

*На правах рукописи*



**РЕЗНИЧЕНКО Кристина Вячеславовна**

**СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ ТЕХНОЛОГИИ ПРОИЗВОДСТВА  
РОССИЙСКИХ КОНЬЯКОВ НА ОСНОВЕ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ  
БИОХИМИЧЕСКИ АКТИВИРОВАННОЙ ДРЕВЕСИНЫ ДУБА**

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

**АВТОРЕФЕРАТ**

диссертации на соискание ученой степени  
кандидата технических наук

Краснодар – 2013

Работа выполнена в государственном научном учреждении «Северо-Кавказский зональный научно-исследовательский институт садоводства и виноградарства»  
Россельхозакадемии (ГНУ СКЗНИИСиВ РАСХН)

**Научный руководитель:**

**Оседецва Инна Владимировна**

кандидат технических наук, доцент

**Официальные оппоненты:**

**Мишиев Павел Ягутилович,**

доктор технических наук, генеральный директор ОАО "Дербентский коньячный комбинат"

**Блягоз Аслан Русланович,**

кандидат технических наук, доцент кафедры технологии, машин и оборудования пищевых производств ФГБОУ ВПО «Майкопский государственный технологический университет»

**Ведущая организация:**

Государственное научное учреждение «Всероссийский научно-исследовательский институт виноградарства и виноделия им. Я.И. Потапенко» Россельхозакадемии

Защита диссертации состоится 27 июня 2013 года в 15.00 час. на заседании диссертационного совета Д 212.100.05 в ФГБОУ ВПО «Кубанский государственный технологический университет» по адресу: 350072, г. Краснодар, ул. Московская 2, корпус Г, ауд. 248.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ФГБОУ ВПО «Кубанский государственный технологический университет».

Автореферат разослан 24 мая 2013 г.

Ученый секретарь  
диссертационного совета,  
канд. техн. наук, доцент



В.В. Гончар

## 1 ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

**1.1 Актуальность темы.** Технология производства бренди (коньяка) во всех странах с развитым виноградарством и виноделием имеет свою специфику. Индивидуальные отличительные черты этого напитка формируются за счет ряда технологических факторов. В Российской Федерации коньячное производство представляет собой одну из наиболее динамично развивающихся отраслей пищевой промышленности. Производство коньяка в стране за 2010-2012 гг. составило более 8 млн дал, при этом наблюдается постоянный рост объемов его производства главным образом за счет импорта коньячных дистиллятов. В таких условиях важнейшей задачей является разработка и внедрение технологических приемов, направленных на улучшение качественных характеристик продукции и снижение ее себестоимости. Этого можно добиться за счет более эффективного и рационального использования природного потенциала древесины дуба.

Значительный вклад в разработку технологически гибких способов подготовки древесины дуба для выдержки коньячных дистиллятов внесли российские и зарубежные ученые: Агабальянц Г.Г., Гаджиев М.С., Джанполадян Л.М., Егоров И.А., Родопуло А.К., Кишковский З.Н., Личев В., Мартыненко Э.Я, Мнджоян Е.Л., Мишиев П.Я., Нилов В.И., Оганесянц Л.А., Саришвили Н.Г., Скурихин И.М., Шприцман Э.М., E.T. Krebs, P. Chatonnet и другие.

Повышение эффективности использования древесины дуба может быть достигнуто путем реализации приемов активации, основанных на биокатализе, так как процессы, протекающие при естественной сушке древесины, имеют биохимическую основу. В настоящее время активацию процесса созревания дубовой клепки традиционно осуществляют с использованием физических и химических способов. Процесс биохимической активации дубовой древесины, используемой в коньячном производстве, остается малоизученным. Таким образом, исследования, направленные на совершенствование технологии производства российских коньяков посредством использования приемов биохимической активации древесины дуба являются актуальными.

**1.2 Цель и задачи исследований.** Целью исследований явилось совершенствование технологии производства российских коньяков на основе использования биохимически активированной древесины дуба.

Поставленная цель достигалась решением следующих задач:

-исследовать естественную микрофлору дубовой клепки и оценить возможность использования биохимического способа предварительной обработки древесины дуба;

- исследовать влияние способа предварительной обработки на свойства древесины дуба и химический состав получаемых водно-спиртовых экстрактов;

-усовершенствовать методику оперативного контроля качества коньячных дистиллятов в процессе выдержки;

- выбрать оптимальные параметры процесса предварительной обработки древесины дуба с использованием биохимической активации;

- исследовать режимы выдержки коньячных дистиллятов в контакте с биохимически активированной древесиной дуба с использованием промышленных ферментных препаратов;

-усовершенствовать технологию производства российских коньяков на основе использования биохимически активированной древесины дуба, разработать техническую документацию и апробировать усовершенствованную технологию в производственных условиях;

- рассчитать ожидаемый экономический эффект от использования усовершенствованной технологии производства российских коньяков.

