov na osnove ih fraktsionirovaniya i uskorennoy sozrevaniya*: author's abstract of Cand. Techn. Sci. Diss. discipline 05.18.05 "Tekhnologiya sabaristykh veshchestv i produktov brozheniya" [Technology of sweetening substances and fermentation products]. Yalta, 2014, 21 p. (in Russian)
  13. Методы теххимического контроля в виноделии / Под ред. В.Г. Гержиковой. – Симферополь: Таврида, 2009. – 303 с.
  - Metody tekhnobimicheskogo kontrolya v vinodelii* [Technological control methods in winemaking], edited by V.G. Gerzhikova, Simferopol: Tavrida Publ., 2009, 303 p. (in Russian)