

На правах рукописи

ОСЕЛЕДЦЕВА Инна Владимировна

**НАУЧНОЕ ОБОСНОВАНИЕ И РАЗВИТИЕ МЕТОДОЛОГИИ
КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА КОНЬЯЧНЫХ ДИСТИЛЛЯТОВ И КОНЬЯКОВ**

05.18.01 – Технология обработки, хранения и переработки
злаковых, бобовых культур, крупяных продуктов,
плодоовощной продукции и виноградарства

Автореферат

диссертации на соискание ученой степени
доктора технических наук

Краснодар – 2017

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном научном учреждении «Северо-Кавказский зональный научно-исследовательский институт садоводства и виноградарства» (ФГБНУ СКЗНИИСиВ)

Официальные
оппоненты: **Мишиев Павел Ягутилович,**
доктор технических наук,
АО «Дербентский коньячный комбинат»,
генеральный директор

Короткова Татьяна Германовна,
доктор технических наук, доцент,
ФГБОУ ВО «Кубанский государственный технологический университет», кафедра Безопасности жизнедеятельности,
профессор

Новикова Инна Владимировна,
доктор технических наук, доцент,
ФГБОУ ВО «Воронежский государственный университет инженерных технологий», кафедра Технологии бродильных и сахаристых производств,
профессор

Ведущая
организация: ФГБОУ ВО "Майкопский государственный технологический университет"

Защита состоится «05» октября 2017 г. в 10⁰⁰ часов на заседании диссертационного совета Д 006.056.01 в ФГБНУ «Северо-Кавказский зональный научно-исследовательский институт садоводства и виноградарства» по адресу: 350901, г. Краснодар, ул. им. 40-летия Победы, 39.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте ФГБНУ «Северо-Кавказский зональный научно-исследовательский институт садоводства и виноградарства» <http://www.kubansad.ru>.

Автореферат разослан «__» _____ 2017 г.

Отзывы на автореферат в двух экземплярах, заверенные печатью организации, с указанием почтового адреса, телефона, электронной почты и сайта организации, фамилии, имени, отчества, должности лица, подготовившего отзыв, просим направлять ученому секретарю диссертационного совета по адресу: 350901, г. Краснодар, ул. им. 40-летия Победы, 39; тел./факс 8(861)257-57-02, e-mail: kubansad@kubannet.ru

Ученый секретарь
диссертационного совета Д 006.056.01,
канд. с.-х. наук

В.В. Соколова

1 ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ*

Актуальность темы и степень ее разработанности. Комплексный контроль качества коньяка в первую очередь направлен на предотвращение поступления на рынок недоброкачественной продукции, оборотом которой наносится существенный экономический, имиджевый и социальный ущерб государству. По мнению производителей коньяка, это также приводит к вытеснению с рынка добросовестных изготовителей, влечет за собой снижение доверия потребителя к отечественной продукции и негативно влияет на формирование культуры потребления алкоголя в целом. Одним из путей решения актуальных задач, направленных на обеспечение надлежащего уровня качества находящейся в обращении алкогольной продукции, является развитие методологии контроля качества и совершенствование на этой основе системы контроля качества продукции. Такая система должна стать существенным элементом стратегии развития отрасли в целом, реализация которой в конечном итоге должна обеспечивать защиту и поддержку добросовестного отечественного изготовителя. В современных условиях, в рамках программы импортозамещения, данный подход особо актуален. Развитие методологии контроля качества коньячной продукции должно быть направлено на повышение эффективности схем исследования химического состава и свойств коньячных дистиллятов и коньяков в целях подтверждения подлинности и выявления признаков фальсификации.

Значительный вклад в разработку методик контроля качества коньяков и дистиллятов, вырабатываемых на основе виноградного сырья, внесли Н.М.Агеева, Е.И. Кузьмина, В.П. Курченко, З.А. Мамакова, А.М. Муратшин, Л.А. Оганесянц, А.Л. Панасюк, С.А. Савчук, Н.М. Сисакян, И.М. Скурихин, Э.М. Соболев, Т.С. Хибахов, В.Б. Шаргородский, Ю.Ф. Якуба, R. Santagrel, J.Ledauphin, D. Picque, A. Rapp и др. Теоретической и практической базой при контроле качества коньячной продукции являются результаты глубоких исследований процессов, происходящих на различных стадиях производства. В этой связи особый интерес и огромную научную значимость представляют работы Р.В. Аванесьянца, Г.Г. Агабальянца, Д.М. Гаджиева, Л.М. Джанполадяна, И.А. Егорова, А.Д. Лашхи, С.М. Манской, В.М. Малтабара, Э.Я.Мартыненко, В.А. Маслова, П.Я. Мишиева, Е.Л. Мнджояна, В.И. Нилова, Л.А. Оганесянца, Ц.Л. Петросян, А.К. Родопуло, Н.Г. Саришвили, М.С. Сачаво, Н.Т. Семененко, И.М. Скурихина, Е.А. Crowell, J.-L Puech, J.R. Piggot, I. Caldeira, S. Canas и др.

*Автор выражает глубокую благодарность д-ру техн. наук, проф. Соболеву Э.М., д-ру техн. наук, проф. Агеевой Н.М., д-ру техн. наук Аванесьянцу Р.В., д-ру с.-х. наук, проф. Гугучкиной Т.И.

Вместе с тем следует отметить недостаточную проработанность ряда существенных аспектов затронутой проблемы, а также отсутствие решений комплексного характера в вопросах подтверждения подлинности и выявления признаков фальсификации коньячной продукции.

Таким образом, исследования, направленные на совершенствование контроля качества коньячных дистиллятов и коньяков, являются по-прежнему весьма актуальными.

Цель и задачи исследований. Цель исследований – научное обоснование и развитие методологии контроля качества коньячной продукции, базирующегося на дифференциальной оценке совокупности контролируемых показателей, обеспечивающего подтверждение подлинности коньячных дистиллятов и коньяков и выявление в них признаков фальсификации.

В соответствии с поставленной целью решались следующие задачи:

- сформулировать и теоретически обосновать концепцию контроля качества коньячной продукции, базирующегося на дифференциальной оценке расширенной совокупности контролируемых показателей коньячных дистиллятов и коньяков;
- обосновать подход к выбору дополнительных критериев и показателей контроля качества коньячных дистиллятов и коньяков;
- раскрыть закономерности формирования состава коньячной продукции, положенные в основу выбора дополнительных критериев контроля качества;
- сформировать комплекс аналитических методик определения содержания критериальных компонентов в коньячной продукции;
- усовершенствовать методику органолептической оценки коньячной продукции на основе применения сенсорного профильного метода;
- осуществить комплексную оценку химического состава и органолептических свойств эталонных (базовых) коньячных дистиллятов и коньяков, выработанных в разных географических зонах, и с использованием методов математической статистики обосновать адекватность предлагаемого комплекса дополнительных критериев контроля качества;
- оценить влияние доминирующих факторов типичности на вариабельность содержания критериальных летучих примесных и экстрагируемых компонентов в коньячной продукции и обосновать выбор единичных контролируемых критериальных компонентов состава;
- обосновать выбор расчетных показателей контроля качества коньячной продукции на базе оценки влияния доминирующих факторов типичности на вариабельность

бельность соотношений концентраций критериальных летучих примесных и экстрагируемых компонентов;

- сформировать номенклатуру дополнительных показателей контроля качества коньячных дистиллятов и коньяков с определением их соответствия оцениваемым факторам (подфакторам) типичности коньячной продукции;

- усовершенствовать систему контроля качества коньячных дистиллятов и коньяков.

Научная новизна. В результате завершено комплексного теоретического исследования сформулирована и обоснована концепция контроля качества коньячных дистиллятов и коньяков, базирующегося на дифференциальной оценке расширенной совокупности контролируемых показателей коньячной продукции. Предложен механизм формирования расширенной номенклатуры показателей контроля качества коньячных дистиллятов и коньяков, основанный на последовательной реализации качественного и количественного подходов, включающий применение методов математической статистики с целью вскрытия взаимосвязей между существенными признаками: хозяйство-изготовитель (комплексный признак, рассматриваемый как совокупность агроэкологического и технологического факторов), срок выдержки (категория), органолептическая оценка, концентрация и соотношение концентраций определенной совокупности компонентов, с последующей оценкой влияния доминирующих факторов типичности на вариабельность значений контролируемых показателей.

По результатам исследования эталонных коньячных дистиллятов и коньяков, выработанных в разных географических зонах, установлены общие закономерности и выявлены тенденции в накоплении легколетучих примесных и экстрагируемых компонентов в коньячной продукции.

Впервые теоретически обоснована и экспериментально подтверждена целесообразность использования соотношения концентраций 1-пропанола и метанола для выявления фальсификаций, обусловленных разбавлением дистиллятов с высоким содержанием метанола спиртом-ректификатом в целях снижения доли метанола в готовой продукции.

Впервые теоретически обосновано и экспериментально подтверждено, что доминирующим фактором, оказывающим влияние на соотношение концентраций изоамилового и изобутилового спиртов в коньячной продукции, является «перегонка (дистилляция)». Обосновано использование показателя спирт/изобутиловый спирт для определения диапазона концентраций этилового спирта (% об.) в дистилляте, полученном сразу после завершения перегонки.

Предложен механизм биосинтеза изобутилового и изоамилового спиртов в процессе брожения виноградного сусла при непосредственном внесении валина и α -аланина.

Показана целесообразность нормирования верхнего предела концентраций 1,2-пропандиола в коньячной продукции на уровне до 5,0 мг/дм³.

Впервые по результатам исследования состава выдержанных коньячных дистиллятов и коньяков выявлены общие тенденции в накоплении экстрагируемых компонентов и установлен характерный период «максимума накопления» с последующим снижением концентраций экстрагируемых компонентов. Данный эффект наблюдается в процессе длительной выдержки коньячных дистиллятов в контакте с древесиной дуба (до 40 лет). Выявлены индивидуальные «пики накопления» фенольных альдегидов в период выдержки от 22 до 27 лет, фенольных кислот – от 25 до 30 лет, сахаров – от 20 до 30 лет.

Научно обоснована и экспериментально подтверждена целесообразность оценки качества осуществления процесса выдержки коньячных дистиллятов в контакте с древесиной дуба на основе комплексного анализа с введением следующих расчетных показателей: сумма бензойных альдегидов/сумма коричных альдегидов, сумма бензойных альдегидов/сумма фенольных кислот, дубильные вещества/общий экстракт, (галловая кислота/дубильные вещества) $\times 100$.

Предложен обоснованный подход к контролю качества коньячных дистиллятов и коньяков, предусматривающий интегрированную оценку качества коньячных дистиллятов и коньяков с дифференциацией по факторам (подфакторам) типичности: диапазон концентраций (% об.) этилового спирта в дистилляте, полученном после перегонки (косвенно способ дистилляции); качество и вид первичного сырья; использование некоторых видов синтетических ароматизаторов и добавок; контакт коньячного дистиллята с древесиной дуба; использование ускоренных способов активации дубовой древесины (косвенно длительность выдержки).

Предложен способ формирования базы данных органолептических свойств коньячных дистиллятов и коньяков, базирующийся на использовании сенсорного профильного метода анализа, с введением расчетного показателя *Частота идентификации оттенков* (букета, цвета, вкуса) для оценки продукции, вырабатываемой в разных географических зонах.

Теоретическая и практическая значимость. Теоретическое значение диссертационного исследования состоит в создании научно обоснованной концепции современного подхода к решению актуальных проблем контроля каче-

ства коньячной продукции, а также в развитии и увеличении научных знаний о закономерностях формирования покомпонентного состава коньяка.

По результатам исследований сформирована база данных, включающая расширенные органолептические характеристики и накопительные профили, данные покомпонентного состава летучих примесных и экстрагируемых компонентов и данные по расчетным показателям, характерные для эталонной коньячной продукции, выработанной в разных географических зонах стран СНГ и ЕС. Разработана методическая база для контроля качества коньячной продукции: СТО 00668034-032-2011 «Коньячные дистилляты. Методика определения качественного и количественного состава легколетучей фракции ароматических компонентов газохроматографическим методом» (Свидетельство об аттестации 125-01.00218-2011; ФР.1.31.2011.11238); СТО 00668034-030-2011 «Коньячные дистилляты. Методика измерений содержания ароматических альдегидов и кислот методом капиллярного электрофореза» (Свидетельство об аттестации №12-01.00218-2011; ФР.1.31.2011.11241); СТО 00668034-031-2011 «Методика измерений «Коньячные дистилляты. Методика измерений содержания дубильных веществ титриметрическим методом» (Свидетельство об аттестации №124-01.00218-2011; ФР.1.31.2011.11237); СТО 00668034-027-2011 «Методика оценки подлинности российских коньяков методом капиллярного электрофореза» (Свидетельство об аттестации № 113-01.00218-2011; ФР.1.31.2011.11239); «Сборник методических рекомендаций по комплексному использованию методов установления компонентного состава коньячных дистиллятов с целью подтверждения подлинности» (Краснодар, ГНУ СКЗНИИСиВ Россельхозакадемии, 2011г.); «Методические рекомендации по контролю качества коньячных дистиллятов и коньяков» (Краснодар, ФГБНУ СКЗНИИСиВ, 2016 г.). Усовершенствована система контроля качества коньячных дистиллятов и коньяков.

Научная и практическая значимость исследований подтверждена государственными контрактами на выполнение научно-исследовательских работ (ГК № 37 от 14.06.2011 г. и ГК № 65 от 10.05.2011г.). Результаты исследований апробированы и внедрены в практику «Центрального экспертно-криминалистического таможенного управления Экспертно-криминалистическая служба – региональный филиал Центрального экспертно-криминалистического таможенного управления» (г. Ростов-на-Дону), Научного центра «Виноделие» ФГБНУ СКЗНИИСиВ (г. Краснодар), Центра качества вина НИИ Биотехнологии и сертификации пищевой продукции ФГБОУ ВО «Кубанский государственный аграрный университет имени И.Т. Трубилина» (г. Краснодар). Основные положения усовершенствованной методики регулярно апробируются на

семинарах и курсах повышения квалификации, организуемых в ФГБНУ СКЗ-НИИСиВ и Краснодарском филиале Академии стандартизации, метрологии и сертификации (Учебная). Методические разработки используются для оценки качества продукции в рамках хозяйственной деятельности с предприятиями ОАО «Фанагория», ООО «Коньячный завод «Темрюк», ЗАО «Новокубанское», ЗАО «Вино-коньячный комбинат «Русь», ООО «Объединенные Пензенские ЛВЗ», ОАО «Махачкалинский винзавод», ОАО «Цимлянские вина», ЗАО «МОСАЗЕРВИНЗАВОД», ОАО Агрофирма «Жемчужина Ставрополя», ООО ЛВЗ «Фортуна» и др.

Экономический эффект от внедрения усовершенствованной системы в практику контролирующих организаций определяется увеличением поступлений в бюджет от налоговых сборов и акцизов с добросовестных производителей за счет вытеснения с рынка поставщиков фальсифицированной продукции; снижением материального ущерба, понесенного приобретателями недоброкачественной продукции; повышением эффективности производства за счет снижения издержек. Социальный эффект разработки заключается в формировании инструментов, направленных на обеспечение безопасности товара для жизни и здоровья потребителей, повышение конкурентоспособности отечественных коньяков, поддержку добросовестных изготовителей, повышение престижа российской винодельческой продукции. Расчетный экономический эффект от внедрения элементов системы контроля качества в схему производственного контроля трех-пятилетних коньяков составил 43-56 руб. на бутылку (0,5 дм³) в ценах 2016 года. Дополнительная прибыль достигается за счет улучшения качества выпускаемой продукции и складывается из увеличения объемов реализации за счет снижения доли забракованной продукции и повышения репутационных характеристик; снижения внешних затрат на несоответствие (расходы по возврату продукции и снижение контрактных цен на последующие поставки); повышения отпускных цен на продукцию гарантированного качества.

Методология исследований базируется на выборе и обосновании комплекса средств и методов получения и обработки экспериментальных данных с применением логических операций (сравнение, анализ, синтез, абстрагирование и обобщение), обеспечивающих решение поставленных в работе задач и достижение цели исследований.

Научная концепция диссертационной работы заключается в раскрытии новых закономерностей последовательного формирования состава летучих примесных и экстрагируемых компонентов в коньячной продукции с учетом влияния доминирующих факторов типичности, развития методологических ос-

нов контроля качества и совершенствовании методической базы для оценки химического состава и органолептических свойств коньячных дистиллятов и коньяков, положенных в основу разработки усовершенствованной системы контроля качества коньячной продукции.

Основные положения, выносимые на защиту:

1. Научно-обоснованная концепция контроля качества коньячных дистиллятов и коньяков, базирующегося на дифференциальной оценке расширенной совокупности контролируемых показателей.

2. Методическая база для определения концентрации критериальных компонентов состава и органолептических свойств коньячной продукции.

3. Комплекс дополнительных критериев и показателей контроля качества коньячных дистиллятов и коньяков.

4. Усовершенствованная система контроля качества коньячных дистиллятов и коньяков, базирующаяся на дифференциальной оценке расширенной совокупности контролируемых показателей, позволяющая осуществлять подтверждение подлинности коньячных дистиллятов и коньяков и выявлять в них признаки фальсификации.

Степень достоверности и апробация результатов. Достоверность полученных результатов обеспечивается использованием методов испытаний, установленных в действующих нормативных документах, а также современных аттестованных методик, поверенных приборов и оборудования с проведением сличительных испытаний, с применением методов математической статистики. Научные положения и выводы, сформулированные в диссертации, обоснованы результатами теоретических исследований, базирующихся на многократных экспериментальных данных, аргументированы, согласуются с данными, представленными в современной научной литературе, и не противоречат положениям мировой науки.