**1.3 Научная новизна.** Экспериментально подтверждена достоверность высказываемой в научной литературе гипотезы о возможности применения биохимических способов активации древесины дуба, используемой в коньячном производстве. Впервые показана целесообразность биохимической активации посредством применения промышленных ферментных препаратов при предварительной обработке дубовой клепки, используемой для выдержки коньячных дистиллятов. Определено влияние биохимической активации древесины дуба на формирование комплекса легколетучих и экстрактивных компонентов выдерживаемых коньячных дистиллятов. Установлена взаимосвязь между параметрами предварительной обработки древесины дуба, предусматривающей её биохимическую активацию с последующим термическим воздействием, химическим составом получаемых выдержанных коньячных дистиллятов и их органолептическими характеристиками. Выявлены закономерности процесса обогащения коньячных дистиллятов ароматобразующими компонентами при выдержке в контакте с био-

химически активированной древесиной дуба. Показана возможность регулирования процесса созревания коньячных дистиллятов посредством использования биохимически активированной древесины дуба на различных этапах выдержки.

Новизна предлагаемых технологических решений подтверждена патентом РФ на изобретение № 2433167 «Способ обработки дубовой клепки, используемой при созревании коньячных и им подобных спиртов».

**1.4 Практическая значимость.** Усовершенствована технология производства российских коньяков, позволяющая направленно регулировать процесс созревания коньячных дистиллятов посредством использования биохимически активированной древесины дуба как в режиме полной выдержки, так и в режиме довыдержки. Разработаны технологические инструкции на производство коньячных дистиллятов на основе режима полной выдержки (ТИ 9174-003-37127310-2012) и с использованием режима дополнительной выдержки (ТИ 9174-004-37127310-2012), российских коньяков трехлетних «Новинка» (ТИ 9174-005-37127310-2012) и «Дамский» (ТИ 9174-006-37127310-2012). Проведены производственные испытания усовершенствованной технологии на предприятиях ООО «Коньячный завод «Темрюк» и ОАО АПФ «Фанагория». Ожидаемый экономический эффект от внедрения предлагаемой технологии составляет 47,4 руб./дал готовой продукции в ценах 2012 г.

**1.5 Апробация результатов работы.** Материалы диссертационной работы доложены, обсуждены и одобрены на III-VI Всероссийских научно-практических конференциях молодых ученых «Научное обеспечение агропромышленного комплекса» (г. Краснодар, 2009-2012 гг.), Международной научно-практической конференции «Высокоточные технологии производства, хранения и переработки винограда» (г. Краснодар, 2010 г.), X Международной научно-практической конференции молодых ученых и специалистов «Современные достижения в виноградарстве и виноделии» (г. Ялта, 2011 г.), Международной научно-практической конференции «Разработки, формирующие современный облик садоводства и виноградарства» (г. Краснодар, 2011 г.), IV Международной научно-практической конференции НТТМ-2012 «Научно-техническое творчество молодежи – путь к обществу, основанному на знаниях» (г. Москва, 2012 г.), Международном научно-практическом семинаре «Агротехнические и технологические приемы, способствующие формированию качества винодельческой продукции» (г. Краснодар,

2012 г.), на ежегодных заседаниях Ученого совета ГНУ СКЗНИИСиВ Россельхозакадемии. Работа включена в программу НИР, финансируемых Фондом содействия развитию малых форм предприятий в научно-технической сфере (государственный контракт № 11439 р/17136 от 31.01.2013 года).

**1.6 Публикации.** По результатам исследований опубликовано 15 научных работ, в том числе 4 статьи в журналах, рекомендованных ВАК Минобрнауки РФ, получен патент РФ на изобретение № 2433167 «Способ обработки дубовой клепки, используемой при созревании коньячных и им подобных спиртов».

**1.7 Структура и объем диссертации.** Диссертационная работа состоит из введения, обзора отечественной и зарубежной научно-технической и патентной литературы, методической и экспериментальной части, выводов, списка использованной литературы (208 источников, в том числе 45 - зарубежных авторов) и приложения. Основной текст диссертации изложен на 132 страницах компьютерного текста, содержит 25 рисунков и 9 таблиц.

