

<https://doi.org/10.21603/2074-9414-2023-2-2437>  
<https://elibrary.ru/YTZEFG>

Оригинальная статья  
<https://fptt.ru>

## Методология оптимизации режимов дистилляции на основе критериев оценки качества продукта



Л. Н. Крикунова<sup>ORCID</sup>, Е. В. Дубинина\*<sup>ORCID</sup>,  
Д. А. Свиридов<sup>ORCID</sup>, С. М. Томгорова<sup>ORCID</sup>

Всероссийский научно-исследовательский институт  
пивоваренной, безалкогольной и винодельческой промышленности<sup>ORCID</sup>, Москва, Россия

Поступила в редакцию: 10.10.2022  
Принята после рецензирования: 15.11.2022  
Принята к публикации: 06.12.2022

\*Е. В. Дубинина: [elena-vd@yandex.ru](mailto:elena-vd@yandex.ru),  
<https://orcid.org/0000-0002-8364-9539>  
Л. Н. Крикунова: <https://orcid.org/0000-0002-7335-0453>  
Д. А. Свиридов: <https://orcid.org/0000-0001-8367-3523>  
С. М. Томгорова: <https://orcid.org/0000-0002-6913-9006>

© Л. Н. Крикунова, Е. В. Дубинина, Д. А. Свиридов,  
С. М. Томгорова, 2023



### Аннотация.

Для расширения ассортимента алкогольных напитков на основе дистиллятов перспективным является использование новых видов сырья, в том числе хлебопекарных отходов. Объективных методов оптимизации рабочих параметров дистилляции с учетом особенностей биохимического состава исходного сырья не существует. Целью исследования являлась разработка методологии оптимизации режимных параметров дистилляции при использовании новых видов сырья.

Объектами исследования являлись дистилляты, полученные из промышленных образцов отходов хлебопекарного производства. Переменные факторы на стадии дистилляции: скорость дистилляции от 5 до 17 см<sup>3</sup>/мин, степень подкисления сусла рН 6,0–2,0. Состав и массовую концентрацию летучих компонентов определяли методом газовой хроматографии. Органолептическая оценка была проведена группой экспертов.

По результатам однофакторных экспериментов было показано, что скорость дистилляции и степень подкисления сброженного сусла влияют на изменение концентрации отдельных летучих компонентов в дистилляте. Расчет коэффициентов парной корреляции позволил выделить наиболее значимые параметры: массовую концентрацию 1-пропанола и фенилэтилового спирта и этиллактата, сумму энантовых эфиров, отношение суммы энантовых эфиров к сумме сложных эфиров, отношение концентрации этиллактата и суммы энантовых эфиров, соотношение концентраций изобутанола и 1-пропанола. Среди выбранных показателей рассчитали коэффициенты линейной парной корреляции. На основе анализа расчетных данных была построена регрессионная модель влияния отдельных параметров на дегустационную оценку. Методом определения экстремумов функции двух переменных установили оптимальные рабочие параметры процесса дистилляции: рН 4,4 ± 0,2, скорость 9,5 ± 1,0 см<sup>3</sup>/мин.

Разработанная методика предусматривает следующую последовательность операций: установление значимости предлагаемого переменного фактора, выбор параметров оценки на основе результатов однофакторных экспериментов, определение взаимодействия и разработка регрессионной модели процесса. Этот метод может быть использован для расчета оптимальных технологических параметров дистилляции при переработке других видов сырья.

**Ключевые слова.** Алкогольные напитки, дистилляты, режимы дистилляции, скорость дистилляции, степень подкисления, оценка качества дистиллята

**Финансирование.** Статья подготовлена в рамках выполнения исследований по государственному заданию № 0585-2019-001 Федерального научного центра пищевых систем им. В. М. Горбатова РАН.

**Для цитирования:** Методология оптимизации режимов дистилляции на основе критериев оценки качества продукта / Л. Н. Крикунова [и др.] // Техника и технология пищевых производств. 2023. Т. 53. № 2. С. 326–334. <https://doi.org/10.21603/2074-9414-2023-2-2437>

## Assessment-Based Optimization of Distillation Parameters



Ludmila N. Krikunova<sup>ORCID</sup>, Elena V. Dubinina\*<sup>ORCID</sup>,  
Dmitry A. Sviridov<sup>ORCID</sup>, Svetlana M. Tomgorova<sup>ORCID</sup>

All-Russian Scientific Research Institute of the Brewing, Beverage and Wine Industry<sup>ORCID</sup>, Moscow, Russia

Received: 10.10.2022  
Revised: 15.11.2022  
Accepted: 06.12.2022

\*Elena V. Dubinina: [elena-vd@yandex.ru](mailto:elena-vd@yandex.ru),  
<https://orcid.org/0000-0002-8364-9539>  
Ludmila N. Krikunova: <https://orcid.org/0000-0002-7335-0453>  
Dmitry A. Sviridov: <https://orcid.org/0000-0001-8367-3523>  
Svetlana M. Tomgorova: <https://orcid.org/0000-0002-6913-9006>

© L.N. Krikunova, E.V. Dubinina, D.A. Sviridov,  
S.M. Tomgorova, 2023



### Abstract.

The range of high-quality alcoholic beverages could be expanded by unconventional raw materials, e.g., bakery waste. Any new technology requires optimization of operating parameters at each production stage. The sensory properties of an alcoholic drink depend on the distillation mode. However, food science knows no objective methods for optimizing distillation parameters based on the biochemical composition of the raw material. The research objective was to develop a new methodology for optimizing the distillation procedure for alcoholic drinks based on unconventional raw materials.