Основные положения и результаты работы доложены и обсуждены на ежегодных отчетных сессиях ФГБНУ СКЗНИИСиВ; международных научно-практических конференциях, семинарах и форумах: «Оптимизация технологических параметров, структуры агроценозов и регламентов возделывания плодовых культур винограда» (Краснодар, 2008); «Современные проблемы техники и технологии пищевых производств» (Барнаул, 2008); «Оценка качества, подлинности и безопасности винодельческой продукции» в рамках 14-ой Международной специализированной выставки «Вина и напитки» (Краснодар, 2011); «Инновационные направления в пищевых технологиях» (Пятигорск, 2012); «Инновационные технологии в пищевой и перерабатывающей промыш-

ленности» (Краснодар, 2012); «Современные проблемы криминалистической экспертизы материалов, веществ и изделий» (Краснодар, 2012); «Новации в современных технологиях возделывания плодово-ягодных культур и винограда» (Краснодар, 2015); «Инновации в индустрии питания и сервисе» (Краснодар, 2016); «Качество, безопасность и техническое регулирование» (Краснодар, InnoWineRussia-2017).

Публикации. Основное содержание диссертационной работы отражено в 75-ти печатных работах, в том числе 3-х монографиях, 35-ти научных статьях, опубликованных в ведущих российских научных периодических изданиях, включенных в Перечень ВАК при Минобрнауки России для публикации результатов диссертационных исследований, получено 5 патентов Российской Федерации на изобретения.

Объем и структура диссертации. Диссертационная работа состоит из введения; пяти глав, включающих литературный обзор, объекты и методы исследований, основные результаты и заключение; списка литературы из 511 источников, в том числе 224 на иностранных языках; 25 приложений. Основной текст работы изложен на 339 страницах, содержит 63 таблицы и 53 рисунка.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **Введении** обоснована актуальность темы исследования и степень ее разработанности, сформулированы цель, задачи исследований, изложены научная новизна, научная концепция, теоретическая и практическая значимость, методология исследований, положения, выносимые на защиту, степень достоверности и апробация результатов.

1 Современные направления в области исследования состава и контроля качества коньячной продукции

В данной главе систематизированы материалы анализа нормативных требований к производству и контролю качества коньячных дистиллятов и коньяков, рассмотрены виды и способы фальсификации коньячной продукции. На основе анализа современных подходов к решению задач в области оценки качества коньячной продукции выделены основные критерии и идентифицирующие показатели, используемые для оценки подлинности и качества образцов коньячной продукции. Показано, что многочисленные исследования в данном направлении, главным образом, подтверждают информативность ряда критериальных компонентов как маркеров качества, при этом реализуются различные способы формирования выборок и подходы к технологической составляющей

постановки экспериментов. Допустимые диапазоны значений по конкретным показателям, как правило, приводятся в ограниченном формате без приведения данных по комплексному исследованию влияния определяющих факторов на варьирование значений предлагаемых показателей. Анализ и систематизация литературных данных позволяют рассматривать методы, основанные на использовании хроматографии и капиллярного электрофореза, как информативные методы исследований состава спиртных напитков, позволяющие получать необходимый объем существенной информации для выработки обоснованных решений по установлению объективных критериев контроля качества и выявления признаков фальсификации коньячной продукции.

2 Объекты и методы исследований

В данной главе приведены объект и предмет исследований, указаны характеристики материалов и методов исследования.

Объект исследований – химический состав, органолептические свойства и качество коньячных дистиллятов и коньяков.

Предмет исследований – корреляционные взаимосвязи между компонентами состава коньячной продукции и признаками, характеризующими качество коньячных дистиллятов и коньяков; критерии и показатели контроля качества коньячной продукции.

Материалы исследований: российские коньяки (трех-пятилетние, КВ, КВВК, КС и ОС), выработанные по полному циклу; коньячные дистилляты молодые и выдержанные (1-40 лет), выработанные в условиях разных географических зон стран СНГ и ЕС; столовые (коньячные) виноматериалы и молодые коньячные дистилляты из сортов вида *Vitis vinifera* и сортов межвидового происхождения с применением современных штаммов дрожжей и спонтанной микрофлоры; опытные образцы молодых дистиллятов, выработанных на основе виноградного, яблочного и зернового сырья; образцы коньячных дистиллятов, выдержанных на дубовой клепке из древесины дуба кавказского и французского, активированной с применением термического, химического и биохимического способов.

Определение физико-химических и органолептических показателей образцов проводили по общепринятым и усовершенствованным с участием автора аттестованным методикам измерений 33-х летучих примесных компонентов и 8-ми экстрагируемых компонентов состава.

Общая схема научных исследований представлена на Рисунке 1.

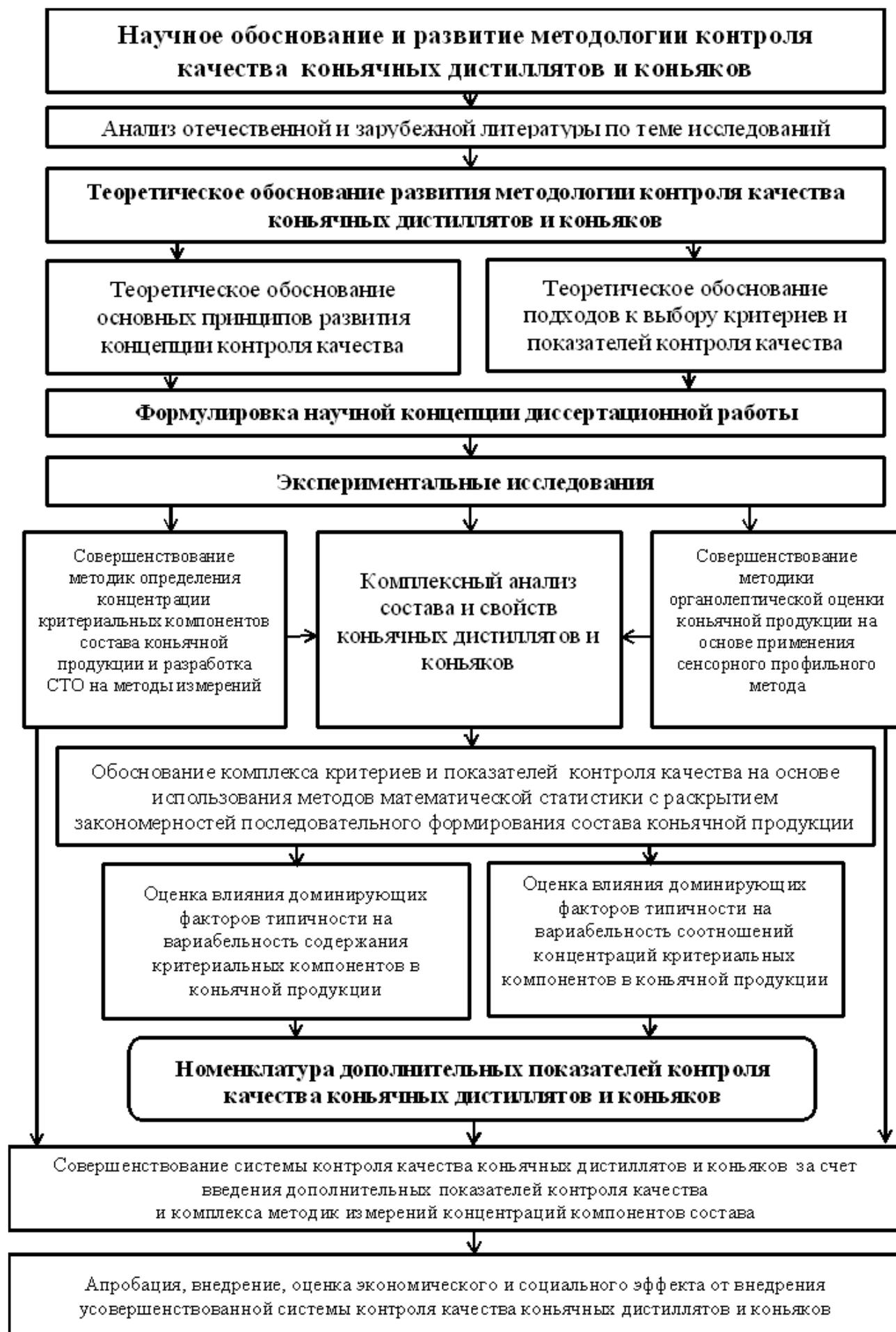


Рисунок 1 – Схема научных исследований

3 Теоретическое обоснование развития методологии контроля качества коньячных дистиллятов и коньяков

Развитие методологии контроля качества коньячных дистиллятов и коньяков основано на совершенствовании системы принципов, методической базы и инструментария оценки химического состава и органолептических свойств коньячной продукции, базирующихся на раскрытии закономерностей последовательного формирования состава летучих примесных и экстрагируемых компонентов в коньячной продукции по этапам технологического цикла. Развитие контроля качества коньячной продукции базируется на методологии дифференциальной оценки совокупности контролируемых показателей и направлено на расширение возможностей характеристики предметности коньячной продукции в целях совершенствования оценки соответствия ее своему специальному понятию и виду (типу) за счет введения дополнительных показателей контроля качества. В основу развития концепции контроля качества коньячных дистиллятов и коньяков положены пять принципов.

Принцип 1 - базирование контроля качества на оценке типичности коньячной продукции по установленным доминирующим факторам: «первичное сырье», «перегонка (дистилляция)» и «выдержка в контакте с древесиной дуба».

Принцип 2 - оценка типичности по признакам, базирующимся на общих закономерностях формирования состава коньячной продукции независимо от сорта винограда, особенностей технологии переработки, перегонки (дистилляции), выдержки коньячных дистиллятов, а также независимо от комплексного влияния географической зоны и характеристик используемой для выдержки древесины дуба.

Принцип 3 - анализ химического состава коньячных дистиллятов и коньяков с делением компонентов на «летучие примесные» (для оценки факторов типичности «первичное сырье» и «перегонка») и «экстрагируемые» (для оценки фактора типичности «выдержка в контакте с древесиной дуба»).

Принцип 4 - формирование расширенной номенклатуры показателей контроля качества на основе последовательной реализации качественного и количественного подходов, предусматривающих обоснование критериев посредством выявления корреляций между анализируемыми признаками и разработку комплекса показателей на основе последующей оценки количественных характеристик.

Принцип 5 - оценка закономерностей формирования состава коньячной продукции и обоснование критериев контроля качества на основе исследования эталонных (базовых) образцов коньячной продукции, характеристики которых принимаются как базовые при подтверждении подлинности и выявлении признаков фальсификации.

Предложенный подход к выбору дополнительных критериев и показателей контроля качества коньячных дистиллятов и коньяков базируется на исследовании закономерностей формирования состава коньячной продукции и выявлении зависимостей и тенденций в формате разделения и иерархии понятий «критерий качества» и «показатель качества». Исходя из цели исследований в диссертационной работе критерий рассматривается как признак, отражающий определенные существенные характеристики коньячной продукции и принят как качественная основа контроля. Показатель контроля качества принят как обобщенная измеряемая или оцениваемая количественно-качественная характеристика свойств коньяка или коньячного дистиллята, обуславливающих его качество. Образцы, представленные в коллекции, используются как эталонные (базовые), значения показателей состава которых принимают за исходную единицу при сравнительной оценке качества продукции дифференциальным методом. Полученная расширенная база данных покомпонентного состава летучих примесных и экстрагируемых компонентов эталонных образцов является основой для обоснования предварительной номенклатуры критериев контроля качества с использованием методов математической статистики. Последующее формирование номенклатуры показателей контроля качества включает проведение исследований, направленных на установление значений показателей с учетом влияния доминирующих факторов (подфакторов) типичности. Последовательность формирования номенклатуры критериев и показателей контроля качества коньячной продукции представлена на Рисунке 2.

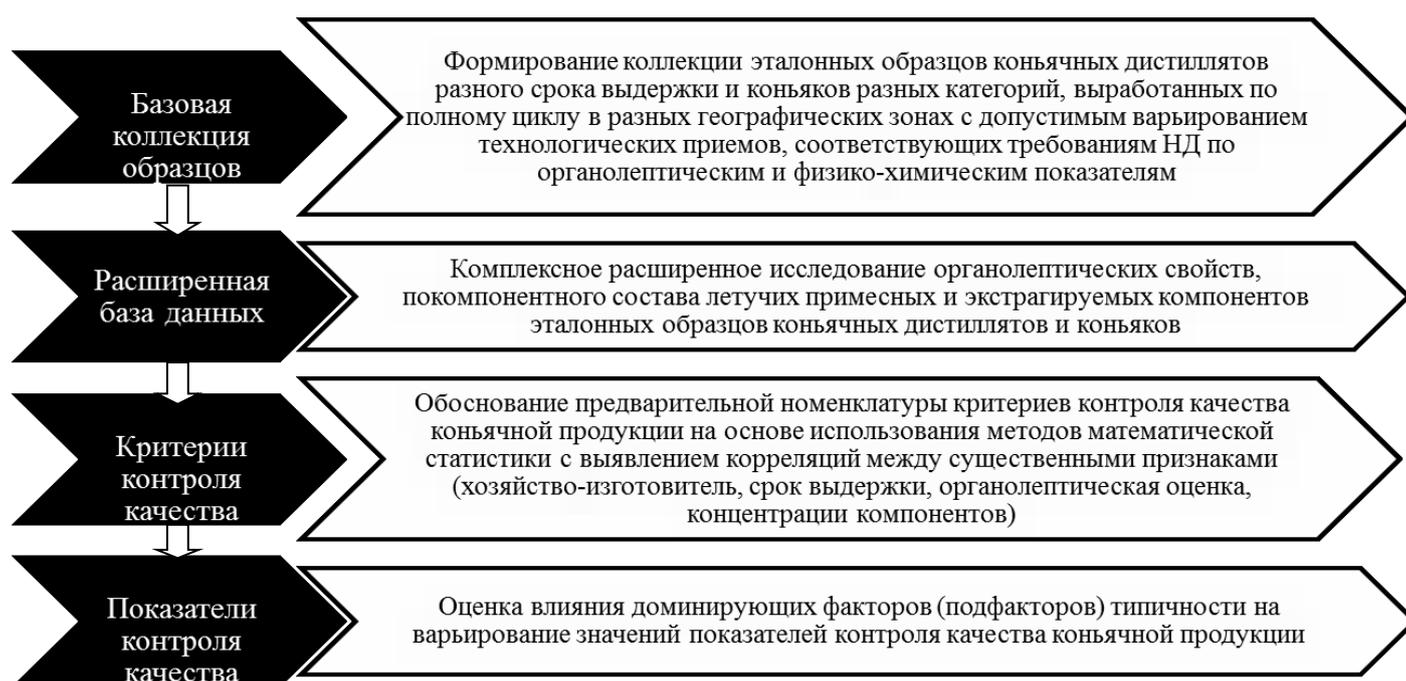


Рисунок 2 – Последовательность формирования номенклатуры критериев и показателей контроля качества коньячной продукции

В основу выбора дополнительных критериев контроля качества коньячных дистиллятов и коньяков положен анализ закономерностей формирования покомпонентного состава коньячной продукции по этапам технологического цикла. Были сформированы две группы критериев: единичные критериальные компоненты состава и расчетные показатели.

Формирование перечня единичных критериальных летучих примесных компонентов состава базировалось на определении типичных и характерных диапазонов варьирования концентраций критериальных компонентов коньячной продукции посредством систематизации фактических данных о составе эталонных (базовых) образцов с учетом вариативности, обусловленной комплексным влиянием почвенно-климатического, агробиологического и технологического факторов с выявлением тенденций в накоплении отдельных компонентов. Критерии данной группы предложено рассматривать в комплексе и использовать для взаимосвязанной оценки вида и качества (наличия или отсутствия дефектности) сырья. В данную группу включены: 2-бутанол; сопутствующие маркеры бактериального поражения сырья, направляемого на перегонку (уксусная, пропионовая, масляная кислоты, диацетил и ацетоин); метанол, этилкаприлат, 1-бутанол, 1-гексанол, 1-пентанол и 2-фенилэтанол как отдельные маркеры вида сырья, а также изоамилацетат как компонент, характеризующий условия брожения. Для дополнительной оценки качества сырья (перегоняемого виноматериала) предложено использование критерия, базирующегося на анализе соотношений ацетальдегида, этилацетата и уксусной кислоты, являющихся важными единичными маркерами дефектности вина, направляемого на перегонку. Выявление факта использования синтетических ароматизаторов базируется на нормировании верхнего предела концентрации 1,2-пропандиола в дистилляте и коньяке ввиду возможности перехода его в дистиллят из вина с содержанием 1,2-пропандиола на уровне, не превышаемом пределов, установленных Международной Организацией Винограда и Вина (OIV).

Формирование перечня единичных критериальных экстрагируемые компоненты состава основано на оценке закономерностей деполимеризации лигнина и анализе динамики накопления фенольных альдегидов (ванилина, кониферилового, синапового, сиреневого), фенольных кислот (ванилиновой, сиреневой, галловой) а также дубильных веществ и сахаров в процессе длительной выдержки коньячных дистиллятов в контакте с дубовой древесиной (до 40 лет включительно) с выявлением тенденций в накоплении отдельных экстрагируемых компонентов.

Разработка расчетных критериев основана на оценке влияния доминирующих факторов типичности на вариабельность соотношений концентраций критериальных летучих примесных и экстрагируемых компонентов.

Выявление фальсификаций, обусловленных разбавлением дистиллятов с высоким уровнем концентрации метанола спиртом-ректификатом в целях снижения доли метанола в готовой продукции, базируется на анализе закономерностей накопления метанола и 1-пропанола в виноматериале и особенностях перехода данных соединений при перегонке в дистиллят. Определение диапазона концентраций этилового спирта (% об.) в дистилляте, полученном сразу после завершения перегонки, основано на анализе соотношения концентраций базовых спиртов брожения (изобутилового и изоамилового), что обусловлено особенностями поведения их при перегонке и ректификации. В основу выбора критерия контроля качества, определяемого как соотношение бензойные альдегиды/коричные альдегиды, положен тот факт, что бензойные альдегиды обладают большей устойчивостью к окислению в условиях изменяющейся антиоксидантной емкости выдерживаемого коньячного дистиллята, по сравнению с коричневыми. Для выявления факта использования ванилинсодержащих добавок с одновременной коррекцией по сиреневому альдегиду предложен критерий, основанный на определении соотношения концентраций суммы бензойных альдегидов и суммы соответствующих бензойных кислот. В качестве дополнительного критерия оценки длительности контакта коньячного дистиллята с древесиной дуба, а также для выявления факта использования ускоренных способов активации дубовой древесины, предложен критерий, основанный на анализе соотношения концентраций суммы дубильных веществ и общего экстракта в коньячных дистиллятах с учетом нормирования верхнего предела концентрации сахаров. Для выявления случаев моделирования образцов коньячной продукции путем внесения различного рода добавок с высоким уровнем концентрации галловой кислоты предложен критерий, основанный на определении доли галловой кислоты в составе дубильных веществ выдержанного коньячного дистиллята и коньяка. Подход обусловлен ограничением возможности накопления свободной галловой кислоты в выдержанных коньячных дистиллятах ввиду особенностей состава гидролизуемых танидов дубильных веществ дуба.