## **2 ОБЪЕКТЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ**

В качестве объектов исследований использовали дубовую клепку, полученную из древесины дуба черешчатого (*Q. robur*), выращенного в Абинском, Майкопском и Хадыженском районах (Россия), провинции Лемузен (Франция); комплексные ферментные препараты: Тренолин Супер ДФ, Фруктоцим МА, San Super 240L, Fludase и Глюкозим Л-400-С+; коньячные дистилляты молодые и выдержанные в контакте с биохимически активированной дубовой клепкой.

Основные физико-химические показатели коньячных дистиллятов определяли по действующим нормативным документам. Определение легколетучих компонентов в дистиллятах проводили газохроматографическим методом (газовый хроматограф «Кристалл 2000» (Россия). Содержание дубильных веществ определяли титриметрическим методом, массовую концентрацию общего экстракта в дистиллятах - методом выпаривания и сушки до постоянного веса. Идентификацию ароматических альдегидов и фенольных кислот проводили методом капиллярного электрофореза (прибор Капель-105 (Россия). Методика определения концентрации ароматических альдегидов и фенольных кислот была усовершенствована в процессе выполнения диссертационной работы. Разработанные условия предусматривают изменение состава рабочего буферного раствора и режима измерения путем перехода длины волны с 373 нм на 280 нм перед выходом сире-

невой, феруловой, ванилиновой и галловой кислот, что позволяет дифференцировать ванилиновую и феруловую кислоты и идентифицировать данные компоненты с высокой точностью. Усовершенствованная методика оформлена в виде СТО 00668034-030-2011 «Коньячные дистилляты. Методика измерений содержания ароматических альдегидов и кислот методом капиллярного электрофореза», аттестована и внесена в реестр методик измерения РФ. Структурная схема исследований представлена на рисунке 1.

### 3 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

**3.1 Исследование естественной микрофлоры дубовой клепки.** В процессе сушки дубовой клепки, используемой для выдержки коньячных дистиллятов, на ее поверхности развиваются различные виды микроорганизмов, которые играют важную роль в созревании клепки. С целью идентификации естественной микрофлоры нами была исследована дубовая клепка, заготовленная в различных районах, подвергнутая естественной сушке и выдержке в условиях климата Краснодарского края. На поверхности всех исследуемых образцов было выявлено несколько видов мицелиальных грибов (таблица 1).

Таблица 1 – Мицелиальные грибы, идентифицированные на поверхности дубовой клепки

Происхождение древесины	Российский дуб (Кавказский)			Французский дуб (пров. Лемузен)
	Абинский р-н	Майкопский р-н	Хадыженский р-н	
Микроорганизмы	Aspergillus sp. Penicillium sp. Alternaria sp. Rhizopus sp.	Aspergillus sp. Penicillium sp. Rhizopus sp.	Aspergillus sp. Penicillium sp. Alternaria sp. Rhizopus sp.	Aspergillus sp. Penicillium sp. Alternaria sp.

Видовой состав грибов во всех образцах был идентичен, что можно объяснить влиянием микобиоты местности, где происходила выдержка клепки. Эти виды микроорганизмов обладают высокой ферментативной активностью, именно данные штаммы грибов способны синтезировать такие ферменты как амилазы, целлюлазы, пектиназы и каталазы. Направленное развитие выявленных мицелиальных грибов на дубовой клепке, сопровождающееся ферментативными процессами, способствует увеличению пористости древесины, ее проницаемости для жидкости, трансформации лигнина, что сделает древесину дуба более пригодной для использования в коньячном производстве.



Рисунок 1 – Структурная схема исследований



Интенсификация процесса выдержки и созревания древесины дуба для коньячного производства в желаемом направлении может быть достигнута путем колонизации древесины необходимыми микроорганизмами для активации естественных процессов выдержки клепки в парках хранения. Нами было выдвинуто предположение, что применение ферментных систем, продуцируемых микроорганизмами, обладающих высокой целлюлолитической, гликозидазной и пектолитической активностью обеспечит условия, позволяющие добиться трансформации структурных компонентов древесины, минуя стадию культивирования живых микроорганизмов на древесине.

**3.2 Влияние способа предварительной обработки древесины дуба на её свойства и химический состав получаемых водно-спиртовых экстрактов.** С целью установления степени влияния различных способов обработки на свойства дубовой древесины были исследованы химический (обработка 0,3%-ми растворами соляной кислоты (HCl) и гидроокиси натрия (NaOH)), термический (нагревание дубовых кусочков при температуре 140°C в течение 45 часов) и биохимический способы предварительной обработки древесины. Биохимический способ заключался в обработке древесины суспензией ферментных препаратов с целлюлолитической активностью. Залив обрабатываемой древесины водно-спиртовым раствором (65% об.) осуществляли из расчета достижения удельной поверхности 150 см<sup>2</sup>/дм<sup>3</sup>. Выдержку проводили в герметично закрытой таре в течение 1 месяца.