The research featured distillates obtained from industrial samples of bakery waste. The variable factors included the distillation rate, which ranged from 5 to 17 cm<sup>3</sup>/min, and the wort acidification degree, which was pH 6.0–2.0. The composition and mass concentration of the main volatile components were determined by gas chromatography using a Thermo Trace GC Ultra device (Thermo, USA) with a flame ionization detector. The sensory evaluation was performed by a panel of qualified experts. The single-factor experiment showed that the distillation rate and the wort acidification degree affected the concentration of each volatile component in the distillate.

Using the method of pairwise correlation coefficients, the authors identified the most significant parameters: mass concentration of 1-propanol, phenylethyl alcohol, ethyl lactate, total enanthic esters, total enanthic esters vs. total esters, concentration of ethyl lactate vs. total enanthic esters, isobutanol concentration vs. 1-propanol concentration. The linear pair correlation coefficients were calculated for these selected indicators, and the effect of each parameter on the sensory profile was represented as a regression model. The optimal operating parameters were determined by extremization of a two-variable function: pH 4.4 ± 0.2, speed 9.5 ± 1.0 cm<sup>3</sup>/min.

The new methodology provided for the following sequence of operations: determining the significance of the variable factor; selecting the evaluation parameters based on a single-factor experiment; determining the interaction; developing a regression model. This method can be used to calculate the optimal technological distillation parameters for other raw materials.

**Keywords.** Alcoholic beverages, distillates, distillation modes, distillation rate, degree of acidification, assessing distillate quality

**Funding.** The article was published as part of state assignment No. 0585-2019-001 to the V.M. Gorbатов Federal Research Center for Food Systems of RAS.

**For citation:** Krikunova LN, Dubinina EV, Sviridov DA, Tomgorova SM. Assessment-Based Optimization of Distillation Parameters. Food Processing: Techniques and Technology. 2023;53(2):326–334. (In Russ.). <https://doi.org/10.21603/2074-9414-2023-2-2437>

### Введение

Анализ тенденций развития потребительского спроса в отношении алкогольной продукции показывает его ориентацию в сторону увеличения доли высококачественных спиртных напитков на основе дистиллятов. При разработке высокоэффективной технологии требуется оптимизация режимных параметров на каждом этапе. Этап дистилляции оп-

ределяет органолептические свойства спиртного напитка. Дистилляция с точки зрения процесса представляет собой совокупность сложных физико-химических реакций, проходящих под действием высоких температур. Цель дистилляции заключается в разделении и концентрировании летучих веществ, содержащихся в перегоняемой среде. Одновременно при дистилляции проходят процессы

образования новых летучих компонентов. Эффективность процесса дистилляции оценивают по выходу конечного продукта и его качественным характеристикам.

На процесс дистилляции оказывают влияние ряд факторов. В первую очередь к ним относят систему дистилляционного оборудования. Для получения дистиллятов из различных видов сельскохозяйственного сырья (фруктового, зернового и других видов, в том числе нетрадиционных) используют установки периодического действия, отличающиеся конструктивными особенностями. Различают установки двукратной сгонки (простые кубовые) и однократной сгонки (установки с укрепляющей колонной). Существуют модификации простых кубовых установок, состоящие в различных формах дефлегматоров (шлемов). Основные отличия в конструкциях установок однократной сгонки заключаются в виде и количестве тарелок в укрепляющей колонне. Установки могут также отличаться конструкцией дефлегматоров, которые расположены над укрепляющей колонной [1–4].

Влияние на процесс дистилляции и конечный результат оказывают режимные параметры дистилляции – ее скорость, наличие и продолжительность предварительного нагрева перегоняемой среды перед дистилляцией и объем отбираемых головной и хвостовой фракций. Рядом авторов установлено, что выбор оптимальной скорости дистилляции должен проводиться с учетом исходных физико-химических характеристик сброженного сырья [5, 6]. Многолетний производственный опыт и результаты научных исследований показали, что длительность нагрева сброженного сырья в кубе влияет на качественные характеристики дистиллята [7–9].

Под действием высокой температуры разрушаются оболочки дрожжевых клеток, в результате чего высвобождаются высшие жирные кислоты, образующие с этанолом компоненты энантиомерного эфира. Объем отбираемой головной фракции влияет на концентрацию в дистилляте легколетучих компонентов (ацетальдегида, этилацетата и других сложных низкокипящих эфиров). Количество отбираемой головной фракции зависит от физико-химического состава продукта, поступающего на дистилляцию. Момент начала отбора хвостовой фракции определяют на основе сенсорного восприятия аромата. Обычно хвостовая фракция используется при последующей дистилляции с целью обогащения дистиллята высококипящими ароматобразующими компонентами [10–12].

Кроме того, направленность и интенсивность физико-химических процессов, проходящих при дистилляции, зависят от активной кислотности сырья (рН). Обычно при использовании низкокислотного сырья перед стадией дистилляции для регулирования величины рН в сброженное сусло вносят опре-

деленный объем раствора кислоты. Данный технологический прием позволяет не только предотвратить контаминацию среды посторонней микрофлорой, но и снизить интенсивность действия окислительных ферментов. Кроме того, при более низкой величине рН интенсифицируется синтез ценных ароматобразующих компонентов [13–15]. Степень подкисления сусла и его эффективность определяются исходным биохимическим составом сырья.

В мировой экономике существует проблема использования отходов хлебопекарного производства [16, 17]. Отходы хлебопекарного производства, в том числе своевременно нереализованная продукция, в Российской Федерации составляют около 10 %, а в отдельные периоды могут достигать 20 % от общего объема производства хлеба [18, 19]. По данным СМИ, доля непроданного хлеба в Великобритании доходит почти до 30 % [20]. Неиспользованные отходы хлебопекарного производства ухудшают экологическую ситуацию. В Российской Федерации эти отходы относятся к 5 классу опасности для окружающей среды [21, 22].

