

## **МЕТОД ИОННОЙ ХРОМАТОГРАФИИ И ЕГО ПРАКТИЧЕСКОЕ ПРИМЕНЕНИЕ В КОНТРОЛЕ КАЧЕСТВА ДИСТИЛЛИРОВАННЫХ НАПИТКОВ**

И. М. Абрамова, М. Э. Медриш, В. Б. Савельева,  
А. Г. Романова, Н. В. Матророва

ВНИИПБТ – филиал «ФИЦ питания и биотехнологии», Москва, Россия

### **Аннотация**

В работе представлены результаты исследований ионного состава дистиллированных напитков методом ионной хроматографии с кондуктометрическим детектированием. Установлены типичные диапазоны массовых концентраций катионов и анионов. Проведены исследования миграции микроэлементов из фильтр-картонов, используемых в ликеро-водочной промышленности. Внедрение разработанных ионно-хроматографических методик в систему контроля качества спиртных напитков, полученных с применением растительного сырья, позволит контролировать критические точки их производства, тем самым, своевременно устраняя причины ухудшения качества.

**Ключевые слова:** дистиллированные напитки, самогон, осадкообразование, минеральные вещества, стабильность, ионная хроматография

**Введение.** В последние годы в России отмечается тенденция в смене приоритетов потребителей, так как всё большее предпочтение отдается традиционным спиртным напиткам на натуральном сырье. Особый интерес представляют напитки, приготовленные из зерновых дистиллятов, например самогон, полугар и другие. Существующие в настоящее время методики контроля данной продукции не дают полной характеристики о качестве реализуемой продукции. В связи с этим возникает необходимость в совершенствовании технокимического контроля производства зерновых дистиллированных напитков и русских оригинальных напитков на натуральном сырье, расширении области исследования их физико-химических показателей, своевременный контроль которых способствовал бы повышению качества и безопасности выпускаемой продукции.

Одной из актуальных проблем производства спиртных напитков, полученных с применением растительного сырья, является ухудшение их стабильности при их длительном хранении.

В большинстве случаев причиной ухудшения стабильности дистиллированных спиртных напитков являются осадки минерального или смешанного характера, содержащие катионы железа, кальция, магния, натрия и анионы сульфатов, фосфатов, хлоридов, силикатов и оксалатов [1-3].

Основными источниками попадания микроэлементов в спиртные напитки являются растительное сырье, производственное оборудование, технологическая вода, а так же сорбенты фильтр-картонов, так как они недостаточно устойчивы к кислым водно-спиртовым средам с концентрацией этанола 40% об.[4-5].

Среди методов, используемых для исследования химического состава спиртных напитков, можно выделить ионную хроматографию, отличающиеся высокой точностью и возможностью дифференцированно качественно и количественно определять катионы и анионы.

Целью данной работы являлось исследование ионного состава дистиллированных напитков с применением метода ионной хроматографии.

В задачи исследования так же входило качественное и количественное определение микроэлементов, мигрирующих из сорбентов фильтр-картонов. Эти сведения позволяют заранее прогнозировать образование помутнений в готовой продукции.

**Экспериментальная часть.** Образцы и их подготовка к анализу. Объектами исследования служили образцы дистиллированных напитков и образцы фильтр-картона, используемые в ликероводочной промышленности.

*Ионохроматографическое определение катионов и анионов* проводили с использованием ионного хроматографа Eco IC фирмы METRONM (Швейцария) с кондуктометрическим детектором. Условия разделения катионов: хроматографическая колонка Metrosep C 4; 150/4.0 mm; элюент: 1,7 ммоль/л HNO<sub>3</sub> и 0,7 ммоль/л дипиколиновой кислоты; скорость потока элюента 0,9 см<sup>3</sup>/мин. Условия разделения анионов: хроматографическая колонка: Metrosep A Supp 16; 150/4.0 mm; элюент: 7,5 ммоль/л Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> и 0,75 ммоль/л NaOH, скорость потока элюента 0,8 см<sup>3</sup>/мин.

Предел относительной погрешности измерения не более 15%.

Определение силикатов проводили с использованием ионного хроматографа 761 Comrast IC фирмы METRONM (Швейцария) с кондуктометрическим детектором. Условия определения силикатов: хроматографическая колонка Hamilton PRP-X100, 150/4.0 mm, элюент 3,2 ммоль/дм<sup>3</sup> гидроксида натрия и 0,5 ммоль/дм<sup>3</sup> карбоната натрия, скорость потока элюента 1 см<sup>3</sup>/мин.

Предел относительной погрешности измерения не более 15%.

*Спектрометрическое определение железа* проводили с использованием атомно-абсорбционного спектрометра с электро-термической атомизацией «КВАНТ-Z.ЭТА», при длине волны 372,0 нм и толщине щели монохроматора – 0,25 мм.

Предел относительной погрешности измерения не более 20%.

**Обсуждение результатов.** В ходе работы был проанализирован ионный состав 20 образцов различных дистиллированных напитков на основе растительного сырья. Из полученных данных установлено, что массовое содержание ионов в исследованных образцах находятся в широких диапазонах: натрия 1,1-19,7 мг/дм<sup>3</sup>, аммония 0,6-1,7 мг/дм<sup>3</sup>; калия 0,1-33,9 мг/дм<sup>3</sup>; кальция 0,3-9,2 мг/дм<sup>3</sup>; магния 0,3-2,7 мг/дм<sup>3</sup>; хлоридов 0,2-2,5 мг/дм<sup>3</sup>, фосфатов 0,2-7,7 мг/дм<sup>3</sup>, сульфатов 0,1-7,2 мг/дм<sup>3</sup>, оксалатов 0,1-1,2 мг/дм<sup>3</sup>, силикатов 0,5-5,0 мг/дм<sup>3</sup>. Это обусловлено особенностями водоподготовки на различных предприятиях, а так же микроэлементным составом используемого растительного сырья и его количеством.