В качестве критерия степени влияния способа обработки древесины на ее свойства была использована величина адсорбции уксусной кислоты на поверхности древесины дуба, характеризующая её пористость (рисунок 2). Качество полученных экстрактов оценивали по уровню легколетучих компонентов, фенольных альдегидов и кислот, ду-

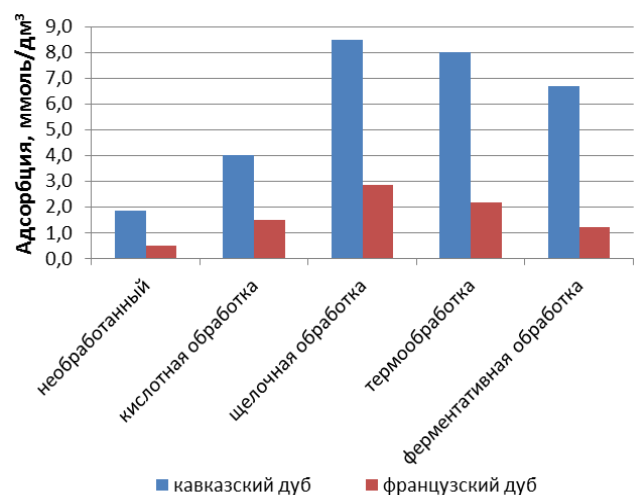


Рисунок 2 – Величина адсорбции уксусной кислоты на поверхности древесины дуба, обработанной различными способами

бильных веществ, а также уровню pH экстрактов. Установлено, что при обработке древесины любым из исследуемых способов сорбция уксусной кислоты на её поверхности увеличивалась в несколько раз по сравнению с необработанной. При этом выявлено, что при химической активации данный показатель увеличивается в 2,2 - 5,6 раза по сравнению с необработанной древесиной, щелочная обработка более, чем в 2 раза повышает сорбционную емкость древесины по сравнению с кислотной. При термической обработке величина адсорбции уксусной кислоты на поверхности древесины увеличивается в 4,4 раза по сравнению с исходной. Установлено, что самый низкий уровень адсорбции наблюдается при кислотной и ферментативной активации.

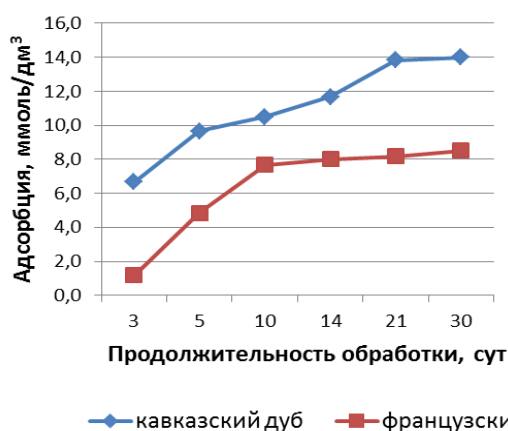


Рисунок 3 – Динамика адсорбции уксусной кислоты на поверхности древесины при биохимической активации

При увеличении времени воздействия на древесину ферментными препаратами величина адсорбции имеет тенденцию постоянного роста (рисунок 3). При исследовании состава полученных водно-спиртовых экстрактов установлено, что способ обработки древесины оказывает наибольшее влияние на накопление следующих соединений: ацетальдегида (рисунок 4), коричневого, капринового альдегидов, фурфурола и 5-метилфурфурола (рисунок 5). Самый высокий

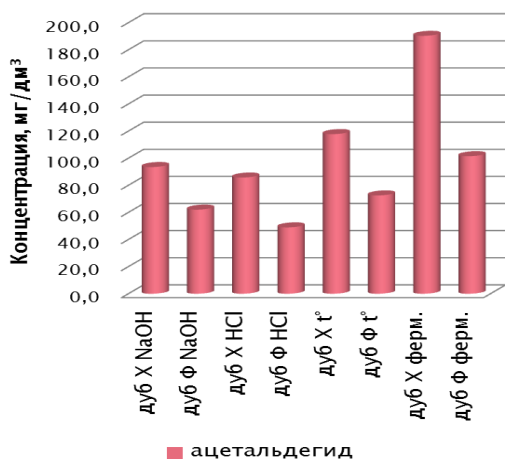


Рисунок 4 – Содержание ацетальдегида в экстрактах при различных способах обработки древесины