Нами ранее был изучен биохимический состав отходов хлебопекарного производства и выявлены особенности в сравнении с традиционным сырьем, используемым в технологии зерновых и солодовых дистиллятов [23, 24]. На основании полученных данных разработаны оптимальные режимы получения и сбраживания сусла [25].

Цель исследования состояла в разработке методологии оптимизации режимных параметров дистилляции при использовании нетрадиционных видов сырья.

#### **Объекты и методы исследования**

В качестве объектов исследования использовали дистилляты, полученные из промышленных образцов отходов хлебопекарного производства (пшеничная хлебная крошка) с предприятий Москвы и Московской области. Образцы характеризовались массовой концентрацией влаги в пределах 4,7–6,4 %, крахмала – 61,2–66,3 %, белка – 11,1–12,7 % и золы – 1,90–2,27 %. Для получения осахаренного сусла образцы хлебной крошки смешивали с питьевой водой в соотношении 1:3,5. Общая продолжительность получения осахаренного сусла – 3–3,5 ч. Водно-тепловая обработка замеса включала внесение ферментного препарата, содержащего термостабильную  $\alpha$ -амилазу (Termamyl, Novozymes) в дозировке 0,5–1,0 ед. АС/г условного крахмала сырья, и комплексного препарата гемицеллюлазного действия, содержащего активные ксиланазу и целлюлазу (Целлюлаза кл. 14, Микробиопром) в дозировке 0,1–0,2 ед. ЦС/г сырья. Выдержку замеса проводили при 50–55 °С 30 мин, при 70–75 °С 60 мин, при 95–98 °С 60–90 мин. Подготовленную массу охлаждали до 56–58 °С и вносили фермент осахаривающего

действия (San Super 360 L, Novozymes) в дозировке 6,0–8,0 ед. ГлС/г условного крахмала сырья и фермент протеолитического действия (АЛКАЛАЗА 2,4L FG, ООО «Симбио») в дозировке 0,01–0,02 ед. ПС/г белка сырья. Осахаривание проводили в течение 30 мин. Осахаренное сусло сбраживали с использованием дрожжей Fermiol (Oenobrand), вносимых в количестве 100 мг/100 г сусла. Брожение проводили при температуре 28–30 °С в течение трех суток.

Дистилляцию сброженного сусла проводили на установке прямой сгонки Kothe Destillationstechnik (Германия). Температура греющих паров составляла от 102 °С в начале дистилляции до 105 °С в конце. Давление греющих паров в процессе дистилляции поддерживали на уровне не более 1,2 мПа. Отбор головной фракции составлял 0,2 % от объема сброженного сусла, загруженного в куб установки. Начало отбора хвостовой фракции осуществляли при достижении дистиллятом крепости 40 %об.

В качестве варьируемых факторов на стадии дистилляции использовали скорость дистилляции ( $V$ ) от 5 до 17 см<sup>3</sup>/мин и степень подкисления сусла в пределах рН 6,0–2,0 (величину активной кислотности изменяли путем добавления 2 М раствора серной кислоты). Было получено 75 опытных образцов дистиллятов из отходов хлебного производства.

Определение качественного состава и массовой концентрации основных летучих компонентов в дистиллятах проводили методом газовой хроматографии на приборе Thermo Trace GC Ultra (Thermo, США) с пламенно-ионизационным детектором. С целью проведения сравнительного анализа исследованных образцов концентрацию выражали в мг/дм<sup>3</sup> безводного спирта (мг/дм<sup>3</sup> б.с.).

Органолептический анализ опытных образцов дистиллятов проводила группа квалифицированных экспертов. Оценку дистиллятов осуществляли по 10-балльной системе [26].

Обработку экспериментальных данных проводили методами математической статистики. Уравнения регрессий, а также проверка качества полученных моделей были сделаны с помощью программного обеспечения Microsoft Excel (версия 2018 г.). Значения коэффициентов уравнений регрессии были найдены с помощью метода наименьших квадратов. Значимость коэффициентов регрессии проверяли, используя критерий Стьюдента, для проверки качества модели использовали критерий Фишера.

### Результаты и их обсуждение

На первом этапе исследования провели однофакторные эксперименты с двумя группами способов получения дистиллятов. Первая группа включала получение дистиллята из образцов сброженного сусла с естественным значением рН  $6,0 \pm 0,2$  при варьировании скорости дистилляции ( $V$ ) в пределах от 5 до 17 см<sup>3</sup>/мин. Вторая группа преду-

сматривала получение образцов дистиллятов из сброженного сусла с различной степенью подкисления при одинаковой скорости  $11 \pm 1$  см<sup>3</sup>/мин.

Установлено, что при одинаковом объеме головной фракции изменение скорости дистилляции не оказывало значительного влияния на концентрацию карбонильных соединений и легколетучих эфиров в отличие от величины рН (табл. 1). При снижении скорости дистилляции отмечалось повышение концентрации основных высших спиртов на 15–20 %, эфиров высших жирных кислот – в среднем на 80 %. Это согласуется с данными, полученными при дистилляции сусла из других видов сырья [1]. Концентрация ценного ароматообразующего компонента – фенилэтилового спирта – с увеличением продолжительности процесса дистилляции повышалась в 1,5–2,0 раза. Отмеченное повышение концентрации отдельных летучих компонентов обусловлено увеличением длительности протекания физико-химических процессов под действием высокой температуры.