Для исследования миграции микроэлементов из сорбентов, был проанализирован микроэлементный состав образца дистиллированного напитка после фильтрации через фильтр-картон 7 различных марок отечественного и зарубежного производства. Результаты исследования представлены в таблице 1.

**Таблица 1**

**Массовая концентрация мг/дм<sup>3</sup> микроэлементов в исследуемых образцах фильтратов дистиллированного напитка**

Определяемый элемент	Исход-ный образец	Наименование фильтр-картонов						
		T	KFM	G-12	AF 101 Н	SK 1000	XE 200 Н	AF 70
Натрий	11,5	15,9	11,3	10,9	9,5	12,8	16,7	15,8
Аммоний	2,1	2,5	1,9	1,6	1,7	1,3	1,5	1,6
Калий	0,4	0,30	0,1	0,7	0,50	1,6	1,3	1,0
Кальций	0,6	12,5	15,8	5,1	4,1	7,9	8,7	7,9
Магний	0,2	2,0	3,1	1,7	1,0	4,1	2,4	1,6
Кремний	1,8	5,7	4,8	3,6	2,7	3,4	5,0	4,1
Железо*	177,3	41,8	37,8	30,8	23,6	11,3	10,0	5,3

\* - Массовая концентрация железа, мкг/дм<sup>3</sup>

Полученные результаты свидетельствуют, о том, что из всех образцов фильтр-картона происходит в разной степени вымывание кальция, магния и кремния. Данные микроэлементы при переходе в фильтраты алкогольных напитков становятся реакционноспособными и могут в последствии образовывать нерастворимые комплексы с аминокислотами, моно- и дисахаридами, фенольными соединениями, что способствует ухудшению стабильности готовой продукции.

**Заключение.** Внедрение разработанных ионно-хроматографических методик в систему контроля качества спиртных напитков, полученных с применением растительного сырья, позволит контролировать критические точки их производства, тем самым, своевременно устраняя причины ухудшения качества. В совокупности с другими инструментальными методами анализа, разработанные нами методики эффективны для выявления причин ухудшения стабильности в процессе хранения.

*Исследования проводились в рамках выполнения Государственного задания по теме № 0410-2022-0006*

### **Список литературы**

1. Макаров, С.Ю. Основы технологии виски. М.: Пробел-2000, 2011. 196 с.
2. Бережная, А.В. Совершенствование технологических приемов повышения качества коньячных спиртов и коньяков: автореф. дис. канд. техн. наук: 05.18.01. Краснодар, 2004. 24 с.
3. Состав осадков коньяков и причины их образования / В.Т. Христюк [и др.] // Известия ВУЗов. Пищевая технология. 2003. №5-6. С. 129.
4. Influence of Alcohol Content and Storage Conditions on the Physicochemical Stability of Spirit Drink / Ró'za'nski M. // Foods. 2020. Vol 9. P. 1264.
5. Formation of siliceous sediments in brandy after diatomite filtration / J.Gómez [et al.] // Food Chemistry. 2015. Vol. 170. P. 84-89.

## **ION CHROMATOGRAPHY AND ITS APPLICATIONS IN DISTILLED BEVERAGES QUALITY CONTROL**

I. M. Abramova, M. E. Medrish, V. B. Savelieva,  
A.G. Romanova, N.V. Matrosova

All-Russian Scientific Research Institute of Food and Biotechnology - Branch of Federal Research Center of Nutrition, Biotechnology and Food Safety, 111033, Moscow, st. Samokatnaya, 4b

### **Abstract**

This work describes the ionic composition studies of several distilled alcoholic beverages by ion chromatography with conductometric detection. Typical mass concentrations ranges for cations and anions have been established. Microelement migration from filter cardboard used in alcoholic beverage production has been researched. Introducing the described express methods into the quality control system for alcoholic beverages obtained from herbal raw materials will make it possible to control the critical points in their production, thereby timely eliminating the drinks quality deterioration causes.

**Keywords:** distilled beverages, moonshine, whiskey, sedimentation, minerals, stability, ion chromatography

### **References**

1. Makarov, S.Y. Fundamentals of whiskey technology. M.: Probel-2000, 2011. 196 p.
2. Berezhnaya, A.V. Improving technological methods for improving the quality of cognac spirits and cognacs: author. dis. cand. tech. sciences: 05.18.01. Krasnodar, 2004. 24 p.
3. The composition of cognac sediments and the reasons for their formation / V.T. Khristyuk [et al.] // Proceedings of universities. Food technology. 2003. No. 5-6. S. 129.
4. Influence of Alcohol Content and Storage Conditions on the Physicochemical Stability of Spirit Drinks / Ró'za'nski M. // Foods. 2020. 9. P. 1264.
5. Formation of siliceous sediments in brandy after diatomite filtration / J.Gómez [et al.] // Food Chemistry. 2015. Vol. 170. P. 84-89.