Последующая систематизация критериев контроля качества, установленных на основе анализа закономерностей формирования состава коньячной продукции, положена в основу совершенствования интегрированной оценки качества коньячных дистиллятов и коньяков с дифференциацией по подфакторам типичности (Рисунок 3).

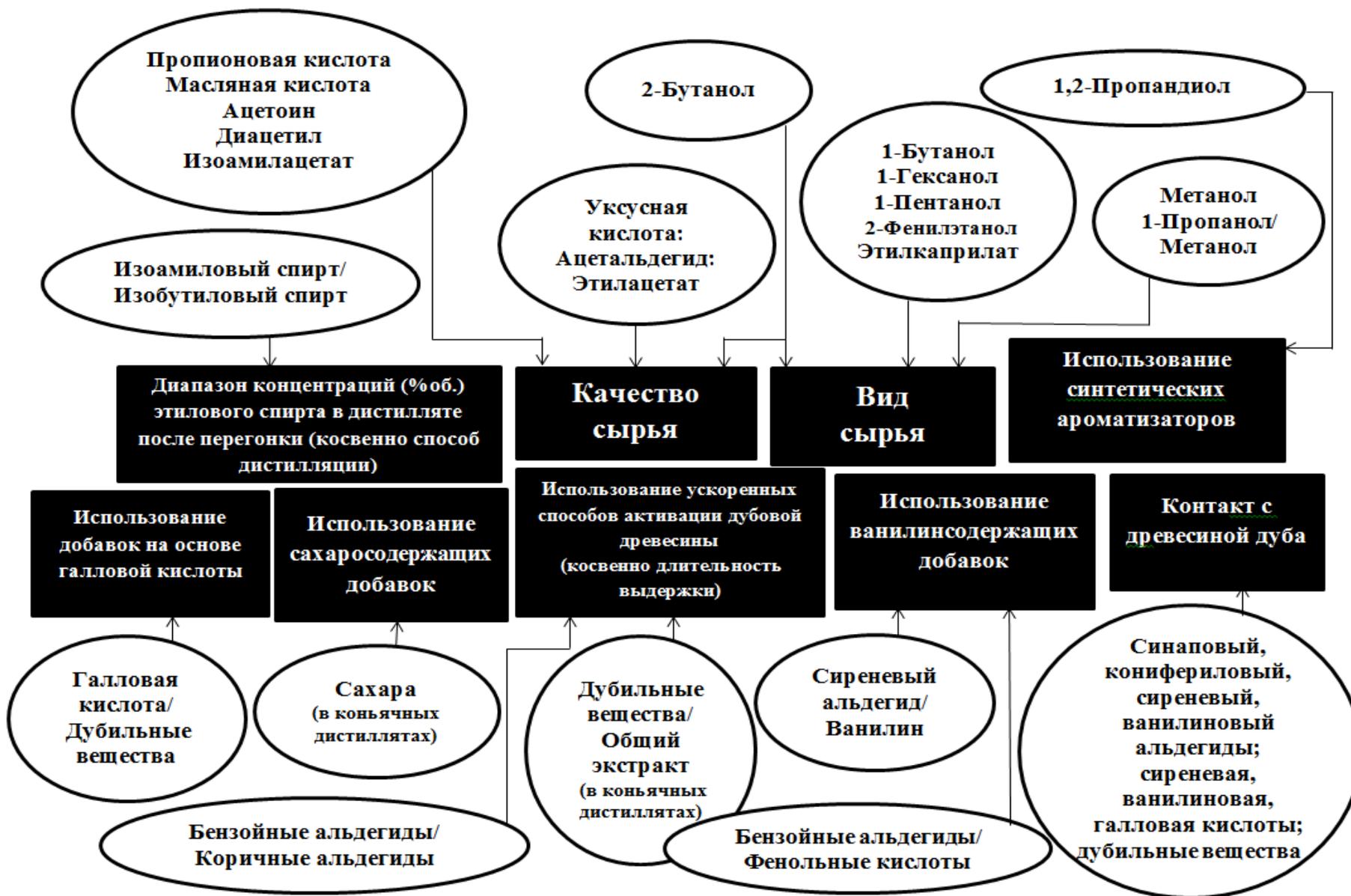


Рисунок 3 - Взаимосвязь между критериями контроля качества и оцениваемыми подфакторами типичности

Методической основой усовершенствованной методологии контроля качества коньячных дистиллятов и коньяков является сочетание качественного и количественного подходов, предусматривающих использование измерительного и органолептического методов определения характеристик и значений показателей качества. Испытания осуществляют на основе использования базовых стандартизованных методик, установленных в соответствующих ГОСТах, с применением усовершенствованных с участием автора методик измерения массовых концентраций критериальных компонентов:

- методика определения летучих примесных компонентов газохроматографическим методом;
- методика определения фенольных альдегидов и кислот методом капиллярного электрофореза;
- методика определения дубильных веществ титриметрическим методом.

Усовершенствованные методики измерений обеспечивают получение результатов с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в Таблице 1.

Таблица 1 – Определяемые вещества, диапазоны измерений, показатели повторяемости, воспроизводимости, правильности и точности методик анализа

Диапазон измерений	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратичное отклонение повторяемости), $\sigma_r, \%$	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратичное отклонение воспроизводимости), $\sigma_R, \%$	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при $P=0,95$), $\pm\delta_c, \%$	Показатель точности (границы относительной погрешности при $P=0,95$), $\pm\delta, \%$
Альдегиды и кетоны - уксусный альдегид, фурфурол, бензальдегид, кротоновый альдегид, ацетон, 2-бутанон, диацетил (мг/дм ³)				
от 1,0 до 10 вкл.	6	7	12	18
св. 10 до 1000 вкл.	3	4	10	12
Спирты - метанол, 2-пропанол, 1-пропанол, 2-бутанол, 1-бутанол, изобутанол, изоамиловый спирт, н-амиловый спирт, 1-гексанол, бензиловый спирт, 2-фенилэтанол, 1,2-пропиленгликоль (мг/дм ³)				
от 1,0 до 10 вкл.	6	7	12	18
св. 10 до 1000 вкл.	3	4	10	12
Сложные и простые эфиры - диэтиловый эфир, метилацетат, этилацетат, изобутилацетат, этилбутират, этилацеталь, этиллактат, этилкаприлат (мг/дм ³)				
от 1,0 до 1000 вкл.	6	7	12	18
Летучие кислоты - уксусная, пропионовая, изомаляная, масляная, изовалериановая, валериановая (мг/дм ³)				
от 1,0 до 1000 вкл.	6	7	12	18
Фенольные альдегиды – кониферилловый, синаповый, ванилин, сиреневый; фенольные кислоты - ванилиновая, сиреневая, галловая (мг/дм ³)				
от 0,1 до 1,0 вкл.	5	6	8	15
св. 1,0 до 200 вкл.	3	4	5	10
Дубильные вещества – сумма (г/дм ³)				
от 0,1 до 10 вкл.	3	6	9	15

Оценку органолептических свойств осуществляют с использованием усовершенствованной методики исследования органолептических свойств коньячных дистиллятов и коньяков. Совершенствование методики базируется на использовании сенсорного профильного метода с введением показателя Частота идентификации оттенка (цвета, букета, вкуса) с последующим формированием рабочих корректируемых накопительных органолептических профилей коньячной продукции. Получаемые профили могут быть использованы как для фиксации особенностей органолептических свойств продукции, вырабатываемой в пределах определенной географической зоны или хозяйства-изготовителя, так и для отслеживания динамики их изменения с учетом влияния различных факторов.

Методикой предусмотрено использование дополнительной разработанной дегустационной карточки, включающей расширенный набор дескрипторов, характеризующих возможные оттенки цвета, вкуса и букета образцов продукции. Исследование продукции и обработку полученных результатов осуществляют в три этапа:

- органолептическая оценка в соответствии с действующими стандартами (10-ти или 100-балльная система);
- расширенная органолептическая оценка с использованием дополнительной дегустационной карточки;
- обработка и оформление результатов оценивания.

По результатам оценивания составляют сводную дегустационную карточку по каждому образцу, в которой в качестве характерных указывают оттенки, отмеченные в индивидуальных дегустационных карточках не менее чем 60% экспертов. Сводные дегустационные карточки группируют по хозяйствам-изготовителям и оценивают *Частоту идентификации оттенков букета, цвета, вкуса* (формула 1).

$$\text{Частота идентификации оттенка} = \frac{\text{Количество образцов, в которых был идентифицирован конкретный оттенок}}{\text{Общее количество образцов}} \quad (1)$$

Полученные результаты отображают в виде накопительных профилей полной окружности для каждой из трех групп дескрипторов по каждому хозяйству отдельно. Частоту идентификации характерных оттенков (букета, цвета, вкуса) откладывают по осям по каждому дескриптору отдельно. Образец рабочего профиля оттенков букета приведен на Рисунке 4.

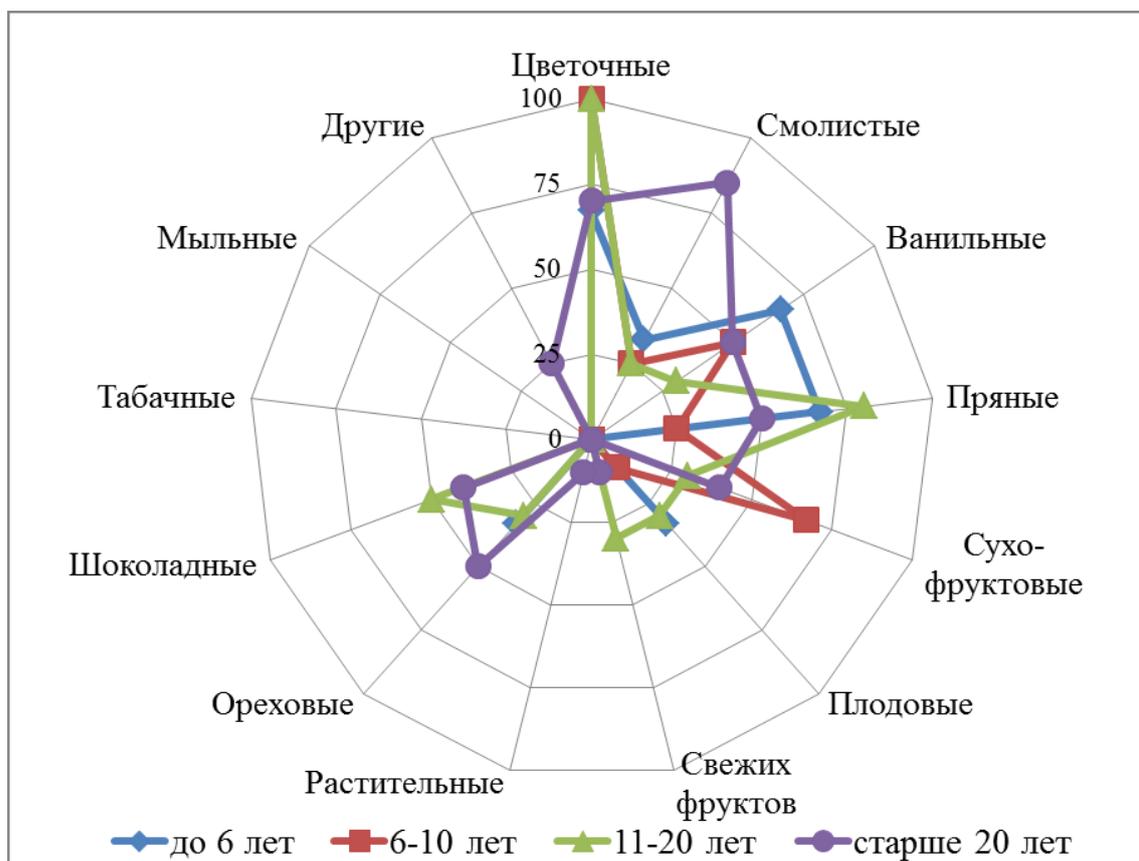


Рисунок 4 – Профиль оттенков букета выдержанных коньячных дистиллятов ЗАО «Новокубанское»

4 Научное обоснование номенклатуры дополнительных показателей контроля качества коньячной продукции

4.1 Комплексная оценка химического состава коньячной продукции, выработанной в разных географических зонах, и обоснование критериев контроля качества на основе статистического анализа

Проведено комплексное исследование химического состава эталонных коньячных дистиллятов молодых и выдержанных в контакте с древесиной дуба (от 1 до 40 лет включительно) и коньяков российских (категорий трех-пятiletние, KB, KBVK, KC и OC), выработанных из местного сырья в пределах нижеперечисленных географических зон, которые по суммарным факторам являются пригодными для производства коньячной продукции по полному циклу: западная часть Северного Кавказа, Краснодарский край (ЗАО «Новокубанское», ООО «Коньячный завод «Темрюк»); Каспийское побережье Кавказа, республика Дагестан (АО (ГУП) «Дербентский коньячный комбинат»); долина реки Кумы, Ставрополье, зона возделывания винограда «Кумская» (ЗАО

«Прасковейское»); восточное побережье полуострова Крым (ТОД «Коньячный Дом Коктебель»); северо-восток Армянского нагорья, Южный Кавказ, Армения («Араратский винзавод»); юго-западное побережье Каспийского моря, Восточная часть Южного Кавказа, Азербайджан; департамент Шаранта, регион Пуату-Шаранта, юго-запад Франции; регион Ла Манча, Центральная часть Пиренейского полуострова, Испания.

Полученная расширенная база данных покомпонентного состава летучих примесных и экстрагируемых компонентов эталонных образцов систематизирована и использована в качестве объемной многопризнаковой информационной матрицы для формирования предварительной номенклатуры критериев контроля качества на основе статистического анализа сопряженных признаков с последующим однофакторным дисперсионным анализом в целях обоснования критериальных единичных компонентов состава.

В качестве признаков, позволяющих анализировать закономерности формирования состава продукции, выбраны органолептическая оценка (в баллах), срок выдержки коньячных дистиллятов (в годах), категория коньяков (в соответствии с нормативной классификацией) и хозяйство-изготовитель (обобщенный признак, включающий комплексное влияние агроэкологического и технологического факторов). Дополнительная обработка, направленная на выявление корреляций внутри между компонентами состава, предусмотрена для обоснования расчетных критериев, определяемых как соотношения концентраций отдельных компонентов состава.

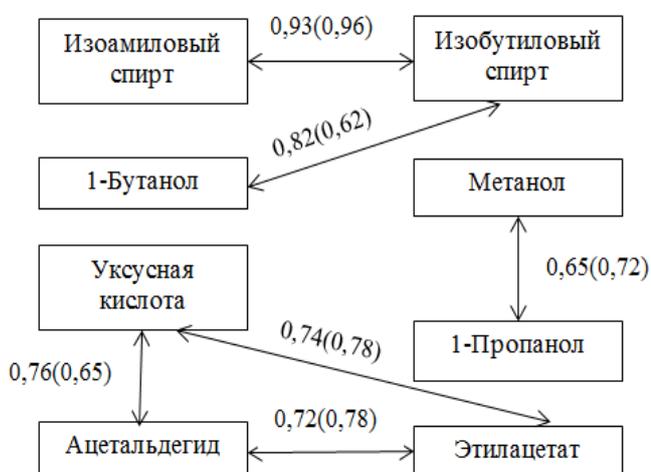


Рисунок 5 – Значения коэффициентов парной корреляции между концентрациями отдельных летучих примесных компонентов в коньячных дистиллятах (в российских коньяках)

В результате проведенных исследований обоснован выбор контролируемых критериальных компонентов состава и сформирован перечень расчетных критериев, базирующихся на анализе соотношений концентраций отдельных компонентов состава. Выявленные корреляционные взаимосвязи и значения коэффициентов парной корреляции между концентрациями анализируемых компонентов в коньячных дистиллятах и коньяках представлены на Рисунках 5 и 6.

На заключительном этапе формирования номенклатуры показателей контроля качества коньячной продукции были проведены исследования по оценке влияния доминирующих факторов типичности на вариабельность содержания единичных критериальных компонентов и вариабельность соотношений концентраций критериальных летучих примесных и экстрагируемых компонентов в коньячной продукции.