Установлено, что при дистилляции образцов сброженного сусла из хлебной крошки при снижении рН в полученном дистилляте повышается концентрация карбонильных соединений и легколетучих эфиров (табл. 2). В образцах дистиллятов, полученных при естественном значении рН среды (рН  $6,0 \pm 0,2$ ), концентрация ацетальдегида была ниже в 2,5–3,5 раза, чем в образцах с максимальным уровнем подкисления (рН  $2,0 \pm 0,2$ ). Концентрация этилацетата в дистиллятах из сброженного сусла с максимальной кислотностью была выше в 4,0–5,0 раз по сравнению с исходными образцами. Это может быть связано с особенностями исходного сырья по сравнению с традиционными видами (зерно и солод). В составе азотсодержащего комплекса отходов хлебопекарного производства важную часть составляет денатурированный белок, который не полностью используется дрожжами при сбраживании. При увеличении степени подкисления сброженного сусла может усиливаться кислотный гидролиз белковых остатков с образованием низкомолекулярных пептидов и свободных аминокислот. Повышенная концентрация низкомолекулярных азотистых компонентов является причиной увеличения содержания карбонильных соединений и эфиров.

Установлено, что повышение активной кислотности сброженного сусла из отходов хлебопекарного производства интенсифицирует процесс этерификации высших жирных кислот, входящих в состав дрожжевой клетки. Это приводит к повышению концентрации высококипящих эфиров.

В дистиллятах из данного вида сырья, как и в других, основными являются высшие спирты. Концентрация высших спиртов в дистиллятах из подкисленного сусла снижалась обратно пропорционально значению рН.

Таблица 1. Влияние скорости дистилляции на концентрацию летучих компонентов и дегустационную оценку дистиллята

Table 1. Effect of distillation rate on the concentration of volatile components and the sensory profile of distillates

Наименование показателя	Скорость дистилляции (V), см <sup>3</sup> /мин					R
	V <sub>1</sub> = 17 ± 1	V <sub>2</sub> = 14 ± 1	V <sub>3</sub> = 11 ± 1	V <sub>4</sub> = 8 ± 1	V <sub>5</sub> = 5 ± 1	
Массовая концентрация, мг/дм <sup>3</sup> б.с.						
Ацетальдегид	58–80	65–86	50–81	47–90	40–52	–0,4799
Изобутеральдегид	6–8	6–9	5–10	8–11	7–9	0,3693
Ацетон	2–4	2–4	1–4	3–5	2–4	0,0178
Этилацетат	61–100	65–105	69–107	65–115	70–115	0,3792
Метанол	6–8	5–7	5–7	5–8	5–6	–0,3329
Диацетил	3–5	5–7	4–6	4–7	5–7	0,3824
2-пропанол	10–21	8–12	9–15	12–14	7–10	–0,2513
1-пропанол	192–433	310–382	250–420	398–466	478–512	0,7789
Изобутанол	1068–1330	992–1503	1155–1563	1051–1470	1042–1503	0,2510
Изоацетат	20–33	25–34	20–31	15–40	10–22	–0,4996
1-бутанол	5–10	4–9	5–8	8–10	6–9	0,2283
Изоамилол	1707–2515	1821–2713	2097–3001	2115–3020	2140–3025	0,5991
Этилкапроат	18–24	22–30	28–42	33–47	38–52	0,7686
Этиллактат	19–20	18–21	18–22	18–21	17–20	–0,2459
Гексанол	6–9	5–8	5–10	6–8	6–8	–0,0600
Этилкаприлат	29–40	35–48	33–40	33–45	34–46	0,3712
Этилкапрат	12–20	19–31	35–42	41–48	42–50	0,8965
Фенилэтиловый спирт	22–27	24–32	26–36	26–40	39–47	0,7775
<b>Сумма летучих компонентов</b>	<b>3286–4625</b>	<b>3459–4981</b>	<b>3871–5393</b>	<b>3994–5332</b>	<b>4013–5436</b>	<b>0,5881</b>
Альдегиды и кетоны	71–95	83–104	69–97	62–108	59–68	–0,4344
Высшие спирты	2991–4309	3143–4621	3529–5006	3659–4917	3683–5052	0,5799
Эфиры	180–213	194–244	214–275	242–270	226–283	0,7666
Сумма энантиомерных эфиров	66–74	84–94	103–122	119–128	121–136	0,9207
Соотношения концентраций отдельных летучих компонентов						
Сумма энантиомерных эфиров/Сумма сложных эфиров	0,32–0,37	0,37–0,43	0,40–0,49	0,44–0,49	0,47–0,54	0,7593
Этиллактат/Сумма энантиомерных эфиров	0,26–0,30	0,20–0,23	0,17–0,19	0,15–0,16	0,13–0,15	–0,8897
Высшие спирты/Сумма летучих компонентов	0,91–0,93	0,91–0,93	0,91–0,93	0,92–0,93	0,92–0,93	0,3309
Изобутанол/1-пропанол	3,07–5,56	3,20–3,93	3,18–4,62	2,27–3,69	2,18–2,99	–0,6461
Дегустационная оценка						
Оценка, баллы	6,7–6,9	6,8–7,0	7,3–7,5	7,7–8,0	7,8–8,1	

Таким образом, результаты однофакторных экспериментов показали, что скорость дистилляции ( $y_1$ ) и степень подкисления сброженного сула из нового вида сырья ( $y_2$ ) являются значимыми факторами. Они могут быть использованы для повышения эффективности фракционированной дистилляции.

Любая оптимизация, кроме варьируемых факторов, требует выбора параметров для оценки эффективности процесса. В данной работе выбор параметров проводили с учетом результатов корреляционного анализа взаимосвязи дегустационной оценки дистиллятов и массовой концентрации отдельных летучих компонентов и определенных соотношений. Соотношения концентраций отдельных летучих компонентов или их групп выбирали на основании их значимости в сложении вкусо-ароматических характеристик дистиллятов. Расчет коэффициентов пар-

ной корреляции показал, что наиболее значимыми параметрами могут считаться массовая концентрация 1-пропанола ( $x_1$ ), фенилэтилового спирта ( $x_2$ ) и этиллактата ( $x_3$ ), сумма энантиомерных эфиров ( $x_4$ ), отношение суммы энантиомерных эфиров к сумме сложных эфиров ( $x_5$ ), соотношение концентрации этиллактата и суммы энантиомерных эфиров ( $x_6$ ) и соотношение концентрации изобутанола и 1-пропанола ( $x_7$ ). Параметры  $x_1$ ,  $x_2$ ,  $x_4$  и  $x_5$  характеризовались высокими положительными значениями коэффициентов парной корреляции, а параметры  $x_3$ ,  $x_6$  и  $x_7$  имели значимые отрицательные значения  $R$ .