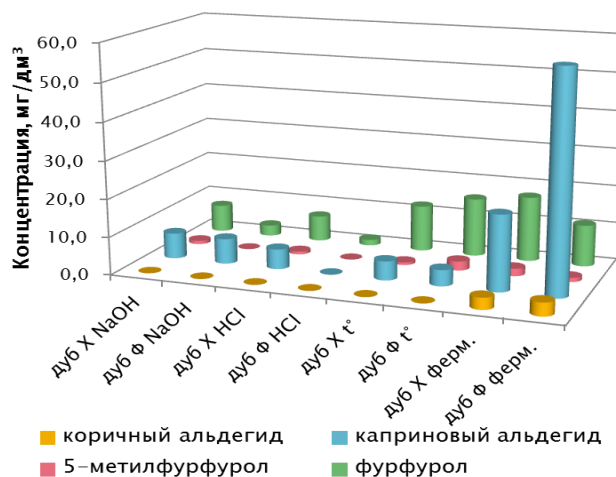


Рисунок 5 – Содержание легколетучих альдегидов в экстрактах при различных способах обработки древесины

уровень указанных веществ был идентифицирован в образцах с древесиной, активированной биохимическим методом.

Кроме того, биохимическая обработка древесины способствовала высокому накоплению этилкаприлата, являющегося компонентом «энантового эфира» (рисунок 6), а также масляной и изовалериановой кислот (рисунок 7).

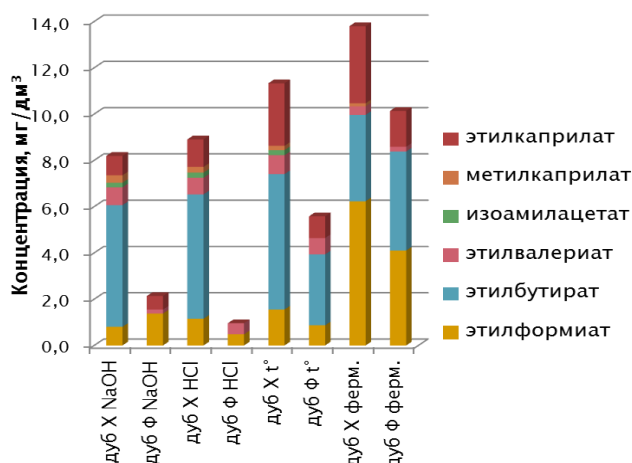


Рисунок 6 – Содержание эфиров в экстрактах при различных способах обработки древесины

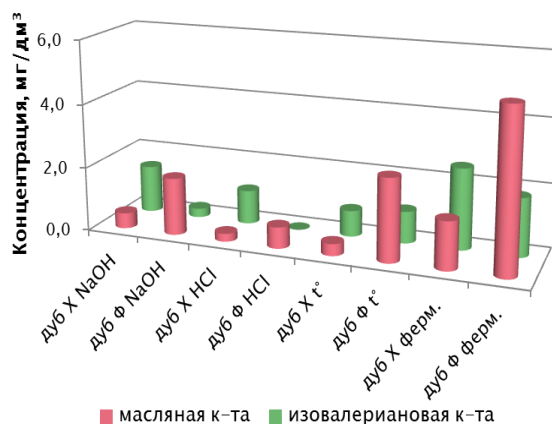


Рисунок 7 – Содержание летучих кислот в экстрактах при различных способах обработки древесины

Фенольные альдегиды и кислоты были идентифицированы во всех опытных образцах (рисунок 8). При этом наивысший уровень концентраций указанных соединений наблюдался при осуществлении активации биохимическим и термическим способами. Во всех экстрактах древесины кавказского дуба было отмечено более высокое содержание ароматических альдегидов и кислот по сравнению с древесиной лемузенского дуба.

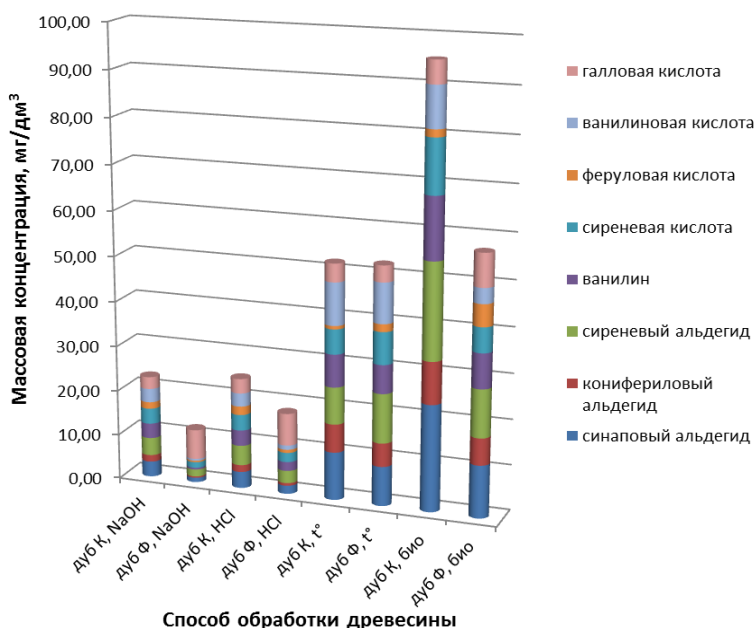


Рисунок 8 – Уровень массовой концентрации ароматических альдегидов и кислот в исследуемых экстрактах