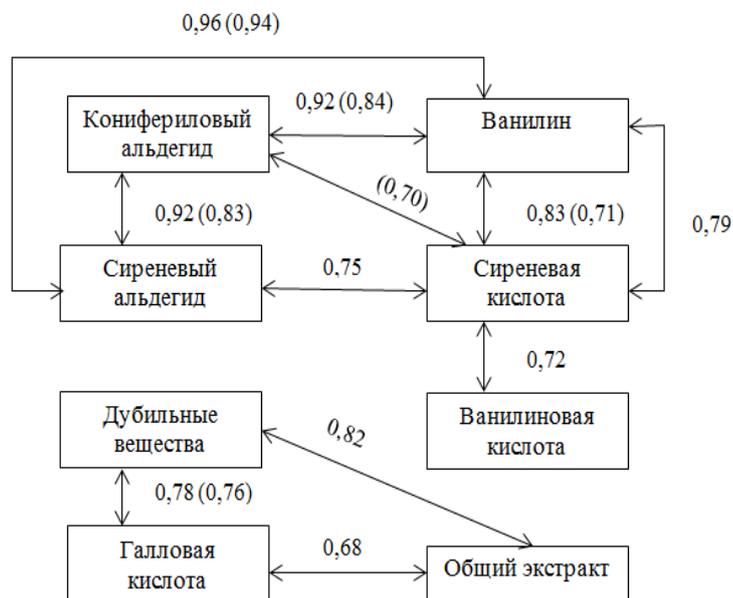


Рисунок 6 – Значения коэффициентов парной корреляции между концентрациями отдельных экстрагируемых компонентов в коньячных дистиллятах (в российских коньяках)

4.2 Оценка влияния доминирующих факторов типичности на вариабельность значений контролируемых показателей качества

4.2.1 Влияние агробиологических и технологических факторов на уровень и соотношение концентраций спиртов брожения. По данным наших многолетних наблюдений концентрация изоамилового спирта в коньячных дистиллятах может достигать 3810 мг/дм³; изобутанола – 1369 мг/дм³; значения показателя изоамиловый спирт/изобутиловый спирт в эталонных образцах находятся в диапазоне от 2,5 до 5,5. Согласно результатам анализа литературных данных значения показателя изоамиловый спирт/изобутиловый спирт на уровне более 2 в целом характерны для любых дистиллятов сельскохозяйственного происхождения, входящих в высокую ценовую категорию. В некоторых образцах шотландского и канадского виски низкой ценовой категории данный показатель составляет 1 и менее. Исследования опытных образцов браги из ячменя (соложенного и несоложенного) и пшеницы, показали, что при использовании кондиционного сырья показатель изоамиловый спирт/изобутиловый спирт составляет 3,5 и более. По нашим данным концентрация изоамилового спирта при использовании качественного виноградного сырья независимо от условий брожения (анаэробные или аэробные) и вида дрожжей рода *Saccharomyces* всегда выше концентрации изобутилового спирта.

При анализе экспериментальных данных в разрезе сортов коньячного направления установлено, что вид дрожжей главным образом оказывает влияние на накопление этилацетата в вине при одинаковом уровне сульфитации,

но соотношение концентраций анализируемых спиртов существенно не изменяется и варьирует в диапазоне 2,0-6,0 (Таблица 2).

Таблица 2 – Уровень концентраций спиртов брожения в столовых виноматериалах и молодых коньячных дистиллятах

Компонент, мг/дм ³	Алиготе	Дунавски Лозур	Бианка	Подарок Магарача	Первенец Магарача
Столовые виноматериалы					
Изобутиловый спирт	12,5-35,4	33,1-44,4	31,1-43,0	29,1-63,0	34,6-107,3
Изоамиловый спирт	76,6-176,5	191,6-215,0	195,6-264,7	77,6-129,6	180,3-266,5
Изоамилол/изобутанол	3,8-6,1	4,0-5,9	5,8-6,3	2,0-4,5	2,0-5,3
Дистилляты					
Изобутиловый спирт	131,7-406,5	195,4-807,6	206,6-851,6	184,0-515,6	211,5-959,6
Изоамиловый спирт	930,5-1436	684,0-2100	711,4-2210	556,5-1125	898,2-3100
Изоамилол/изобутанол	2,5-6,0	2,5-4,5	2,5-4,5	2,0-4,0	2,5-4,5

Экспериментально установлено, что введение в виноградное сушло перед брожением аминокислот (валина и α-аланина), способствующих повышенному образованию высших спиртов, в том числе за счет увеличения доли изобутилового спирта, приводит к одновременной активации биосинтеза обоих компонентов. Предложен механизм биосинтеза изобутилового и изоамилового спиртов при внесении валина и α-аланина. Установлено, что при увеличении вносимого количества α-аланина доля изобутанола повышается, однако, даже при внесении α-аланина в количестве 100 мг/дм³ значения анализируемого показателя составили 3,2-4,8. При введении валина наблюдалось более существенное смещение равновесия, тем не менее, даже при внесении 100 мг/дм³ значения анализируемого показателя установлены на уровне не менее 1,9.

Известно, что при разных режимах перегонки на аппаратах, используемых в коньячном производстве, высшие спирты преимущественно переходят в головную фракцию, а также в среднюю. Согласно экспериментальным данным для молодых коньячных дистиллятов (66,2-69,8%), выработанных на аппаратах шарантского типа и на аппаратах однократной сгонки ПУ-500, при сопоставимом уровне концентраций высших спиртов в образцах, характерными являлись значения показателя изоамиловый спирт/изобутиловый спирт на уровне 4,0-5,5 и 2,0-3,6 соответственно. Такая разница может быть обусловлена наличием тарелок Писториуса на аппарате однократной сгонки. Следовательно, при использовании непрерывного способа соотношение может еще более существенно изменяться ввиду наличия ректификационной колонны, что подтверждается литературными данными о составе зерновых виски, входящих в низкую ценовую категорию. Это обусловлено тем, что изобутиловый и изоамиловый спирты при высоких концентрациях этанола (свыше 60% об.) имеют характер хвостовых примесей с разной летучестью, соответственно при наличии ректификации

соотношение их концентраций будет изменяться в сторону увеличения доли изобутилового спирта за счет очищения. Учитывая тот факт, что дистилляты с высокой концентрацией (более 90% об.) этанола могут быть выработаны по способу простой многократной дистилляции, были исследованы дистилляты, полученные способом двух – трехкратной простой перегонки. Установлено, что при укреплении молодого коньячного дистиллята простой перегонкой соотношение спиртов изменяется вследствие очищения. В дистиллятах крепостью более 80% об., полученных дополнительной перегонкой, значения показателя изоамиловый спирт/изобутиловый спирт составили 2,2 и менее (Рисунок 7).

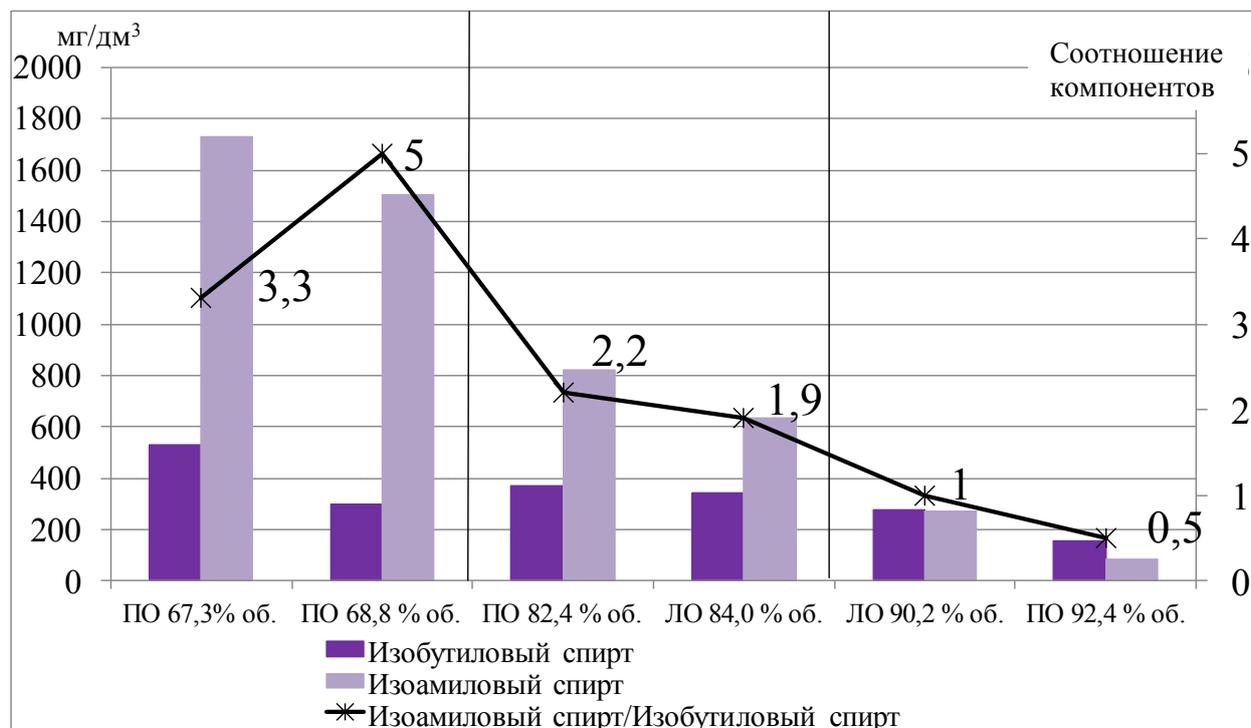


Рисунок 7 – Уровень концентраций и соотношение изобутилового и изоамилового спиртов в дистиллятах с разной крепостью (ПО и ЛО – образцы, полученные в производственных и лабораторных условиях соответственно)

Анализ пофракционного состава дистиллятов многократной перегонки на лабораторной установке подтвердил выявленные зависимости. Таким образом, значения показателя изоамиловый спирт/изобутиловый спирт в коньячных дистиллятах находятся в прямой зависимости от диапазона концентраций этилового спирта (% об.) в дистилляте, полученном сразу после завершения перегонки. Установлено, что при применении способов однократной и двойной перегонки с соблюдением технологических требований в молодом коньячном дистилляте значения показателя изоамиловый спирт/изобутиловый спирт должны составлять не менее 2,0.

Влияние винограда как сырья на формирование состава высших спиртов. Концентрация спиртов 1-бутанола, 1-пентанола, 1-гексанола и β-фенилэтанола, как компонентов не синтезируемых микроорганизмами при брожении и скиса-

нии виноматериалов, определяется в первую очередь особенностями сырья. Экспериментально установлено, что для коньячных дистиллятов характерен в целом более высокий уровень концентрации указанных веществ по сравнению с дистиллятами из зернового сырья. Предельные значения концентраций анализируемых компонентов приведены в Таблице 3. Установлено, что сорт и зона

Таблица 3 – Предельные значения концентраций летучих спиртов в коньячных дистиллятах

Показатель состава	Массовая концентрация, мг/дм ³	
	Min	Max
1-Бутанол	Менее 0,1	95,3
1-Гексанол	5,2	166,9
2-Фенилэтанол	0,8	101,5
1-Пентанол	Менее 0,1	7,6

возделывания винограда не оказывают существенного влияния на накопление 1-бутанола, 1-гексанола и 1-пентанола в коньячных дистиллятах; концентрация 2-фенилэтанола коррелирует с сортом винограда.

4.2.2 Влияние сырья и технологических факторов на уровень концентрации метанола и соотношение концентраций 1-пропанола и метанола. Концентрация метанола в опытных образцах коньячной продукции составила от 226,0 до 1400 мг/дм³ с характерным диапазоном от 300,0 до 600,0 мг/дм³ (Таблица 4).

Таблица 4 – Уровень концентраций метанола в коньячных дистиллятах молодых и выдержанных (от 1 до 40 лет), мг/дм³

Зона производства (хозяйство-изготовитель)	Min	Max	Характерный диапазон
Западная часть Северного Кавказа (ЗАО «Новокубанское»)	287,5	1073	300,0-550,0
Западная часть Северного Кавказа (ООО «Коньячный завод «Темрюк»)	255,6	922,5	300,0-600,0
Каспийское побережье Кавказа (АО (ГУП) «Дербентский коньячный комбинат»)	284,3	602,2	300,0-550,0
Долина реки Кумы, Ставрополье (ЗАО «Прасковейское»)	260,0	837,8	400,0-550,0
Восточное побережье полуострова Крым (ТОД «Коньячный Дом Коктебель»)	223,5	680,0	350,0-550,0
Северо-восток Армянского нагорья («Арагатский винзавод»)	291,0	1403	350,0-550,0
Юго-западное побережье Каспийского моря (Восточная часть Южного Кавказа)	292,4	1343	350,0-650,0
Департамент Шаранта	226,6	1114	300,0-600,0
Центральная часть Пиренейского полуострова	226,1	719,7	300,0-600,0

Известно, что концентрация метанола определяется начальным уровнем концентраций пектиновых веществ и активностью природных ферментов виноградного сула. По нашим данным применение пектолитических ферментов при переработке винограда приводит к существенному увеличению концентрации метанола и метиловых эфиров жирных кислот в дистилляте; при использо-

вании в качестве сырья диффузионного сока и виноградной выжимки получаемые дистилляты также характеризуются высоким уровнем концентрации метанола с повышенным содержанием фурфурола в последнем случае (Таблица 5).

Таблица 5 - Влияние вида сырья на накопление метанола, фурфурола и эфиров в дистиллятах

Сырье для производства дистиллята	Массовая концентрация, мг/дм ³				
	Метанол	Метил-ацетат	Метил-каприлат	Метил-капринат	Фурфурол
Столовое вино (n=9)	168,1-456,0	<0,1-5,6	0,3-0,7	<0,1-1,4	1,2-15,8
*Столовое вино (n=9)	1200-2056	8,1-26,5	0,5-2,8	0,1-24,3	1,0-12,4
Сброженный диффузионный сок (n=3)	799,0-1193	2,8-18,6	1,4-2,0	0,2-1,0	2,7-18,3
Сброженная выжимка (n=3)	2045-3970	19,6-40,1	0,6-3,1	0,4-1,1	42,3-89,1

*Столовое вино – столовое вино, выработанное с применением пектолитических ферментов без нагрева

Наличие корреляции между концентрациями метанола и 1-пропанола, положенное в основу разработки расчетного критерия контроля качества, подтверждает тот факт, что, несмотря на разные механизмы накопления метанола и 1-пропанола как примесей, их соотношение может рассматриваться как расчетный показатель контроля качества. Метанол (оцениваемый компонент), в условиях перегонки спирта-сырца на коньячный дистиллят переходит во все фракции, но преимущественно в среднюю, и в значительном количестве в хвостовую часть погона. Уровень его концентрации в дистилляте зависит главным образом от вида сырья и технологии его переработки. 1-Пропанол рассматривается как опорный компонент, так как возможность регулирования его концентрации в коньячном дистилляте также ограничена. Согласно полученным нами экспериментальным данным значения показателя 1-пропанол/метанол в эталонных коньячных дистиллятах и коньяках составляют от 0,3 до 1,5; характерным является диапазон от 0,5 до 1,2 (Таблице 6).

Таблица 6–Диапазоны варьирования значений показателя 1-пропанол/метанол в коньячных дистиллятах в зависимости от зоны производства

Зона производства	Общий диапазон	Характерный диапазон
Северный Кавказ и долина реки Кумы	0,5-1,0	0,5-1,0
Восточное побережье полуострова Крым	1,0-1,5	1,0-1,2
Северо-восток Армянского нагорья	0,3-1,5	0,5-1,0
Юго-западное побережье Каспийского моря	0,3-1,0	0,5-1,0
Департамент Шаранта	0,3-1,5	0,5-1,0
Центральная часть Пиренейского полуострова	0,3-1,5	0,5-1,0

Таблица 7 – Диапазоны варьирования значений 1-пропанол/метанол в опытных образцах в зависимости от сырья

Вид сырья	1-Пропанол/ Метанол
Виноград (столовый винома- териал)	0,3-3,0
Виноградная выжимка	Менее 0,3
Яблоко (столовый плодовой виноматериал)	Менее 0,3
Зерно	3,0 и более

Данные по дистиллятам, выработанным из виноградной выжимки, яблок и зернового сырья представлены в Таблице 7. Таким образом, установлено, что для коньячных дистиллятов и российских коньяков типичным является диапазон значений показателя 1-пропанол/метанол в интервале от 0,3 до 3,0.

4.2.3 Влияние сырья на уровень концентрации 2-бутанола, альдегидов, ацеталей, кислот и средних эфиров. При оценке данных по 2-бутанолу установлено, что в некоторых дистиллятах из виноградной выжимки и дрожжевых осадков, наблюдается рост концентрации 2-бутанола, сопровождаемый увеличением концентрации диацетила, этилацетата, масляной, уксусной и пропионовой кислот (Таблица 8). Это может быть обусловлено повышением ферментативной активности микрофлоры вследствие избыточного контакта сырья с кислородом.

Таблица 8 - Состав летучих компонентов опытных образцов дистиллятов

Компонент состава, мг/дм ³	Вид используемого сырья				
	Столовое вино	Виноградная выжимка*	Виноградная выжимка**	Дрожжевые осадки*	Дрожжевые осадки**
Ацетоин	2,6	1,2	1,3	6,0	0,7
Диацетил	<1,0	3,2	21,3	4,3	18,5
Ацетальдегид	32,8	33,1	48,6	30,0	62,5
Этилацетат	98,6	101,1	184,6	135,6	298,0
Этиллактат	0,4	0,5	0,2	2,8	4,6
2-Бутанол	0,5	5,3	5,8	27,8	222,3
Пропионовая кислота	0,4	0,4	0,2	4,3	15,5
Изомасляная кислота	2,3	3,2	8,9	9,9	13,3
Масляная кислота	3,8	6,6	17,6	20,1	85,8
Уксусная кислота	15,6	18,2	22,3	31,2	86,2

* - образец получен из сырья, хранящегося менее 1 суток;

** - образец получен из сырья, хранящегося более 3 суток

Данные по уровню концентраций анализируемых компонентов в эталонных образцах продукции с высоким уровнем органолептической оценки с указанием минимальных, максимальных значений и характерного диапазона концентраций приведены в Таблице 9.

Экспериментально установлено, что добавление дрожжей и их автолизатов в виномаериал перед дистилляцией при соблюдении правил производства не приводит к экстремальному повышению концентрации 2-бутанола. По нашим данным использование дрожжевых осадков способствует существенному приросту эфиров, главным образом за счет этилкаприната и этилкаприлата (Рисунок 8).

Таблица 9 – Уровни концентраций 2-бутанола, пропионовой, масляной кислот, диацетила и ацетоина в коньячных дистиллятах молодых и выдержанных (от 1 до 40 лет) и российских коньяках

Компонент состава, мг/дм ³	Российский коньяк			Коньячный дистиллят		
	Min	Max	Характерный диапазон	Min	Max	Характерный диапазон
2-Бутанол	0,3	8,1	0,5-5,0	0,4	58,9	0,5-7,0
Пропионовая кислота	< 0,1	1,0	0,2-0,6	< 0,1	12,1	0,5-6,0
Масляная кислота	0,9	12,1	1,0-8,0	0,4	26,4	1,0-10,0
Диацетил	< 0,1	4,3	<0,1-3,0	< 0,1	8,2	<0,1-3,0
Ацетоин	< 0,1	6,5	1,0-5,0	1,3	12,1	3,0-10,0

Установлено, что концентрация этилкаприлата в коньячном дистилляте на уровне, превышающем 40,0 мг/дм³, может являться следствием использования значительной доли дрожжевых осадков. Поэтому, если в опытном образце содержание этилкаприлата превышает 40,0 мг/дм³, требуется более подробное исследование состава с учетом покомпонентного анализа жирных кислот.