Получены высокие значения коэффициентов парной корреляции между дегустационной оценкой и концентрацией этилкапроата (0,7686) и этилкапрата (0,8965) при изменении скорости дистилляции. Однако максимальная величина  $R$  была отмечена для суммы этих эфиров (0,9207).

Таблица 2. Влияние значения pH на концентрацию летучих компонентов и дегустационную оценку дистиллята

Table 2. Effect of pH value on the concentration of volatile components and sensory profile of distillates

Наименование показателя	Значение pH					R
	6,0 ± 0,2	5,0 ± 0,2	4,0 ± 0,2	3,0 ± 0,2	2,0 ± 0,2	
	Массовая концентрация, мг/дм <sup>3</sup> б.с.					
Ацетальдегид	50–81	57–86	98–130	138–172	187–205	–0,4159
Изобутеральдегид	5–10	7–10	8–15	12–20	12–22	–0,2237
Ацетон	1–4	2–5	1–5	3–8	3–9	–0,1286
Этилацетат	69–107	78–125	101–145	189–230	398–452	–0,5508
Метанол	5–7	3–5	4–6	5–7	3–7	0,2488
Диацетил	4–6	3–8	4–7	5–8	5–9	–0,1878
2-пропанол	9–15	8–12	7–10	9–11	12–14	–0,2579
1-пропанол	250–420	242–400	211–366	195–355	185–352	0,2505
Изобутанол	1155–1563	1130–1506	1075–1465	1085–1402	950–1175	0,3928
Изоамилацетат	20–31	27–38	30–41	36–48	45–53	–0,2827
1-бутанол	5–8	3–5	1–6	1–3	1–2	0,0408
Изоамилол	2097–3001	2046–2960	1980–2230	1746–2065	1520–1945	0,2938
Этилкапроат	28–42	36–51	40–53	49–57	53–59	0,2203
Этиллактат	18–22	27–40	30–50	35–62	70–98	–0,6177
Гексанол	5–10	5–8	1–5	2–3	1–2	0,0674
Этилкаприлат	33–40	36–43	38–42	42–45	38–43	0,3312
Этилкапрат	35–42	37–42	40–44	39–43	40–45	0,2259
Фенилэтиловый спирт	26–33	32–41	35–40	30–35	15–20	0,8418
<b>Сумма летучих компонентов</b>	<b>3871–5393</b>	<b>3838–5331</b>	<b>3744–4386</b>	<b>3800–4385</b>	<b>3594–4154</b>	<b>0,1949</b>
Альдегиды и кетоны	69–97	81–102	113–153	173–195	217–232	–0,4108
Высшие спирты	3529–5006	3443–4882	3284–3854	3149–3714	2669–3225	0,3446
Эфиры	214–275	259–323	304–360	421–456	675–711	–0,6158
Сумма энантовых эфиров	103–122	116–133	119–139	134–141	134–143	0,4218
Соотношения концентраций отдельных летучих компонентов						
Сумма энантовых эфиров/Сумма сложных эфиров	0,40–0,49	0,38–0,45	0,36–0,40	0,31–0,32	0,19–0,21	0,4941
Этиллактат/Сумма энантовых эфиров	0,17–0,19	0,23–0,33	0,25–0,41	0,26–0,46	0,51–0,73	–0,6371
Высшие спирты/Сумма летучих компонентов	0,91–0,93	0,90–0,92	0,88–0,89	0,83–0,85	0,74–0,77	0,5761
Изобутанол/1-пропанол	3,18–4,62	3,28–4,67	3,03–5,09	3,14–6,10	3,07–5,14	–0,0350
Дегустационная оценка						
Оценка, баллы	7,3–7,5	7,5–7,6	7,8–8,0	7,7–7,9	6,7–7,0	

Таблица 3. Парные коэффициенты линейной парной корреляции

Table 3. Pair coefficients of linear pair correlation

	$x_1$	$x_2$	$x_3$	$x_4$	$x_5$	$x_6$	$x_7$	$y$
$x_1$	1,00							
$x_2$	0,70	1,00						
$x_3$	–0,65	–0,58	1,00					
$x_4$	0,48	0,47	0,05	1,00				
$x_5$	0,55	0,60	–0,71	0,19	1,00			
$x_6$	–0,73	–0,64	0,92	–0,05	–0,70	1,00		
$x_7$	–0,76	–0,60	0,54	–0,51	–0,46	0,63	1,00	
$y$	0,69	0,83	–0,58	0,53	0,63	–0,64	–0,53	1,00

С целью определения оптимальных режимных параметров процесса дистилляции сброженного сусла из отходов хлебопекарного производства была проведена оценка межфакторного влияния по величине выбранных параметров и дегустационной оценки.

Рассчитали коэффициенты линейной парной корреляции, позволившие выявить зависимость между параметрами  $x_1$ – $x_7$  (табл. 3).

Установлена высокая корреляция между концентрацией этиллактата ( $x_3$ ) и величиной соотношения этиллактат/сумма энантовых эфиров ( $x_6$ ), что позволило исключить последний из дальнейших расчетов.