При исследовании динамики накопления экстрактивных веществ было выявлено, что в результате кислотной и щелочной обработки древесины в

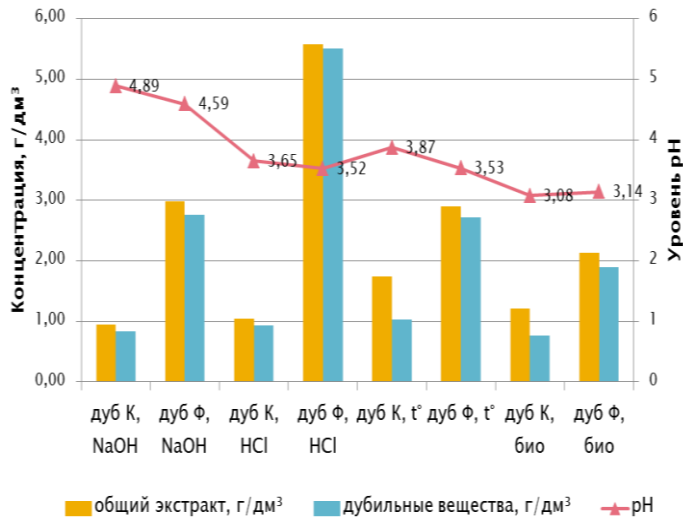


Рисунок 9 – Уровень массовой концентрации дубильных веществ, общего экстракта и значение рН в исследуемых экстрактах

дистилляты интенсивно переходит значительное количество дубильных веществ, что может быть причиной грубого вкуса. Биохимический способ обработки способствует умеренному накоплению дубильных веществ, что может быть обусловлено щадящим режимом обработки дубовой клепки, который не приводит к экстремальным изменениям структуры древесины дуба (рисунок 9).

**3.3 Выбор оптимальных параметров процесса предварительной обработки древесины дуба с использованием биохимической активации.** С целью установления оптимальных параметров проведения процесса биохимической активации древесины дуба нами были выбраны: оптимальные дозировки комплексного ферментного препарата (КФП), приоритетная активность ферментной системы и продолжительность воздействия КФП на дубовую древесину. В качестве контрольного варианта был использован традиционный способ обработки дубовой клепки, предусматривающий двукратное замачивание древесины в холодной воде, обработку острым паром, ополаскивание холодной и горячей водой и высушивание до влажности 60%. При определении дозировок ориентировались на рекомендуемые нормы по обработке мезги и винограда ферментными препаратами. С целью последующей инактивации ферментного препарата проводили последующую сушку обработанной древесины при температуре 125-150°С до приобретения ею коричневой окраски. При этом также достигается дополнительная активизация процессов гидролитического расщепления углеводов древесины и деполимеризации лигнина с образованием низкомолекулярных фрагментов, способных растворяться в спиртовых растворах. Обработанную дубовую клепку помещали в 65%-ный коньячный дистиллят с рН 4,0 из расчета удельной поверхности 150 см<sup>2</sup>/дм<sup>3</sup> и вы-

держивали в течение 6 месяцев при температуре 22-25°C. Анализ результатов исследований показал, что оптимальным является режим обработки дубовой клепки, предусматривающий ее двукратное замачивание в холодной воде, обработку острым паром, ополаскивание, последующую ферментативную обработку клепки в течение 3-4 суток с помощью водной суспензии комплексного ферментного препарата, обладающего целлюлолитической,  $\beta$ -полигалактуроназной и  $\beta$ -гликозидазной активностью с суммарной активностью 6000-6200 ед/см<sup>3</sup> с дозировкой препарата из расчета 0,75-1,0 г на 1 кг дубовой клепки, ополаскивание и сушку ферментированной дубовой клепки при температуре 125-150°C в течение 18-24 часов до появления коричневой окраски. Увеличение концентрации КФП, а также увеличение продолжительности процесса обработки нерационально, так как, согласно результатам исследований, сверхсильная интенсификация процесса этанолиза, позволяющая значительно увеличить концентрацию фенольных альдегидов и дубильных веществ, не способствует улучшению качества: в образцах данной группы были отмечены во вкусе излишняя танинность, некоторая слащавость, кроме того, они приобретали легкий буроватый оттенок. Научная новизна полученных решений подтверждена патентом на способ обработки дубовой клепки, используемой при созревании коньячных и им подобных спиртов.