Концентрация изоамилацетата в эталонных образцах коньячных дистиллятов составила от менее 0,1 до 8,2 мг/дм³ (характерным являлся диапазон 0,5-3,0 мг/дм³), в коньяках – от менее 0,1 до 0,8 мг/дм³. Полученные данные позволяют установить верхний предел по уровню концентрации изоамилацетата на уровне не более 10,0 мг/дм³.

Подтвержденные по результатам статистической обработки корреляции между концентрациями ацетальдегида, этилацетата и уксусной кислоты, положены в основу разработки дополнительного расчетного показателя качества, позволяющего оценивать исходное качество перегоняемого виноматериала. Экспериментально установленные диапазоны варьирования значений показателей уксусная кислота/ацетальдегид и этилацетат/ацетальдегид в эталонных коньячных дистиллятах и коньяках указаны в Таблице 10.

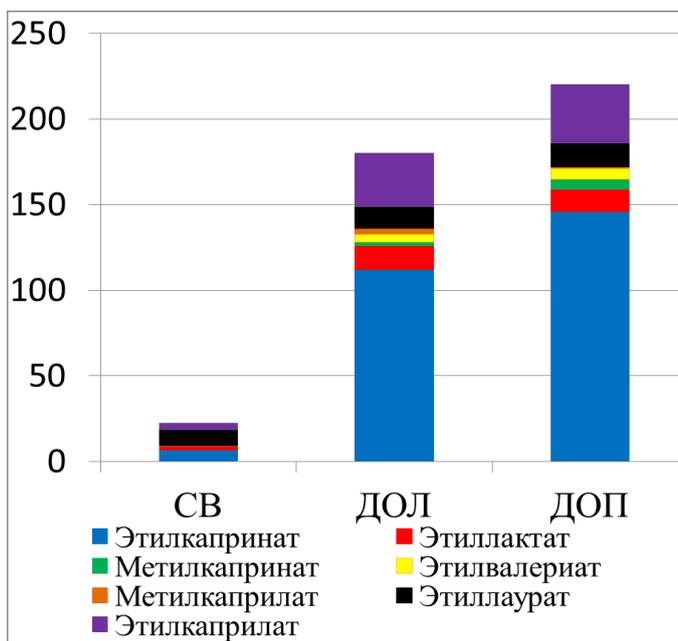


Рисунок 8 - Влияние вида сырья на состав средних эфиров в дистиллятах (СВ – столовый виноматериал, ДОЛ – дрожжевые осадки, перегонка в лабораторных условиях; ДОП - дрожжевые осадки, перегонка в производственных условиях), мг/дм³

Таблица 10 – Экспериментально установленные диапазоны варьирования значений показателей уксусная кислота/ацетальдегид и этилацетат/ацетальдегид в качественных коньячных дистиллятах и коньяках

Зона производства (хозяйство-изготовитель)	Уксусная кислота/ ацетальдегид		Этилацетат/ ацетальдегид	
	Общий диапазон	Характерный диапазон	Общий диапазон	Характерный диапазон
ЗАО «Новокубанское»	0,5-2,0	0,5-2,0	1,5-10,0	3,0-5,0
АО (ГУП) «Дербентский коньячный комбинат»	0,5-3,5	0,5-2,0	3,0-8,0	3,5-5,0
ООО «Коньячный завод «Темрюк»	0,3-2,0	0,5-1,5	2,0-8,0	2,0-4,0
ЗАО «Прасковейское»	0,4-3,0	0,5-1,0	1,5-5,0	2,0-4,0
ТОД «Коньячный Дом Коктебель»	0,5-2,5	0,5-1,0	1,5-5,0	2,0-4,0
Республика Армения «Арагатский винзавод»	0,4-3,0	0,4-3,0	1,5-10,0	2,0-7,0
Республика Азербайджан	0,3-2,0	0,3-2,0	1,5-3,0	1,5-3,0
Регион Ла Манча, Испания	1,0-3,0	1,0-3,0	3,5-6,5	3,5-6,5
Департамент Шаранта, Франция	0,5-2,5	0,5-1,5	1,0-6,0	2,0-4,0
Типичный диапазон	0,3-3,5		1,0-10,0	

4.2.4 *Технологическая оценка возможности перехода 1,2-пропандиола в коньячный дистиллят.* В соответствии с нормами, установленными Международной Организацией Винограда и Вина (OIV), в тихих винах допускается до 150 мг/дм³ 1,2-пропандиола. При технологической оценке степени перехода 1,2-пропандиола в дистиллят установлено, что при максимальном исходном уровне его концентрации в виноматериале в получаемом дистилляте концентрация 1,2-пропандиола может составлять до 5,0 мг/дм³ (Таблица 11).

Таблица 11 – Результаты определения массовой концентрации 1,2-пропандиола в опытных образцах (А- водно-спиртовой раствор, В - столовый виноматериал)

Концентрация 1,2-пропандиола в исходном образце, мг/дм ³		Массовая концентрация 1,2-пропандиола в полученных дистиллятах, мг/дм ³			
		Первая перегонка	Вторая перегонка (по фракциям)		
			Головная	Средняя	Хвостовая
А, 9 % об.	50	3,08±0,50	1,81±0,30	1,50±0,27	2,25±0,40
	100	3,73±0,55	0,91±0,14	2,10±0,37	1,88±0,30
	150	4,22±0,55	1,38±0,22	2,2±0,40	2,35±0,40
А, 15 % об.	50	1,89±0,30	1,59±0,26	0,83±0,15	0,85±0,15
	100	1,88±0,28	2,46±0,40	0,80±0,15	0,96±0,15
	150	2,33±0,40	2,55±0,45	1,08±0,15	1,34±0,22
В, 10,2 % об.	50	2,84±0,50	1,66±0,30	1,84±0,33	2,35±0,40
	100	3,35±0,60	1,70±0,30	2,4±0,40	1,75±0,30
	150	3,84±0,60	1,76±0,30	2,8±0,50	2,73±0,50

4.2.5 *Исследование динамики изменения концентрации и анализ соотношений концентраций фенольных альдегидов и кислот в коньячных дистиллятах.* Экспериментально установлено, что накопление фенольных альдегидов в коньячных дистиллятах по мере увеличения срока выдержки происходит только до определенного периода (Рисунок 9), который может рассматриваться как общий «максимум накопления» с индивидуальными

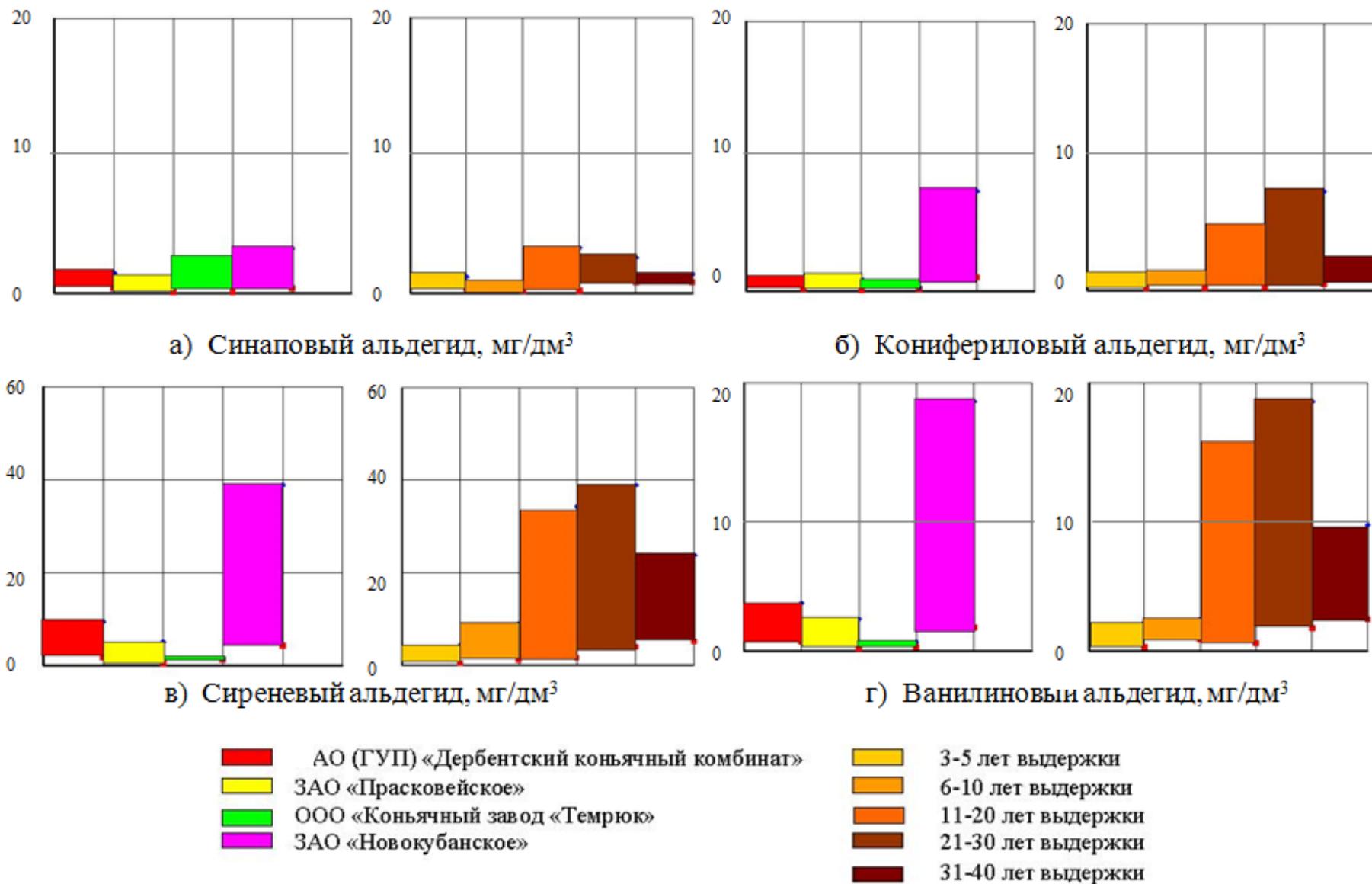


Рисунок 9 - Диапазоны концентраций фенольных альдегидов в выдержанных коньячных дистиллятах, мг/дм³

«пиками накопления» по отдельным группам веществ. По нашим данным «пик накопления» фенольных альдегидов приходится на период выдержки от 22 до 27 лет; фенольных кислот – от 25 до 30 лет выдержки. Это несколько ограничивает возможность использования данных компонентов при контроле качества как единичных показателей химического состава. Дополнительную информацию о длительности контакта коньячного дистиллята с древесиной дуба позволяет получить оценка соотношения концентраций. Установлено, что значения показателя бензойные альдегиды/коричные альдегиды в эталонных выдержанных коньячных дистиллятах находятся в диапазоне от 0,7 до 12,8. С

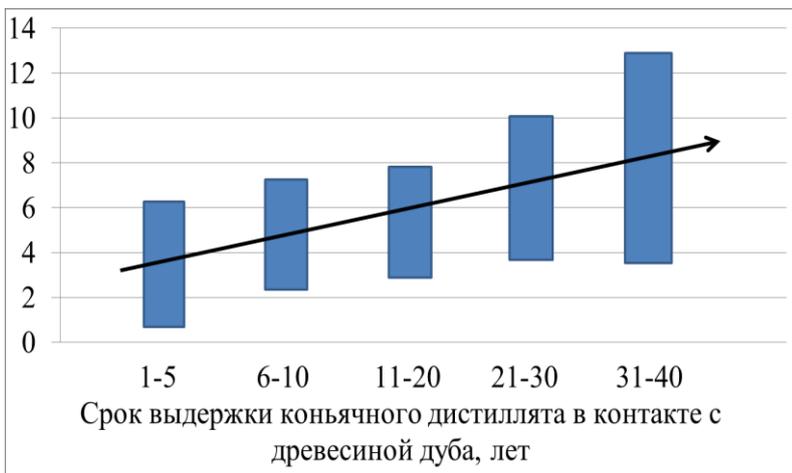


Рисунок 10 – Изменение значений показателя бензойные альдегиды/коричные альдегиды в процессе выдержки коньячных дистиллятов в контакте с древесиной дуба

увеличением срока выдержки коньячных дистиллятов в контакте с древесиной дуба повышался как нижний, так и верхний предел диапазона значений с выраженной тенденцией постоянного изменения значений анализируемого соотношения в сторону увеличения доли бензойных альдегидов (Рисунок 10). В группе дистиллятов возрастом не более 3-х лет были выявлены образцы со значениями анализируемого показателя на уровне менее 1,0; это может быть обусловлено легкостью экстракции коричных альдегидов, в особенности синапового. При анализе общей динамики изменения значений показателя бензойные альдегиды/фенольные кислоты в процессе длительной выдержки очевидные тенденции в изменении соотношения анализируемых компонентов не выявлены (Рисунок 11).

Исходя из того, что в целях активизации процессов деполимеризации лигнина дубовую клепку подвергают различным

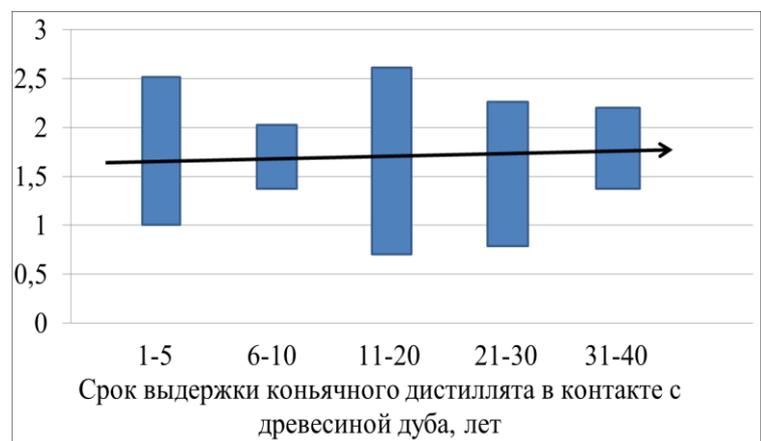


Рисунок 11 – Изменение значений показателя бензойные альдегиды/фенольные кислоты в процессе выдержки коньячных дистиллятов в контакте с древесиной дуба

обработкам, нами были проведены исследования по установлению степени влияния основных наиболее эффективных способов активации дубовой древесины на соотношение концентраций фенольных альдегидов. Термическую обработку древесины осуществляли путем нагревания дубовых кусочков при температуре 140°C в течение 45 часов; химическую обработку проводили 0,3%-ми растворами соляной кислоты и гидроокиси натрия; биохимическую активацию осуществляли посредством применения суспензией ферментного препарата. Обработанную клепку выдерживали в контакте с молодым коньячным дистиллятом (60% об.) из расчета удельной поверхности 150 см²/дм³ в течение 1 месяца. Результаты представлены на Рисунке 12.

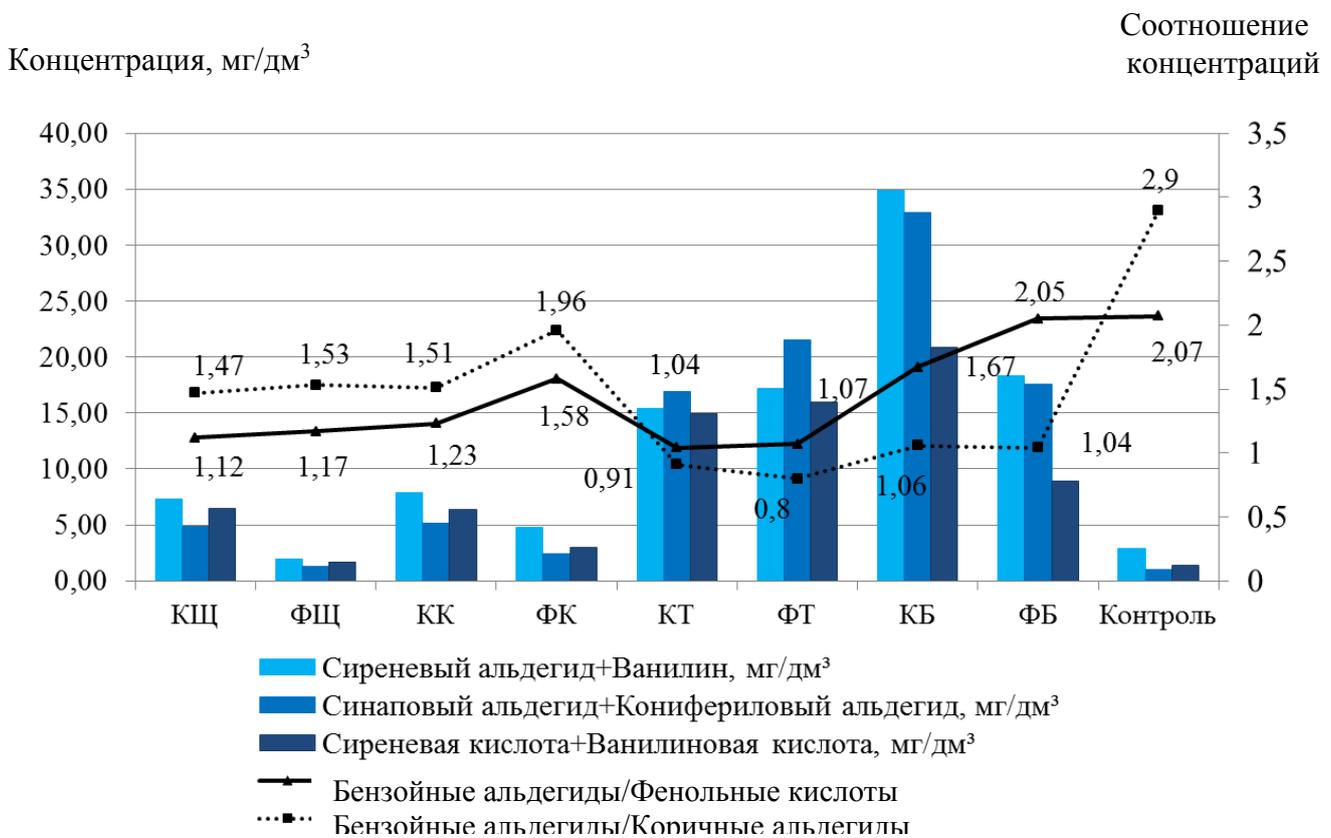


Рисунок 12 – Влияние способа обработки дубовой древесины на уровень массовой концентрации и соотношение фенольных альдегидов и кислот (Первая буква: К-кавказский дуб, Ф – французский дуб; Вторая буква: Щ – щелочная обработка, К – кислотная обработка, Т – термообработка, Б – биохимическая обработка; Контроль – трехлетний коньячный дистиллят)

Согласно полученным экспериментальным данным в образцах с применением щелочного, кислотного и биохимического способов значения показателя бензойные альдегиды/коричные альдегиды составили более 1,0 и менее 2,0; в образцах с применением термического способа значения не превышали 1,0. Полученные результаты свидетельствуют о том, что именно термическая обработка способствует наибольшему извлечению коричных

альдегидов из верхних слоев древесины, тогда как при щелочной, кислотной и биохимической обработках процессы деполимеризации лигнина и экстракции фенольных альдегидов протекают сравнительно мягче. Кроме того, установлено, что термическая обработка активизирует процессы окисления бензойных альдегидов до соответствующих кислот. Вероятно, такой эффект обусловлен особенностями термолиза древесины дуба. Следует отметить, что при последующей выдержке опытных образцов (независимо от способа обработки) значения показателя бензойные альдегиды/коричные альдегиды увеличивались. В образцах, выдержанных свыше одного года, значения установлены на уровне более 1,0; в образцах, выдержанных три года и более, значения показателя составляли не менее 2,0. Значения показателя бензойные альдегиды/фенольные кислоты в опытных образцах варьировали в диапазоне от 0,7 до 3,0.