Анализ коэффициентов линейной парной корреляции показал, что в условиях эксперимента выявлена высокая корреляционная взаимосвязь между параметрами  $x_3$  и  $x_6$  (0,92). Изменчивость  $x_6$  объясняется только концентрацией этиллактата, а концентрация суммы энантовых эфиров изменяется незначительно (является условно постоянной величиной). Поэтому при построении регрессионной модели параметр  $x_6$  был исключен.

Построена множественная регрессионная модель влияния показателей на дегустационную оценку (O):

$$O = 5,372 + 0,003x_1 + 0,022x_2 + 0,005x_3 + 0,008x_4 + 0,577x_5 + 0,084x_7 \quad (1)$$

Значения коэффициентов уравнений регрессии ( $\beta$ ) параметров  $x_1$ – $x_7$  были найдены с помощью метода наименьших квадратов. Значимость коэффициентов регрессии проверяли, используя критерий Стьюдента. В результате установлено, что для коэффициентов  $\beta_1$  и  $\beta_5$  значения  $p$ -value составили 0,470761 и 0,161128 соответственно, что больше доверительного значения 0,05. Следовательно, параметры  $x_1$  и  $x_5$  не оказывают значимого влияния на величину дегустационной оценки (O). Из дальнейших расчетов эти параметры были исключены.

На следующем этапе выявлена взаимосвязь параметров  $x_2$ ,  $x_3$ ,  $x_4$ ,  $x_6$  и  $x_7$  от варьируемых факторов ( $y_1$  и  $y_2$ ). Для каждого параметра построена оценочная модель, выраженная уравнением регрессии.

$$x_2 = 30,28 - 0,813y_1 + 2,853y_2 \quad (2)$$

$$x_3 = 122,59 - 0,953y_1 - 16,3y_2 \quad (3)$$

$$x_4 = 168,06 - 3,57y_1 - 3,02y_2 \quad (4)$$

$$x_6 = 0,706 - 0,0008y_1 - 0,0866y_2 \quad (5)$$

$$x_7 = 3,89 + 0,139y_1 - 0,377y_2 \quad (6)$$

Для проверки качества модели использовали критерий Фишера и метрику качества модели как коэффициент детерминации  $R^2$ .

Графическая интерпретация оценочных моделей зависимости массовой концентрации фенолэтилового спирта ( $x_2$ ) и этиллактата ( $x_3$ ), суммы энантиомерных эфиров ( $x_4$ ) и соотношений этиллактат/сумма энантиомерных эфиров ( $x_6$ ), изобутанол/1-пропанол ( $x_7$ ) от изменения скорости дистилляции ( $y_1$ ) и pH ( $y_2$ ) представлена на рисунке 1.

Разработана регрессионная модель, позволяющая выявить межфакторное взаимодействие и определить оптимальные режимные параметры ди-