**3.4 Исследование режимов выдержки коньячных дистиллятов в контакте с биохимически активированной древесиной дуба с использованием промышленных ферментных препаратов.** С целью установления оптимальных параметров и режимов выдержки коньячных дистиллятов в контакте с биохимически активированной древесиной дуба нами были проведены исследования, направленные на изучение влияния различных известных промышленных ферментных препаратов, используемых для активации, на состав и динамику накопления легколетучих и экстрактивных компонентов в коньячных дистиллятах. Для обработки использовали следующие КФП: Тренолин Супер ДФ, Фруктоцим МА, SanSuper 240L, Fludase и Глюкозим Л-400-С+. Обработка клепки проводилась в установленных ранее дозировках препарата в течение 1,3,4,5 и 10 суток с последующей фиксирующей термообработкой. Обработанную ду-

бовую клепку заливали молодым коньячным дистиллятом (65% об.) из расчета удельной поверхности  $150 \text{ см}^2/\text{дм}^3$  и выдерживали в герметично закрытой таре в течение 6 месяцев.

Согласно полученным данным, при обработке древесины дуба различных районов произрастания исследуемыми КФП наблюдалась тенденция повышения концентрации ацетальдегида в дистиллятах при увеличении продолжительности времени обработки. Наиболее выражена эта тенденция была в дистиллятах, выдержанных на древесине лемузенского дуба (рисунок 10). Можно

предположить, что при увеличении длительности контакта клепки с ферментным препаратом создаются условия, при которых образование ацетальдегида в дистиллятах происходит более интенсивно.

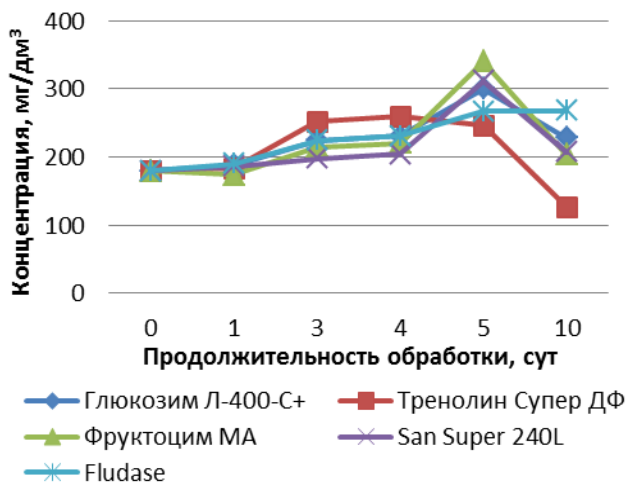


Рисунок 11 – Динамика изменения концентрации уксусной кислоты в дистиллятах

увеличении продолжительности обработки клепки до 3-4 дней, что можно объяснить созданием условий, при которых происходит гидролиз данного эфира или вступление его в реакции переэтерификации.

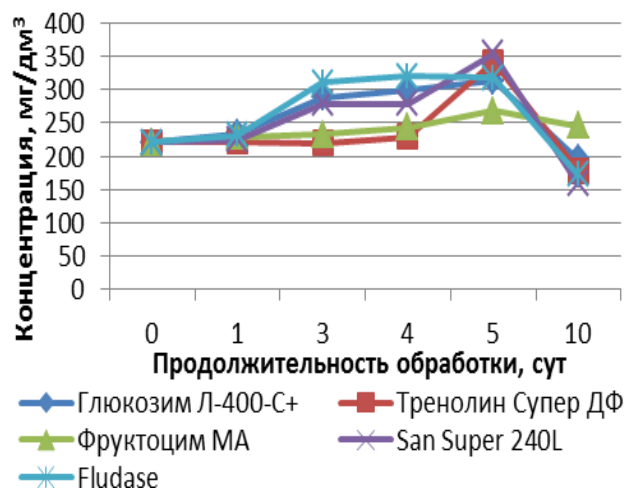


Рисунок 10 – Динамика изменения концентрации ацетальдегида в дистиллятах

При исследовании динамики изменения концентрации уксусной кислоты была зафиксирована неустойчивая тенденция накопления ее содержания при увеличении времени активации древесины дуба КФП (рисунок 11).

Концентрация этилацетата в дистиллятах изменялась хаотично (рисунок 12), при этом во всех образцах было отмечено снижение содержания этилацетата при увеличении продолжительности обработки клепки до 3-4 дней, что можно объяснить созданием условий, при которых происходит гидролиз данного эфира или вступление его в реакции переэтерификации.