4.2.6 Исследование динамики изменения концентраций и соотношений концентраций дубильных веществ, сахаров и экстракта. Согласно результатам экспериментальных исследований в эталонных коньячных дистиллятах и коньяках концентрация дубильных веществ составляет 0,2-2,7 г/дм³, сахаров - <0,6-3,8 г/дм³, экстракта (только по коньячным дистиллятам) – 0,3-6,7 г/дм³. При анализе динамики накопления сахаров в продукции ряда хозяйств в период выдержки от 20 до 30 лет зафиксировано наличие «пика накопления» с максимальными концентрациями сахаров на уровне 3,4-3,8 г/дм³.

Согласно полученным экспериментальным данным значения показателя дубильные вещества/общий экстракт в эталонных коньячных дистиллятах (до 40 лет выдержки включительно) варьируют в диапазоне от 0,2 до 0,9 с выраженной тенденцией снижения значений с увеличением срока выдержки дистиллятов в контакте с древесиной дуба (Рисунок 13).

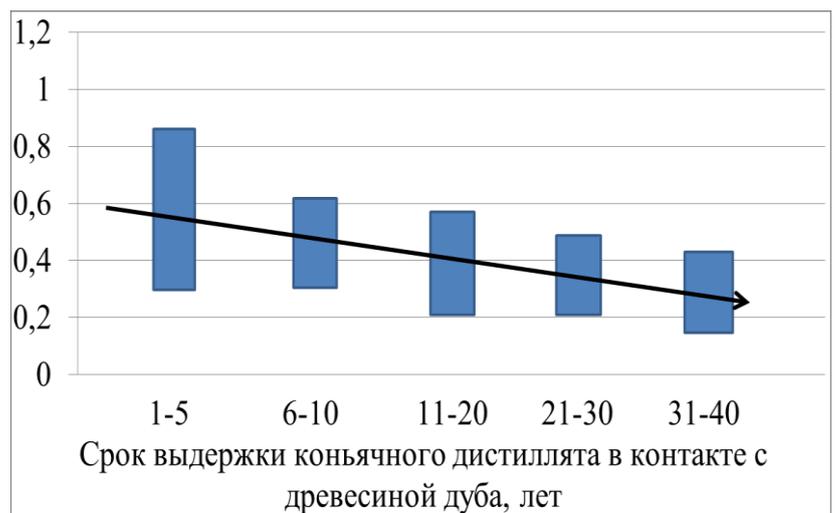


Рисунок 13 – Изменение значений показателя дубильные вещества/общий экстракт в зависимости от срока выдержки коньячных дистиллятов в контакте с древесиной дуба

Концентрация галловой кислоты в эталонных образцах выдержанных коньячных дистиллятов (1-40 лет) установлена в диапазоне от 0,1 до 34,4 мг/дм³ с очень широким разбросом единичных значений. Такие данные могут быть обусловлены как разновидностями используемой древесины дуба, так и длительностью использования дубовых бочек. Наличие корреляции между концентрациями галловой кислоты и дубильных веществ подтверждает тот факт, что в коньячных дистиллятах доля свободной галловой кислоты в составе дубильных веществ коньячного дистиллята не должна превышать определенных значений. Это обусловлено тем, что гидролизуемые таниды, представляющие собой сложные эфиры галловой кислоты и ее димеров, в целом составляют около 10% дубильных веществ дуба. Введение расчетного показателя, основанного на данной зависимости, позволит выявлять случаи моделирования образцов путем внесения различного рода добавок с высоким уровнем концентрации галловой кислоты. В результате проведенных нами экспериментальных исследований установлено, что значения показателя

(галловая кислота/дубильные вещества) \times 100 в коньячных дистиллятах 1-40 лет выдержки, выработанных в разных зонах производства в условиях различных хозяйств-изготовителей, в целом не превышали 5,0. Взаимосвязь между сроком выдержки коньячных дистиллятов и значениями анализируемого расчетного показателя не выявлена (Рисунок 14).

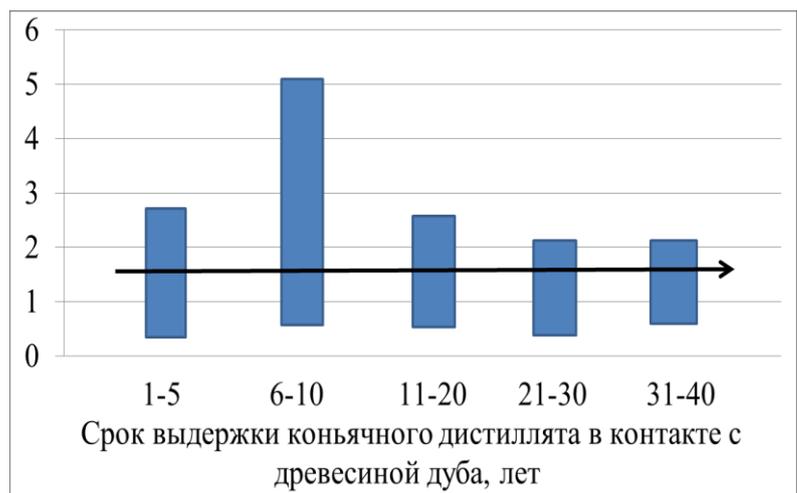


Рисунок 14 – Изменение диапазонов варьирования значений показателя (галловая кислота/дубильные вещества) \times 100 в зависимости от срока выдержки коньячных дистиллятов в контакте с древесиной дуба

При оценке степени влияния наиболее используемых способов предварительной активации древесины дуба на изменение значений показателей дубильные вещества/общий экстракт и (галловая кислота/дубильные вещества) \times 100 установлено, что в результате кратковременной выдержки при наличии приемов активации древесины дуба доля дубильных веществ в сухом остатке существенно повышается. При этом независимо от способа обработки древесины при выдержке на французском дубе дубильные вещества извлека-

лись более интенсивно, чем при выдержке на кавказском дубе, что может быть обусловлено особенностями структуры дубов (Рисунок 15).

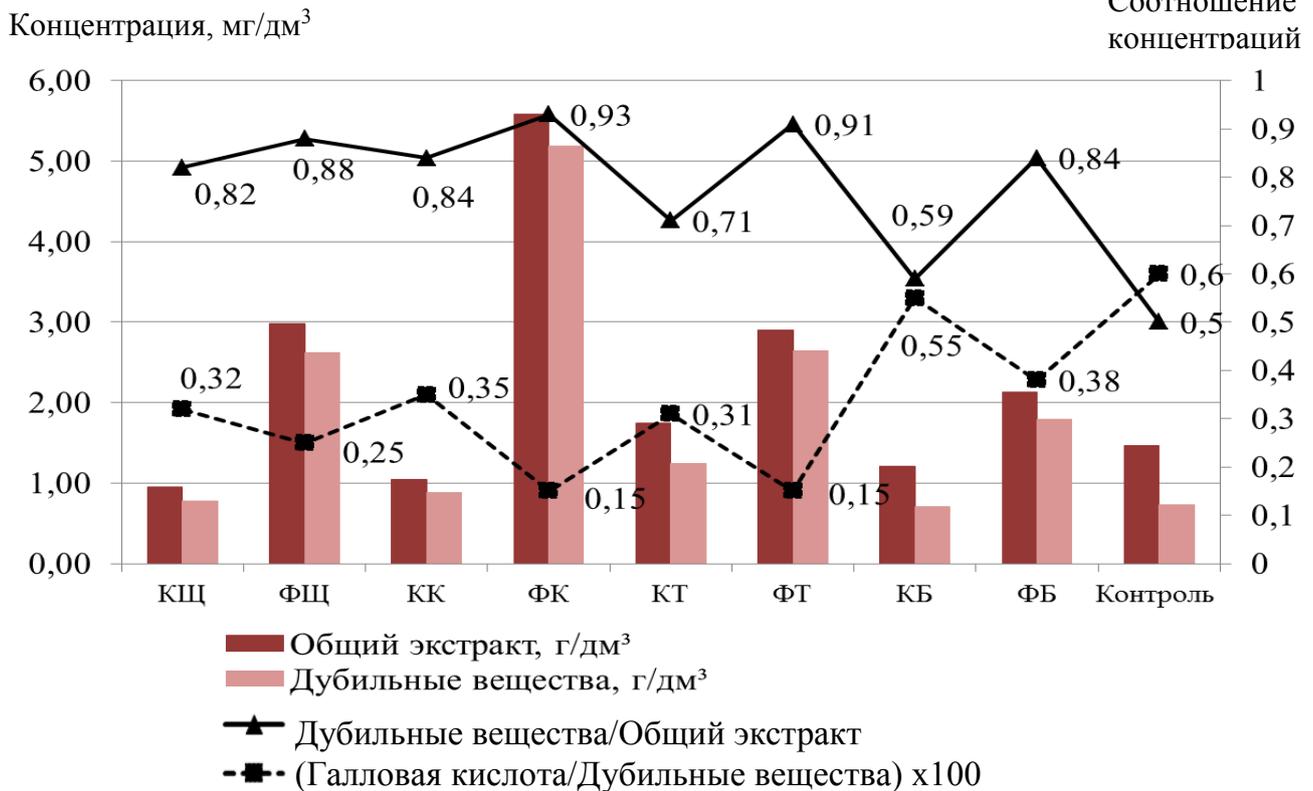


Рисунок 15 – Влияние способа обработки дубовой древесины на уровень массовой концентрации и соотношение экстрагируемых компонентов (Первая буква: К-кавказский дуб, Ф – французский дуб; Вторая буква: Щ – щелочная обработка, К – кислотная обработка, Т – термообработка, Б – биохимическая обработка; Контроль – трехлетний коньячный дистиллят)

Полученные в ходе экспериментальных исследований результаты подтверждают целесообразность использования показателей бензойные альдегиды/коричные альдегиды, бензойные альдегиды/фенольные кислоты, дубильные вещества/общий экстракт и (галловая кислота/дубильные вещества) x 100 в комплексе с известным показателем сиреневый альдегид/ванилин (с уточненным в ходе исследований диапазоном) в качестве дополнительных расчетных показателей, позволяющих оценивать контакт дистиллятов с древесиной дуба, в том числе, выявлять дистилляты со сроком выдержки менее 3-ех лет, а также выявлять нарушения, обусловленные использованием ванилинсодержащих добавок и добавок на основе галловой кислоты.

5 Совершенствование системы контроля качества коньячных дистиллятов и коньяков

Практическим результатом развития методологии контроля качества коньячных дистиллятов и коньяков является усовершенствованная система контроля качества, в основу которой положено совместное использование показате-

телей качества, установленных в действующих нормативных документах, определяемых по стандартизованным методикам, и перечня дополнительных показателей контроля качества, определяемых с помощью усовершенствованных методик измерений. Сформированный перечень дополнительных показателей контроля качества и типичные диапазоны варьирования значений показателей, характерные для коньячной продукции, представлены в Таблице 12.

Таблица 12 - Перечень дополнительных показателей контроля качества с указанием норм содержания критериальных компонентов и допустимых интервалов варьирования значений расчетных показателей

Наименование показателя	Код	Значение
<i>Коньячные дистилляты молодые и выдержанные, коньяки российские</i>		
Изоамиловый спирт/изобутиловый спирт, не менее	П1	2,0
Массовая концентрация 1-бутанола, мг/дм ³ , не более	П2	30,0
Массовая концентрация 1-гексанола, мг/дм ³	П3	5,0-80,0
Массовая концентрация 1-пентанола, мг/дм ³ , не более	П4	10,0
Массовая концентрация 2-фенилэтанола, мг/дм ³ , не более	П5	150,0
Массовая концентрация метанола, мг/дм ³	П6	100-650
1-Пропанол/метанол	П7	0,3-3,0
Массовая концентрация 2-бутанола, мг/дм ³ , не более	П8	10,0
Массовая концентрация пропионовой кислоты, мг/дм ³ , не более	П9	15,0
Массовая концентрация масляной кислоты, мг/дм ³ , не более	П10	30,0
Массовая концентрация ацетоина, мг/дм ³ , не более	П11	15,0
Массовая концентрация диацетила, мг/дм ³ , не более	П12	10,0
Уксусная кислота : ацетальдегид : этилацетат	П13	(0,3-5,0): 1:(1,0-15,0)
Массовая концентрация изоамилацетата, мг/дм ³ , не более	П14	10,0
Массовая концентрация этилкаприлата, мг/дм ³ , не более	П15	40,0
Массовая концентрация 1,2-пропандиола, мг/дм ³ , не более	П16	5,0
<i>Коньячные дистилляты, выдержанные в контакте с древесиной дуба не менее трех лет, коньяки российские</i>		
Массовая концентрация синапового альдегида, мг/дм ³	П17	0,1-10,0
Массовая концентрация каниферилового альдегида, мг/дм ³	П18	0,1-10,0
Массовая концентрация сиреневого альдегида, мг/дм ³	П19	0,4-40,0
Массовая концентрация ванилина, мг/дм ³	П20	0,2-20,0
Массовая концентрация сиреновой кислоты, мг/дм ³	П21	0,2-30,0
Массовая концентрация ванилиновой кислоты, мг/дм ³	П22	0,2-30,0
Массовая концентрация галловой кислоты, мг/дм ³ , не более	П23	50,0
Массовая концентрация дубильных веществ, г/дм ³	П24	0,2-3,0
*Массовая концентрация сахаров, г/дм ³ , не более	П25	4,0
Сиреневый альдегид/ванилин, не менее	П26	1,5
Бензойные альдегиды/коричные альдегиды, не менее	П27	1,0
Бензойные альдегиды/фенольные кислоты, не более	П28	3,0
*Дубильные вещества/общий экстракт, не более	П29	0,7
(Галловая кислота/дубильные вещества) x 100, не более	П30	5,0

*- показатель контроля только для коньячных дистиллятов

Оцениваемые факторы и подфакторы типичности с указанием кодов показателей контроля качества представлены в Таблице 13.

Таблица 13 – Факторы (подфакторы) типичности и показатели контроля

Факторы	Подфакторы	Код подфактора	Код показателя
«Первичное сырье» и «Перегонка»	Диапазон концентраций этилового спирта (%об.) в дистилляте после перегонки (косвенно способ дистилляции)	ПФ1	П1
	Качество сырья	ПФ2	П8-П14
	Вид сырья	ПФ3	П2-П8; П15
	Использование синтетических ароматизаторов	ПФ4	П16
«Выдержка в контакте с древесиной дуба»	Использование сахаросодержащих добавок	ПФ5	П25
	Использование добавок на основе галловой кислоты	ПФ6	П30
	Использование ускоренных способов активации дубовой древесины (косвенно длительность выдержки)	ПФ7	П27; П29
	Контакт коньячного дистиллята с древесиной дуба	ПФ8	П17-П24
	Использование ванилинсодержащих добавок	ПФ9	П26; П28

Элементами совершенствования системы контроля качества являются:

- сформированная расширенная база данных (характеристик) эталонных коньячных дистиллятов и коньяков, выработанных в разных географических зонах;
- усовершенствованная методическая база (перечень научно обоснованных дополнительных показателей контроля качества, соответствующие аттестованные методики определения покомпонентного состава продукции);
- алгоритм оценки подлинности и выявления признаков фальсификации коньячных дистиллятов и коньяков.

Порядок проведения исследования образцов продукции. Исследование осуществляют в три этапа: определение нормируемых в НД физико-химических показателей; определение органолептических показателей; определение дополнительных показателей с целью подтверждения подлинности образца и выявления признаков фальсификации. Оценку уровня качества исследуемого образца по дополнительным показателям качества осуществляют дифференциальным методом путем сравнения полученных данных с табличными.

Усовершенствованная система контроля качества коньячных дистиллятов и коньяков представлена на Рисунке 16.