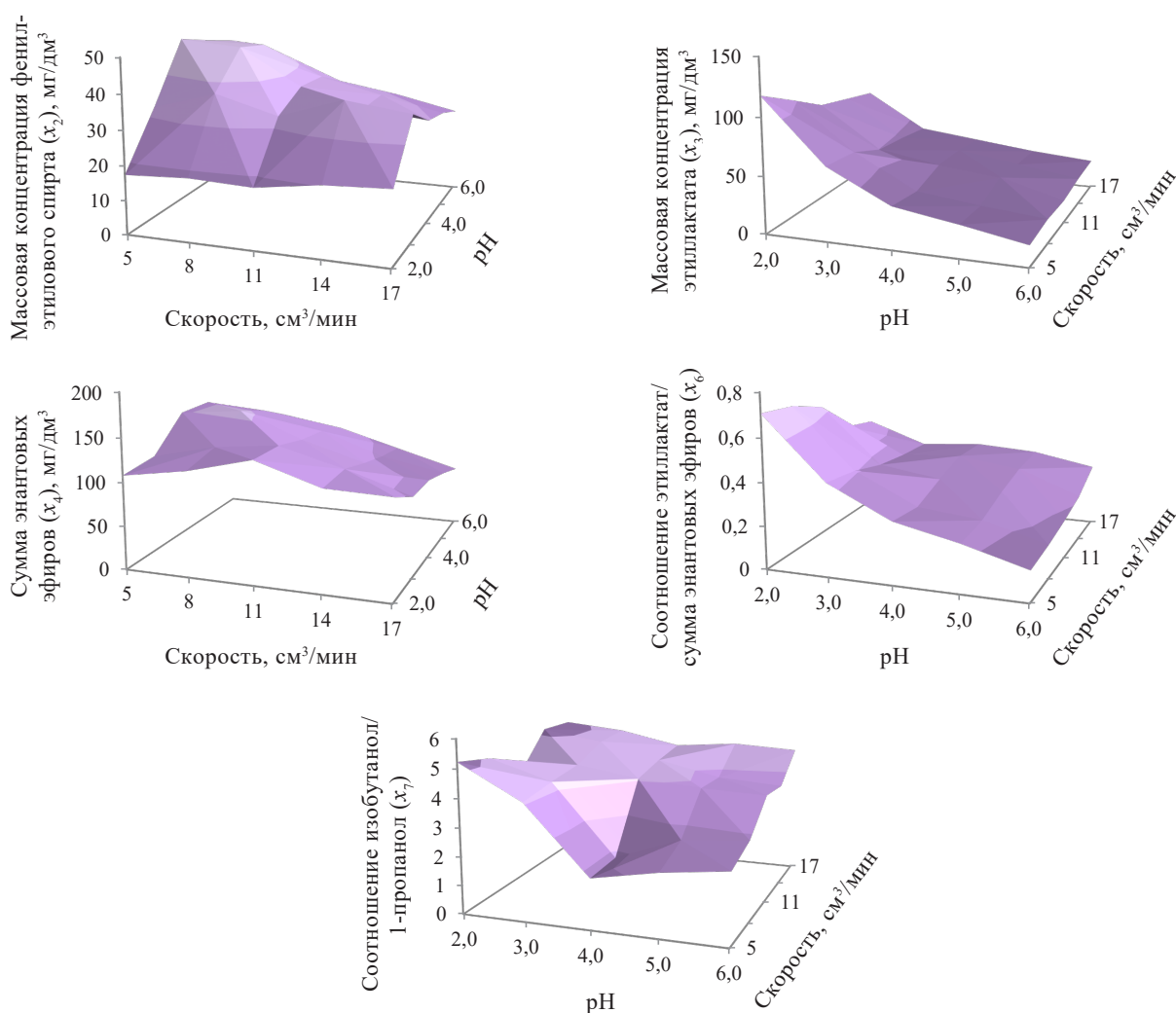


Рисунок 1. Диаграммы поверхностей изменения параметров  $x_2$ ,  $x_3$ ,  $x_4$ ,  $x_6$  и  $x_7$

Figure 1. Surfaces of changing parameters  $x_2$ ,  $x_3$ ,  $x_4$ ,  $x_6$ , and  $x_7$

стилляции сула из отходов хлебопекарного производства, обеспечивающие получение дистиллята с высокими органолептическими характеристиками. Уравнение регрессии имеет следующий вид:

$$y = 2,777 + 0,178y_1 + 2,041y_2 - 0,002y_1^2 - 0,040(y_1 \times y_2) - 0,187 y_2^2 \quad (7)$$

Анализ разработанного уравнения (7) показал, что в заданных интервалах варьирования  $y_1$  в пределах от  $5 \pm 1$  до  $17 \pm 1$  см<sup>3</sup>/мин и  $y_2$  в пределах от  $6,0 \pm 0,2$  до  $2,0 \pm 0,2$  оптимальными значениями являются скорость  $9,5 \pm 1,0$  см<sup>3</sup>/мин и величина рН  $4,5 \pm 0,2$ .

### Выводы

На основании анализа изменения концентрации летучих компонентов в дистиллятах из отходов хлебопекарного производства показано, что скорость дистилляции и степень подкисления сброженного сула являются значимыми факторами. Определили параметры для оценки влияния выбранных факторов на дегустационную характеристику дистиллятов. Методами математической статистики определили параметры – концентрация фенилэтилового спирта и этиллактата, сумма энантиомерных эфиров, соотношения этиллактат/сумма энантиомерных эфиров

и изобутанол/1-пропанол как наиболее значимые. Значения этих параметров позволяют с высокой степенью точности оценить влияние скорости дистилляции и величины рН на дегустационную оценку дистиллятов. Методом определения экстремумов функции двух переменных установили оптимальные режимные параметры процесса дистилляции: скорость  $9,5 \pm 1,0$  см<sup>3</sup>/мин, величина рН  $4,5 \pm 0,2$ .

### Критерии авторства

Авторы в равной степени участвовали в подготовке и написании статьи.

### Конфликты интересов

Авторы заявляют об отсутствии конфликтов интересов.

### Contribution

All the authors contributed equally to the study and bear equal responsibility for information published in this article.

### Conflict of interest

The authors declare that there is no conflict of interests regarding the publication of this article.

### References/Список литературы

1. Piggott JR, Conner JM. Whiskies. In: Lea AGH, Piggott JR, editors. Fermented beverage production. New York: Springer; 2003. pp. 239–262. [https://doi.org/10.1007/978-1-4615-0187-9\\_11](https://doi.org/10.1007/978-1-4615-0187-9_11)
2. Heller D, Eimfalt D. Reproducibility of fruit spirit distillation processes. *Beverages*. 2022;8(2). <https://doi.org/10.3390/beverages8020020>
3. Darıcı M, Bergama D, Cabaroglu T. Effect of triple pot still distillation on the volatile compositions during the Raki production. *Journal of Food Processing and Preservation*. 2019;43(6). <https://doi.org/10.1111/jfpp.13864>
4. Korzenszky P, Barátossy G, Székely L, Géczi G. A case study comparing distillation technologies for plum palinka production. *Potravinárstvo Slovak Journal of Food Sciences*. 2020;14:1191–1199. <https://doi.org/10.5219/1472>
5. Spaho N. Distillation techniques in the fruit spirits production. In: Mendes M, editor. Distillation – Innovative applications and modeling. IntechOpen; 2017. <https://doi.org/10.5772/66774>
6. Szambelan K, Nowak J, Szwengiel A, Jeleń H. Comparison of sorghum and maize raw distillates: Factors affecting ethanol efficiency and volatile by-product profile. *Journal of Cereal Science*. 2020;91. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2019.102863>
7. Heller D, Roj S, Switulla J, Kolling R, Eimfalt D. Tackling foam-based process disruptions in spirit distillation by thermal energy input adaptations. *Food and Bioprocess Technology*. 2022;15(3):821–832. <https://doi.org/10.1007/s11947-022-02785-5>
8. Douady A, Puentes C, Awad P, Esteban-Decloux M. Batch distillation of spirits: experimental study and simulation of the behaviour of volatile aroma compounds. *Journal of the Institute of Brewing*. 2019;125(2):268–283. <https://doi.org/10.1002/jib.560>
9. Krikunova LN, Meleshkina EP, Vitol IS, Dubinina EV, Obodeeva ON. Grain bran hydrolysates in the production of fruit distillates. *Foods and Raw Materials*. 2023;11(1):35–42. <https://doi.org/10.21603/2308-4057-2023-1-550>
10. Xiang X-F, Lan Y-B, Gao X-T, Xie H, An Z-Y, Lv Z-H, et al. Characterization of odor-active compounds in the head, heart, and tail fractions of freshly distilled spirit from Spine grape (*Vitis davidii* Foex) wine by gas chromatography-olfactometry and gas chromatography-mass spectrometry. *Food Research International*. 2020;137. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2020.109388>



11. Tian T-T, Ruan S-L, Zhao Y-P, Li J-M, Yang C, Cao H. Multi-objective evaluation of freshly distilled brandy: Characterisation and distribution patterns of key odour-active compounds. *Food Chemistry: X*. 2022;14. <https://doi.org/10.1016/j.fochx.2022.100276>
12. Esteban-Decloux M, Dechatre J-C, Legendre P, Guichard H. Double batch cider distillation: Influence of the recycling of the separated fractions. *LWT*. 2021;146. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2021.111420>
13. Oganesyants LA, Panasyuk AL, Reytbalt BB. Theory and practice of fruit winemaking. Moscow: Razvitie; 2012. 393 p. (In Russ.). [Оганесянц Л. А., Панасюк А. Л., Рейтблат Б. Б. Теория и практика плодового виноделия. М.: Развитие, 2012. 393 с.]
14. García-Llobodanin L, Senn T, Ferrando M, Güell C, López F. Influence of the fermentation pH on the final quality of *Blanquilla* pear spirits. *International Journal of Food Science and Technology*. 2010;45(4):839–848. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2010.02206.x>
15. Oganesyants LA, Peschanskaja VA, Obodeeva ON. Influence of acidification on content of volatile components in fermented wort of Jerusalem artichoke. *Beer and Beverages*. 2018;(1):36–38. (In Russ.). [Оганесянц Л. А., Песчанская В. А., Ободеева О. Н. Влияние подкисления на содержание летучи компонентов в сброженном сусле из топинамбура // Пиво и напитки. 2018. № 1. 36–38.] <https://elibrary.ru/YREZQT>
16. Panfilov VA. Synergetic approach to agro-industrial technologies of the future. *Food Processing: Techniques and Technology*. 2020;50(4):642–649. (In Russ.). <https://doi.org/10.21603/2074-9414-2020-4-642-649>
17. Kurakin MS, Ozherel'eva AV, Motyeva OG, Krapiva TV. A new approach to the development of food products. *Food Processing: Techniques and Technology*. 2021;51(3):434–448. (In Russ.). <https://doi.org/10.21603/2074-9414-2021-3-434-448>
18. The hard bread [Internet]. [cited 2022 Sep 15]. Available from: <https://plus.rbc.ru/news/5b0309107a8aa9185dd2e978>
19. Didikov AE. Order and features of the organization of industrial environmental monitoring at the enterprises of the baking industry. *Scientific Journal of NIU ITMO. Series Economics and Environmental Management*. 2020;(1):95–102. (In Russ.). <https://doi.org/10.17586/2310-1172-2020-13-1-95-102>
20. Making a crust: Tesco to use unsold bread in new products. [Internet]. [cited 2022 Sep 15]. Available from: <https://www.theguardian.com/environment/2019/jul/06/making-a-crust-tesco-to-use-unsold-bread-in-new-products>
21. Martirosyan VV, Volokhova LT, Stepanyuk VD, Volokhova MN. Analysis of the actual state of bakery production wastes and definition of criteria for classifying waste as a hazard class for the environment. *Baking in Russia*. 2018;(2):10–14. (In Russ.). [Анализ фактического состояния отходов хлебопекарного производства и определение критериев отнесения отходов классу опасности для окружающей среды / В. В. Мартиросян [и др.] // Хлебопечение России. 2018. № 2. С. 10–14.] <https://elibrary.ru/XYJYXR>
22. Volokhova LT, Stepanyuk VD, Volokhova MN. Development of a technique of production environmental control of the address with waste at the baking and macaroni enterprises. *Bread Products*. 2018;(7):50–53. (In Russ.). [Волохова Л. Т., Степанова В. Д., Волохова М. Н. Разработка методики производственного экологического контроля обращения с отходами на хлебопекарных и макаронных предприятиях // Хлебопродукты. 2018. № 7. С. 51–53.] <https://elibrary.ru/XSVXJJ>
23. Krikunova LN, Peschanskaya VA, Zakharov MA. Mineral composition of returnable waste bakery products. *Technology and Merchandising of the Innovative Foodstuff*. 2018;49(2):25–29. (In Russ.). [Крикунова Л. Н., Песчанская В. А., Захаров М. А. Минеральный состав возвратных отходов хлебопекарного производства // Технология и товароведение инновационных пищевых продуктов. 2018. Т. 49. № 2. С. 25–29.] <https://elibrary.ru/XPUKVN>
24. Krikunova LN, Dubinina EV. Study of protein complex of return waste of the bread-baking production. *Technology and Merchandising of the Innovative Foodstuff*. 2018;53(6):63–66. (In Russ.). [Крикунова Л. Н., Дубинина Е. В. Исследование белкового комплекса возвратных отходов хлебопекарного производства // Технология и товароведение инновационных пищевых продуктов. 2018. Т. 53. № 6. С. 63–66.] <https://elibrary.ru/YOGISD>
25. Krikunova LN, Peschanskaya VA, Zakharov MA. Researching the process of obtaining the wort from returnable waste of bread production. *Beer and Beverages*. 2018;(3):20–23. (In Russ.). [Крикунова Л. Н., Песчанская В. А., Захаров М. А. Исследование процесса получения сусле из возвратных отходов хлебопекарного производства // Пиво и напитки. 2018. № 3. С. 20–23.] <https://elibrary.ru/YKWCXR>
26. Brochet F, Douridou D. Wine descriptive language supports cognitive specificity of chemical senses. *Brain and Language*. 2001;77(2):187–196. <https://doi.org/10.1006/brln.2000.2428>