Рисунок 16 - Усовершенствованная система контроля качества коньячных дистиллятов и коньяков

Заключение

Выполнено комплексное научное исследование, позволившее научно обосновать и развить методологию контроля качества коньячных дистиллятов и коньяков, базирующегося на дифференциальной оценке расширенной совокупности контролируемых показателей в целях подтверждения подлинности образцов продукции и выявления в них признаков фальсификации. На основании результатов проведенных исследований сделаны следующие выводы и рекомендации:

1. Сформулирована и теоретически обоснована концепция контроля качества коньячных дистиллятов и коньяков, базирующегося на дифференциальной оценке расширенной совокупности контролируемых показателей коньячной продукции, научной основой которой являются новые закономерности последовательного формирования состава летучих примесных и экстрагируемых компонентов в коньячной продукции с учетом влияния доминирующих факторов типичности.

2. Обоснован подход к выбору дополнительных критериев и показателей контроля качества коньячных дистиллятов и коньяков, предусматривающий:

- формирование коллекции эталонных (базовых) образцов коньячных дистиллятов разного срока выдержки и коньяков разных категорий, вырабатываемых по полному циклу в разных географических зонах с допустимым варьированием технологических приемов,

- формирование расширенной базы данных на основе комплексного исследования органолептических свойств и покомпонентного состава летучих примесных и экстрагируемых компонентов эталонных образцов коньячной продукции,

- обоснование предварительной номенклатуры критериев контроля качества коньячной продукции на основе использования методов математической статистики с выявлением корреляций между существенными признаками (хозяйство-изготовитель, срок выдержки, органолептическая оценка, концентрации компонентов);

- формирование номенклатуры показателей контроля качества коньячной продукции посредством оценки влияния доминирующих факторов (подфакторов) типичности на варьирование значений контролируемых показателей.

3. Раскрыты новые закономерности формирования состава коньячной продукции, положенные в основу выбора дополнительных критериев контроля ка-

чества. Обосновано формирование комплекса единичных критериальных компонентов на основе систематизации фактических данных о составе эталонных (базовых) образцов с учетом вариативности, обусловленной комплексным влиянием почвенно-климатического, агробиологического и технологического факторов с выявлением тенденций в накоплении отдельных летучих примесных и экстрагируемых компонентов. Предложен подход к выбору расчетных критериев, основанный на анализе установленных закономерностей новообразования компонентов коньячной продукции в процессе перегонки (виноматериалов и спирта-сырца) и последующей выдержки в контакте с древесиной дуба (коньячных дистиллятов).

4. Сформирован комплекс аттестованных аналитических методик определения содержания критериальных компонентов в коньячной продукции, включающий усовершенствованную методику определения фенольных альдегидов и кислот методом капиллярного электрофореза, усовершенствованную методику определения дубильных веществ титриметрическим методом и модифицированную методику определения летучих примесных компонентов газохроматографическим методом.

5. Усовершенствована методика исследования органолептических свойств коньячных дистиллятов и коньяков на основе применения сенсорного профильного метода, предусматривающая определение Частоты идентификации оттенков (букет, цвет, вкус) с формированием базы органолептических профилей.

6. Систематизированы результаты комплексной оценки химического состава и органолептических свойств эталонных коньячных дистиллятов и коньяков, выработанных в разных географических зонах. На основе использования статистического анализа многомерных матриц сопряженных признаков с последующим однофакторным дисперсионным анализом сформирован перечень единичных компонентов состава коньячной продукции (массовые концентрации ацетальдегида, этилацетата; метилацетата; этилкаприлата; изобутанола; изоамилового спирта; 1-бутанола; 2-бутанола; 1-гексанола; уксусной кислоты; масляной кислоты; β -фенилэтанола; сиреневого альдегида; ванилина; дубильных веществ), рассматриваемых в качестве основы для формирования показателей контроля качества, и обоснован выбор расчетных критериев контроля качества, базирующихся на анализе соотношений концентраций изобутилового и изоамилового спиртов; метанола и 1-пропанола; этилацетата, ацетальдегида и уксусной кислоты; сиреневого, ванилинового, кониферилового альдегидов, ва-

нилиновой и сиреневой кислот; галловой кислоты и дубильных веществ; дубильных веществ и общего экстракта (в коньячных дистиллятах).

7. Экспериментально подтверждено влияние доминирующих факторов типичности на вариабельность содержания критериальных летучих примесных и экстрагируемых компонентов в коньячной продукции, обоснован выбор и установлены типичные диапазоны варьирования концентраций единичных контролируемых критериальных компонентов состава. Установлено, что для коньячных дистиллятов (молодых и выдержанных) и коньяков российских типичными являются концентрации 1-гексанола на уровне 5,0-80,0 мг/дм³; метанола на уровне 100-650 мг/дм³. На основе систематизации полученных комплексных данных установлено, что в качественных коньячных дистиллятах (молодых и выдержанных) и коньяках российских концентрация 1-бутанола не превышает 30,0 мг/дм³, 1-пентанола - 10,0 мг/дм³; β-фенилэтанола - 150,0 мг/дм³; 2-бутанола - 10,0 мг/дм³; пропионовой кислоты - 15,0 мг/дм³; масляной кислоты - 30,0 мг/дм³; ацетоина - 15,0 мг/дм³; диацетила - 10,0 мг/дм³; этилкаприлата - 40,0 мг/дм³; изоамилацетата - 10,0 мг/дм³; 1,2-пропандиола - 5,0 мг/дм³. Экспериментально установлено, что для коньячных дистиллятов, выдержанных в контакте с древесиной дуба не менее трех лет, и коньяков российских типичными являются концентрации синапового и каниферилового альдегидов на уровне 0,1-10,0 мг/дм³; сиреневого альдегида на уровне 0,4-40,0 мг/дм³; ванилина 0,2-20,0 мг/дм³; сиреневой и ванилиновой кислот 0,2-30,0 мг/дм³; дубильных веществ 0,2-3,0 г/дм³. Установлено, что в выдержанных коньячных дистиллятах и коньяках концентрация галловой кислоты не превышает 50,0 мг/дм³, а массовая концентрация сахаров составляет не более 4,0 г/дм³.

8. Научно обоснована и экспериментально подтверждена целесообразность использования в качестве дополнительных критериев контроля расчетных показателей, основанных на оценке соотношений концентраций компонентов состава. Экспериментально подтверждено, что в качестве расчетных критериев контроля качества коньячной продукции целесообразно использование следующих соотношений концентраций компонентов с указанными диапазонами варьирования значений: изоамиловый спирт/изобутиловый спирт (не менее 2,0); 1-пропанол/метанол (0,3-3,0); дубильные вещества/общий экстракт (не более 0,7 в коньячных дистиллятах со сроком выдержки не менее трех лет); (галловая кислота/дубильные вещества) × 100 (не более 5,0 в коньяках и коньячных дистиллятах со сроком выдержки не менее трех лет); сиреневый альдегид/ванилин (не менее 1,5 в коньяках и коньячных дистиллятах со сроком выдержки не ме-

нее трех лет); сумма бензойных альдегидов/сумма коричных альдегидов (не менее 1,0 в коньяках и коньячных дистиллятах со сроком выдержки не менее трех лет); сумма бензойных альдегидов/сумма фенольных кислот (не более 3,0 в коньяках и коньячных дистиллятах со сроком выдержки не менее трех лет); соотношение уксусная кислота : ацетальдегид : этилацетат (0,3-5,0):1:(1,0-15,0).

9. Сформирован перечень контролируемых показателей качества коньячной продукции, включающий 30 показателей, в том числе, 8 расчетных, с указанием норм содержания критериальных компонентов химического состава и допустимых интервалов варьирования значений расчетных показателей, и показана взаимосвязь между установленными показателями контроля качества и оцениваемыми подфакторами типичности: диапазон концентраций (% об.) этилового спирта в дистилляте, полученном после перегонки (косвенно способ дистилляции); качество и вид первичного сырья; использование некоторых видов синтетических ароматизаторов и добавок; контакт коньячного дистиллята с древесиной дуба; использование ускоренных способов активации дубовой древесины (косвенно длительность выдержки).

10. Усовершенствована система контроля качества коньячных дистиллятов и коньяков за счет введения дополнительных научно обоснованных показателей контроля качества и комплекса методик измерений, реализованных в качестве стандартов организации (СТО). Расчетный экономический эффект от внедрения усовершенствованной системы контроля качества в схему производственного контроля трех-пятилетних коньяков составил 43-56 руб. на бутылку (0,5 дм³) в ценах 2016 года.

11. Результаты исследований апробированы и внедрены в практику «Центрального экспертно-криминалистического таможенного управления Экспертно-криминалистическая служба – региональный филиал Центрального экспертно-криминалистического таможенного управления» (г. Ростов-на-Дону), Научного центра «Виноделие» ФГБНУ СКЗНИИСиВ (г. Краснодар), Центра качества вина НИИ Биотехнологии и сертификации пищевой продукции ФГБОУ ВО «Кубанский государственный аграрный университет имени И.Т. Трубилина» (г. Краснодар).

Список работ, опубликованных по теме диссертации

Монографии

1. **Оселедцева, И.В.** Оценка подлинности коньячных дистиллятов: монография / И.В. Оселедцева; под ред. Т.И. Гугучкиной. – Краснодар: Известия вузов «Пищевая технология», 2012. – 195 с. – Деп. В ВИНТИ 18.04.2012, № 160-В2012
2. Егоров, Е.А. Географические зоны производства вин и национальных коньяков (бренди) высокого качества на юге России: монография / Е.А. Егоров, Т.И. Гугучкина, А.М. Аджиев, **И.В. Оселедцева**. – Краснодар: ГНУ СКЗНИИСиВ; Просвещение-Юг, 2013. – 155с.
3. **Оселедцева, И.В.** Теоретические и практические аспекты контроля качества коньячных дистиллятов и коньяков / И.В. Оселедцева. – Краснодар: Экоинвест, 2016. – 295 с.

Патенты РФ

1. Пат. 2147372 Российская Федерация. МПК⁷ G01N33/14, C12G3/07. Способ определения возраста и натуральности коньяка / Соболев Э.М., **Оселедцева И.В.**; заявитель и патентообладатель Кубанский государственный технологический университет. – № 99107415/13; заявл. 31.03.1999; опубл. 10.04.2000, Бюл. № 10 (Пч.). – 6 с.
2. Пат. 2384840 Российская Федерация. МПК G01N33/14. Способ экспресс-диагностики натуральности винных изделий / Соболев Э.М., **Оселедцева И.В.**, Лисовец А.А., Савина Л.В.; заявитель и патентообладатель ГОУВПО «КубГТУ». – № 2008112483/13; заявл. 31.03.2008; опубл. 20.03.2010, Бюл. № 8 (Пч.). – 9 с.
3. Пат. 2433167 Российская Федерация. МПК C12G3/07, C12H1/22. Способ обработки дубовой клепки, используемой при созревании коньячных и им подобных спиртов / Агеева Н.М., Гугучкина Т.И., **Оселедцева И.В.**, Кокорина К.В.; заявитель и патентообладатель ГНУ СКЗНИИСиВ Россельхозакадемии. – № 2010116607/10; заявл. 26.04.2010; опубл. 10.11.2011, Бюл. № 31 (Пч.). – 7 с.
4. Пат. 2495923 Российская Федерация. МПК C12G3/07, C12H1/22. Способ обработки дубовой клепки, используемой при созревании коньячных и им подобных дистиллятов / **Оселедцева И.В.**, Кирпичева Л.С.; заявитель и патентообладатель Оселедцева И.В., Кирпичева Л.С. – № 2012113915/10; заявл. 10.04.2012; опубл. 20.10.2013, Бюл. № 29 (Пч.). – 8 с.
5. Пат. 2488817 Российская Федерация. МПК G01N33/14. Способ определения качества коньячных дистиллятов / Гугучкина Т.И., **Оселедцева И.В.**; заявитель и патентообладатель ГНУ СКЗНИИСиВ Россельхозакадемии. – № 2012115133/15; заявл. 16.04.2012; опубл. 27.07.2013, Бюл. № 21 (Пч.). – 13 с.

Научные статьи в журналах, включенных в Перечень ВАК при Минобрнауки России для публикации результатов диссертационных исследований

1. Соболев, Э.М. Идентификация подлинности и уровня качества коньячной продукции / Э.М. Соболев, **И.В. Оселедцева** // Изв. вузов. Пищ. технология. – 2005. – № 5-6. – С. 98-101
2. **Оселедцева, И.В.** Легколетучие компоненты выдержанных коньячных дистиллятов и российских коньяков, произведенных из отечественного сырья / И.В. Оселедцева, Н.М. Агеева, Т.И. Гугучкина, Ю.Ф. Якуба, Э.М. Соболев // Виноделие и виноградарство. – 2008. – № 5. – С. 12-15
3. Сенькина, Е.В. Влияние внекорневых подкормок винограда микроудобрениями на качество коньячных виноматериалов и дистиллятов / Е.В. Сенькина А. В. Прах, Т.И. Гугучкина, **И.В. Оселедцева**, Е. Якименко // Виноделие и виноградарство. – 2008. – № 6. – С. 18-21
4. **Оселедцева, И.В.** Динамика ароматических альдегидов и кислот в коньячных спиртах и коньяках / И.В. Оселедцева, Т.И. Гугучкина, Э.М. Соболев // Виноделие и виноградарство. – 2008. – № 6. – С.15-17
5. **Оселедцева, И.В.** Характеристика легколетучих идентификационных показателей коньячной продукции с помощью метода сопряженных признаков (Часть 1) / И.В. Оселедцева, Т.И. Гугучкина, Л.М. Лопатина // Виноделие и виноградарство. 2009. – № 3. – С. 12-16

6. **Оселедцева, И.В.** Характеристика легколетучих идентификационных показателей коньячной продукции с помощью метода сопряженных признаков (Часть 2) / И.В. Оселедцева, Т.И. Гугучкина, Л.М. Лопатина // Виноделие и виноградарство. 2009. – № 4. – С. 27-29
7. **Оселедцева, И.В.** Характеристика легколетучих идентификационных показателей коньячной продукции с помощью метода сопряженных признаков (Часть 3) / И.В. Оселедцева, Т.И. Гугучкина, Л.М. Лопатина // Виноделие и виноградарство. 2009. – № 5. – С. 10-11
8. **Оселедцева, И.В.** Характеристика легколетучих идентификационных показателей коньячной продукции с помощью метода сопряженных признаков (Часть 4) / И.В. Оселедцева, Т.И. Гугучкина, Л.М. Лопатина // Виноделие и виноградарство. 2009. – № 6. – С. 12-15
9. Робияр, Б. Сравнительная характеристика молодых столовых сухих белых виноматериалов, выработанных с применением новых штаммов АСД селекции Института Энологии Шампани (Франция) / Б. Робияр, А. Шварц, **И.В. Оселедцева**, Т.И. Гугучкина // Виноделие и виноградарство. – 2009. – № 4. – С. 30-32
10. **Оселедцева, И.В.** Практическая реализация современного подхода к вопросам по установлению подлинности коньячной продукции / И.В. Оселедцева, Т.И. Гугучкина, Э.М. Соболев // Изв. вузов «Пищевая технология». – 2010. – № 2-3. – С.104-108
11. **Оселедцева, И.В.** Экстрактивные идентификационные показатели коньячной продукции / И.В. Оселедцева, Т.И. Гугучкина, Л.М. Лопатина // Виноделие и виноградарство. – 2010. – №1. – С. 11-15
12. Агеева, Н.М. Обеспечение качества и безопасности винодельческой продукции – важнейшая государственная задача / Н.М. Агеева, Т.И. Гугучкина, **И.В. Оселедцева** // Пищевая промышленность. – 2010. – № 12. – С. 50-52
13. **Оселедцева, И.В.** Контроль коньяков (на основе анализа легколетучих компонентов) / И.В. Оселедцева // Ежемесячный научно-практический журнал «Методы оценки соответствия». – 2011. – №1. – С. 30-33
14. **Оселедцева, И. В.** Методика определения ароматических альдегидов и кислот в коньячной продукции / И.В. Оселедцева, Т.И. Гугучкина, К.В. Резниченко, М.В. Антоненко. – Краснодар: Известия вузов «Пищевая технология», 2011.–7 с.: – Деп. в ВИНТИ, 21.02.2011, № 78-В2011
15. **Оселедцева, И. В.** Характеристика подлинных и забракованных образцов бренди (коньяков) / И.В. Оселедцева, Т.И. Гугучкина, М.Г. Марковский, К.В. Резниченко // Виноделие и виноградарство. – 2011. – № 2. – С. 16-17
16. **Оселедцева, И.В.** Диапазоны концентраций экстрактивных компонентов коньячной продукции в зависимости от категории (возраста) и изготовителя / И.В. Оселедцева, Т.И. Гугучкина. – Краснодар: Известия вузов «Пищевая технология», 2011. – 14 с. – Деп. в ВИНТИ, 28.06.2011, № 310-В2011
17. **Оселедцева, И.В.** Диапазоны концентраций легколетучих компонентов коньячной продукции в зависимости от категории (возраста) и изготовителя / И.В. Оселедцева, Т.И. Гугучкина. – Краснодар: Известия вузов «Пищевая технология», 2011. – 23 с. – Деп. в ВИНТИ, 28.06.2011, № 311-В2011
18. **Оселедцева, И.В.** Установление соотношений между концентрациями характеристических экстрактивных компонентов в коньячной продукции / И.В. Оселедцева, Т.И. Гугучкина // Виноделие и виноградарство. – 2011. – № 6. – С. 18-22
19. **Оселедцева, И.В.** Динамика изменения отношений концентраций характеристических легколетучих компонентов коньячной продукции / И.В. Оселедцева, Т.И. Гугучкина, Е.В. Кушнерева // Изв. Вузов «Пищевая технология». – 2011. – № 5-6. – С. 16-19
20. **Оселедцева, И.В.** Сравнительная оценка состава легколетучих компонентов отечественных и импортных коньячных дистиллятов / И.В. Оселедцева, Т.И. Гугучкина, Ю.Ф. Якуба, Л.С. Кирпичева, В.А. Маркосов, А.О. Тягилев//Виноделие и виноградарство.– 2012. – № 2. – С. 18-20
21. **Оселедцева, И.В.** Легколетучие компоненты коньячных дистиллятов, вырабатываемых в странах ближнего и дальнего зарубежья / И.В. Оселедцева, Т.И. Гугучкина. – Краснодар: Известия вузов «Пищевая технология», 2012. – 22 с. – Деп. В ВИНТИ 18.04.2012, № 161-В2012

22. **Оселедцева, И.В.** Сравнительная оценка состава фенольных альдегидов и кислот в отечественных и импортных коньячных дистиллятах / И.В. Оселедцева, Т.И. Гугучкина // Изв. Вузов «Пищевая технология». – 2012. – № 4. – С. 16-19
23. **Оселедцева, И.В.** Особенности химического состава дистиллятов, вырабатываемых из виноградного сырья / И.В. Оселедцева, Т.И. Гугучкина, М.Г. Марковский, П.Е. Романишин, В.Г. Попандопуло // Виноделие и виноградарство. – 2012. – № 6. – С. 20-22
24. Резниченко, К.В. Биологическая активация дубовой древесины в коньячном производстве / К.В. Резниченко, **И.В. Оселедцева**, Т.И. Гугучкина // Виноделие и виноградарство. – 2012. – № 5. – С. 20-22
25. **Оселедцева, И.В.** Перспективы производства российских коньяков высшей категории качества в Краснодарском крае / И.В. Оселедцева, Т.И. Гугучкина // Изв. вузов «Пищевая технология». – 2013. – № 5-6. – С. 61-66
26. **Оселедцева, И.В.** Особенности химического состава коньячных дистиллятов, вырабатываемых в разных географических зонах / И.В. Оселедцева, Т.И. Гугучкина, В.А. Маркосов, М.Н. Простак // Научно-производственный журнал «Магарач» Виноградарство и виноделие. – 2013. – № 2. – С. 26-28
27. **Оселедцева, И.В.** Использование сенсорного профильного метода анализа для оценки качества коньячной продукции / И.В. Оселедцева, Т.И. Гугучкина // Виноделие и виноградарство. – 2013. – № 6. – С. 16-21
28. Резниченко, К.В. Совершенствование технологии производства коньяков на основе использования биохимически активированной дубовой клепки / К.В. Резниченко, **И.В. Оселедцева**, Т.И. Гугучкина // «Напої. Технології та Інновації». – 2014. – № 6-7 (35-36). – С. 48-49
29. **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
30. **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
31. **Оселедцева, И.В.** Обоснование расчетного показателя качества коньячной продукции на основе соотношения изобутилового и изоамилового спиртов / И.В. Оселедцева, Т.И. Гугучкина, Е.В. Сенькина // Виноделие и виноградарство. – 2015. – № 6. – С. 25-31
32. **Оселедцева, И.В.** Обоснование расчетных показателей качества выдержанных коньячных дистиллятов на основе анализа экстрагируемых веществ / И.В. Оселедцева, Н.М. Агеева // Известия ВУЗов: Пищевая технология. – 2016. – №1(349). – С. 120-123
33. **Оселедцева, И.В.** Обоснование применения расчетного показателя на основе соотношения метанола и 1-пропанола при идентификации бренди / И.В. Оселедцева, Л.С. Кирпичева // Научно-практический журнал ФГБОУ ВПО «Ставропольский государственный аграрный университет» «Вестник АПК Ставрополя». – 2016. – № 2(22). – С. 28-34
34. **Оселедцева, И.В.** Развитие методологии и совершенствование методики контроля качества коньячных дистиллятов и коньяков / И.В. Оселедцева // Виноделие и виноградарство – 2016. – 2016. № 4. – С. 22-26
35. **Оселедцева, И.В.** Закономерности накопления фенольных альдегидов и кислот в выдержанных коньячных дистиллятах в зависимости от способа предварительной обработки дубовой древесины и условий выдержки / И.В. Оселедцева, Т.И. Гугучкина // Научно-практический журнал ФГБОУ ВПО «Ставропольский государственный аграрный университет» «Вестник АПК Ставрополя». – 2016. – № 3(23). – С. 47-50

*Статьи в журналах, сборниках научных трудов
и материалы научных конференций*

1. Гугучкина, Т.И. Решение проблем обеспечения безопасности винодельческой продукции путем установления ее аутентичности / Т.И. Гугучкина, Н.М. Агеева, **И.В. Оселедцева**, М.Г. Марковский, Ю.Ф. Якуба // Оптимизация технологического-экономических параметров, струк-

- туры агроценозов и регламентов возделывания плодовых культур винограда: сбор. мат-лов межд. науч.-практич. конференции / ГНУ СКЗНИИСиВ, Департамент сельского хозяйства и перерабатывающей промышленности Краснодарского края. – Краснодар, 2008. – Т. 2. – С. 164-168
2. **Оселедцева, И.В.** Влияние дрожжевых осадков и их автолизатов на качество молодых коньячных дистиллятов / И.В. Оселедцева, Т.И. Гугучкина, Н.М. Агеева, А.В. Прах, В. М. Редька // Современные проблемы техники и технологии пищевых производств: сб. мат. XI межд. науч.-практ. конф. / Алтайский Государственный Университет им. И.И. Ползунова. – Барнаул, 2008. – С. 182-186
 3. Гугучкина, Т.И. Влияние новых штаммов дрожжей на качество молодых столовых сухих красных виноматериалов / Т.И. Гугучкина, **И.В. Оселедцева**, В.М. Редька, Г.В. Хоменко // «Научные исследования и их практическое применение. Современное состояние и пути развития 2009»: сб. науч. трудов по материалам межд. научно-практич. конференции. - Одесса: Черноморье, 2009. – Т. 3. – С. 17-20
 4. Кокорина, К.В. Исследование динамики изменения экстрактивных компонентов в коньячных спиртах, вырабатываемых в РФ / К.В. Кокорина, **И.В. Оселедцева** // Пищевая промышленность и агропромышленный комплекс: достижения, проблемы, перспективы: сб. статей III межд. науч.-практ. конф. - Пенза: Приволжский Дом знаний, 2009. – С. 48-50
 5. Кокорина, К.В. Экстрактивные компоненты как определяющий фактор качества выдержанных коньячных спиртов / К.В. Кокорина, **И.В. Оселедцева**, Т.И. Гугучкина, Н.М. Агеева // «Научные исследования и их практическое применение. Современное состояние и пути развития 2009»: сб. науч. трудов по материалам межд. научно-практич. конференции. – Одесса: Черноморье, 2009. – Т. 3. – С. 20-24
 6. Дергунов, А.В. Методологический подход к расширению ассортимента винограда для коньячной промышленности на основе исследования состава летучих ароматических веществ / А.В. Дергунов, О.М. Ильяшенко, С.В. Бедарев, М.В. Климашук, Т.И. Гугучкина, **И.В. Оселедцева** // Методы и регламенты оптимизации структурных элементов агроценозов и управления реализацией продукционного потенциала растений: сб. мат-лов / ГНУ СКЗНИИСиВ. – Краснодар, 2009. – С. 404-408
 7. Гугучкина, Т.И. Разработка методики определения подлинности и выявления фальсификации коньячной продукции / Т.И. Гугучкина, **И.В. Оселедцева** // Методы и регламенты оптимизации структурных элементов агроценозов и управления реализацией продукционного потенциала растений: сб. мат-лов / ГНУ СКЗНИИСиВ. – Краснодар, 2009. – С. 404-408
 8. **Оселедцева, И.В.** Ароматические альдегиды и кислоты коньячных дистиллятов, выработанных в различных хозяйствах РФ с полным технологическим циклом / И.В. Оселедцева, Л.С. Кирпичева, Т.И. Гугучкина // “Perspektywiczne opracowania sa nauka I technikami-2011” 7-15 listopada 2011 roku: Materialy VII miedzynarodowej naukowo-prakycznej konferencji. - Rolnictwo, Przemysl, Nauka I studia. – 2011. – S.63-68
 9. **Оселедцева, И.В.** Влияние препаратов на основе иммобилизованных дрожжей на физико-химические показатели коньячных виноматериалов / И.В. Оселедцева, Л.С. Кирпичева, Т.И. Гугучкина, А.В. Прах // Dil 16. Biologicke vedy. Zemedelstvi. Zverolekarstvi: Materialy VII mezinarodni vedecko-prakticka conference “Aktualni vymozenosti vedy-2011” 27 cervna-05 cervencu 2011 roku. - Praha. Publishing House “Education and Science”, 2011. – S. 73-77
 10. **Оселедцева, И. В.** Выбор и обоснование группы критериальных легколетучих показателей качества коньячной продукции/ И.В. Оселедцева, Т.И. Гугучкина, Ю.Ф. Якуба, К.В. Резниченко // Виноградарство и виноделие: сб. науч. тр. / НИВиВ «Магарач». – Ялта, 2011. – Том XLI, ч. 1. – С. 81-85
 11. **Оселедцева, И. В.** Легколетучие идентификационные показатели качества коньячной продукции / И.В. Оселедцева, Т.И. Гугучкина, Ю.Ф. Якуба, К.В. Резниченко // Тематич. сетевой электр. науч. журнал ГНУ СКЗНИИСиВ Россельхозакадемии «Плодоводство и виноградарство Юга России». – 2011. – № 7(1). – 14 с.
 12. **Оселедцева, И.В.** Установление взаимосвязи между составом бренди и дегустационной оценкой / И.В. Оселедцева, Т.И. Гугучкина, М.Г. Марковский, К. В. Резниченко // Виногра-

- дарство и виноделие: в сб. науч. тр. / НИВиВ «Магарач». – Ялта, 2011. – Том ХLI, ч. 2. – С.100-102
13. Агеева, Н.М. Качество и безопасность винодельческой продукции. Эксклюзивность. Экспрессность. Точность / Н.М. Агеева, Т.И. Гугучкина, **И.В. Оселедцева** // Пищевая индустрия. 2011. – № 2. – С. 30-32
14. Гугучкина, Т.И. Эффективный способ выявления синтетических ароматизаторов в винодельческой продукции / Т.И. Гугучкина, **И.В. Оселедцева**, Ю.Ф. Якуба, К.В. Резниченко, М.Г. Марковский // Разработки, формирующие современный уровень развития виноделия: сб. трудов / ГНУ СКЗНИИСиВ Россельхозакадемии. – Краснодар, 2011. – С. 162-170
15. **Оселедцева, И.В.** Легколетучие компоненты коньячных дистиллятов разных стран-изготовителей / И.В. Оселедцева, Т.И. Гугучкина // Экология. Химия и химически технологии. Селско стопанство. Ветеринарна наука: мат-ли за 8-а международна научна практична конференция, «Настоящи изследования и развитие» – 2012. – София: «Бял ГРАД-БГ» ООД, 2012. – т. 18. – С. 62-67
16. Резниченко, К.В. Особенности динамики компонентов древесины дуба / К.В. Резниченко, **И.В. Оселедцева**, Т.И. Гугучкина // Экология. Химия и химически технологии. Селско стопанство. Ветеринарна наука: мат-ли за 8-а международна научна практична конференция, «Настоящи изследования и развитие» – 2012. – София: «Бял ГРАД-БГ» ООД, 2012. – т. 18. – С. 82-84
17. **Оселедцева, И.В.** Состав легколетучей фракции коньячных дистиллятов разных стран-изготовителей / И.В. Оселедцева, Т.И. Гугучкина // Экология. Химия и химически технологии. Селско стопанство. Ветеринарна наука: мат-ли за 8-а международна научна практична конференция, «Настоящи изследования и развитие» – 2012. – София: «Бял ГРАД-БГ» ООД, 2012. – т. 18. – С. 78-81
18. Кирпичева, Л.С. К вопросу о технологии коньячных виноматериалов / Л.С. Кирпичева, **И.В. Оселедцева** // Dil 80: Zemedelstvi: MaterialyVIII mezinarodni vedecko-prakticka konference “Dny vedy-2012” 27 brezen-05dubna 2012 roku. - Praha. Publishing House “Education and Science”, 2012. – S. 8-13
19. **Оселедцева, И.В.** Разработка методики выявления признаков фальсификации коньячной продукции / И.В. Оселедцева, Л.С. Кирпичева//Инновационные направления в пищевых технологиях: мат-лы V межд. науч.- практ. конф.26-29 марта 2012 г. – Пятигорск: РИА-КМВ,2012. – С. 95-102
20. Резниченко, К.В. Перспективный способ активации дубовой древесины, используемой в коньячном производстве / К.В. Резниченко, **И.В. Оселедцева**, Т.И. Гугучкина //Инновационные технологии в пищевой и перерабатывающей промышленности: сб. мат-ов I межд. науч.-практ. конф./ ФГБОУ КубГТУ. – Краснодар, 2012. – С. 325-327
21. **Оселедцева, И.В.** Разработка комплексной системы оценки и контроля качества коньяков (бренди) / И.В. Оселедцева //Инновационные технологии в пищевой и перерабатывающей промышленности: сб. мат-ов I межд. науч.- практ. конф./ ФГБОУ КубГТУ. – Краснодар, 2012. – С. 733-736
22. Казумян, К.Н. Исследование ароматических компонентов коньячных спиртов, выдержанных от 3 до 30 лет / К.Н. Казумян, Т.И. Гугучкина, **И.В. Оселедцева**, М.Р. Сукоян //Известия Национального аграрного университета Армении. – 2012. – № 3. – С. 80-83
23. **Оселедцева, И.В.** Комплексная система оценки подлинности коньяков / И.В. Оселедцева; под. ред. Ю.М. Воронкова, Н.Д. Евлоева, О.М. Ушаковой. // Современные проблемы криминалистической экспертизы материалов, веществ и изделий: мат-лы всерос. науч.-практ. семинара / ФБУ «Краснодарская лаборатория судебной экспертизы Министерства юстиции РФ». – Краснодар, 2012. – С. 17-26
24. **Оселедцева, И.В.** Химический состав коньячных дистиллятов из сорта Первенец Магарача, выращенного в разных зонах экологического оптимума Краснодарского края / И.В. Оселедцева, Л.С. Кирпичева, Т.И. Гугучкина // Биологизация и экологизация технологии производств – приоритетные направления развития отрасли. (Мат-лы науч.-практ. форума «Роль экологизации и биологизации в повышении эффективности производства плодовых

культур, винограда и продуктов его переработки»): сб. науч. трудов / ГНУ СКЗНИИСиВ. – Краснодар, 2013. – Том 4. – С. 230-236

25. **Оселедцева, И.В.** Оценка нормируемых показателей состава российских коньяков, вырабатываемых в разных географических зонах / И.В. Оселедцева, Т.И. Гугучкина // Биологизация и экологизация технологии производств – приоритетные направления развития отрасли. (Мат-лы науч.-практ. форума «Роль экологизации и биологизации в повышении эффективности производства плодовых культур, винограда и продуктов его переработки»): сб. науч. трудов / ГНУ СКЗНИИСиВ. – Краснодар, 2013. – Том 4. – С. 237-240

26. Резниченко, К.В. Технология подготовки дубовой древесины для коньячного производства с использованием биологических катализаторов (ферментов) / К.В. Резниченко, **И.В. Оселедцева** // Научно-техническое творчество молодежи – путь к обществу, основанному на знаниях: сбор. докладов Пятой межд. науч.-практ. конф. / ФГБОУ ВПО «МГСУ». – Москва: МГСУ, 2013. – С. 459-461

27. **Оселедцева, И.В.** Состав легколетучих компонентов коньячной продукции, выработанной из разных сортов винограда / И.В. Оселедцева, Л.С. Кирпичева, А.В. Прах // Díl 11. Ekologie. Zeměpis a geologie. Chemie a chemická technologie. Zemědělství. Zvěrolékařství: Materiály X mezinárodní vědecko - praktická conference «Nastolení moderní vědy – 2014». - Praha. Publishing House «Education and Science», 2014. – С. 77-81

28. **Оселедцева, И.В.** 2-Бутанол как один критериев контроля качества коньячной продукции/ И.В. Оселедцева, Т.И. Гугучкина // Механизмы и инструменты управления устойчивостью агроэкосистем плодовых культур и винограда по критериям биологизации и экологизации интенсификационных процессов: сб. науч. трудов / ГНУ СКЗНИИСиВ. – Краснодар, 2015. – Том 7. – С. 235-243

29. **Oseledtseva, I.V.** Assessing the impact of raw materials and technological factors on the level of concentration of methanol in the distillates used for the production of brandy / Inna V. Oseledtseva, Tatiana I. Guguchkina // London Review of Education and Science / “Imperial College Press”, 2015. – Vol. VII. – № 2(18). – P. 779-796

30. **Оселедцева, И.В.** Влияние вида сырья и применяемой технологии на накопление метанола в молодых дистиллятах/И.В. Оселедцева, Л.С. Кирпичева // Ecology. Geography and geology. Construction and architecture. Agriculture. Veterinary medicine: Materials of the XI International scientific and practical conference, «Conduct of modern science». - Sheffield. Science and education LTD, 2015. – Vol.21/ – P. 94-97

31. **Оселедцева, И.В.** Обоснование параметров контроля качества коньячной продукции на основе анализа состава средних эфиров / И.В. Оселедцева, Т.И. Гугучкина // Плодоводство и виноградарство Юга России [Электронный ресурс]. – Краснодар: СКЗНИИСиВ, 2016. – №38(02). – Режим доступа: <http://journal.kubansad.ru/pdf/16/02/08.pdf>

32. **Оселедцева, И.В.** Совершенствование методики контроля качества коньячной продукции / И.В. Оселедцева // Научные труды КубГТУ [Электронный ресурс] – Краснодар: КубГТУ, 2016. - № 14(ноябрь). - Режим доступа: <http://ntk.kubstu.ru/tocs/35>

Автор признателен доктору химических наук, доценту Якубе Ю.Ф., кандидату технических наук Резниченко К.В., кандидату технических наук Марковскому М.Г. и всем сотрудникам лаборатории виноделия ФГБНУ СКЗНИИСиВ за участие в проводимых экспериментальных исследованиях, а также Лопатиной Л.М. за помощь при математической обработке массивов экспериментальных данных.

Автор выражает особую благодарность доктору технических наук, профессору Ильиной Ирине Анатольевне за консультации по вопросам изложения материалов диссертации и автореферата.