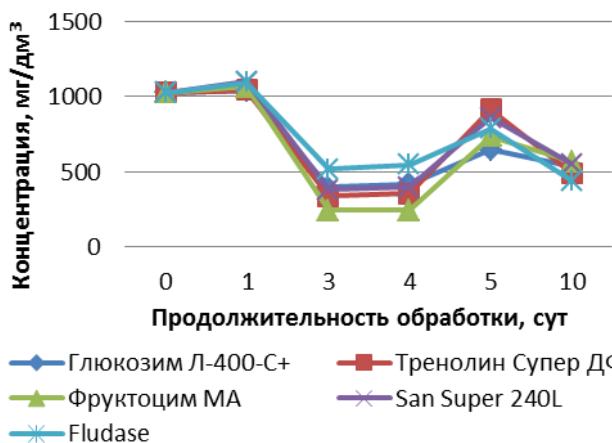


Рисунок 12 – Динамика изменения концентрации этилацетата в дистиллятах

образуется больше мономерных соединений, входящих в состав структурных элементов древесины, в частности пентоз, которые при последующей тепловой обработке в результате дегидратации превращаются в фурфурол. При этом самая высокая концентрация фурфурола в дистиллятах была зафиксирована при обработке древесины лемузенского дуба препаратом SanSuper 240L.

Для фурфурола, в целом, установлена тенденция повышения концентрации при увеличении продолжительности обработки древесины дуба (рисунок 13). Это может быть обусловлено тем, что при увеличении продолжительности воздействия ферментов на древесину дуба

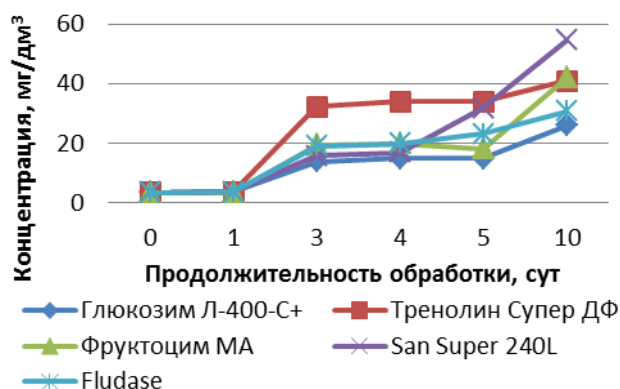


Рисунок 13 – Динамика изменения концентрации фурфурола в дистиллятах

При исследовании высших спиртов (рисунок 14) установлено, что уровень концентраций изоамилового и изобутилового спиртов при увеличении продолжительности обработки снижается. При этом концентрация

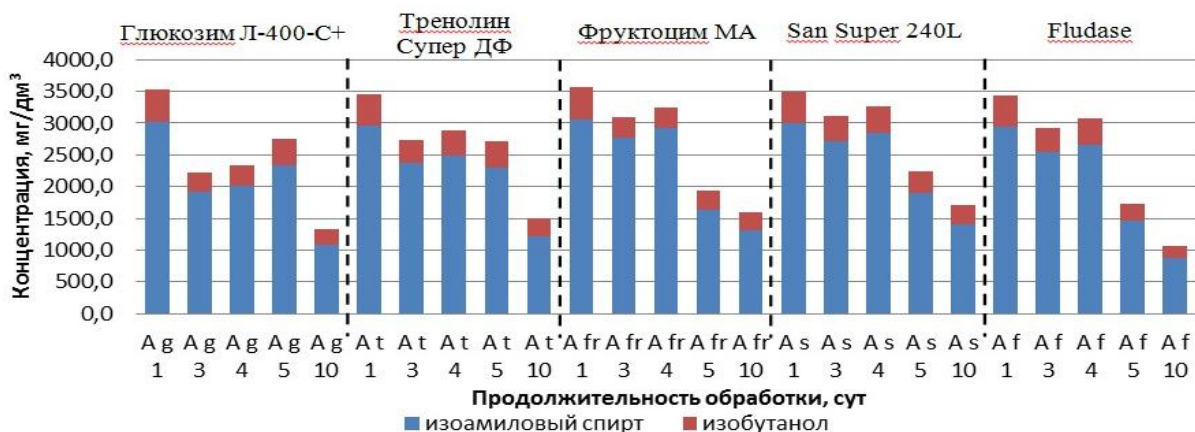


Рисунок 14 – Динамика изменения концентрации изоамилового и изобутилового спиртов в дистиллятах

указанных соединений зависит от района произрастания дуба.

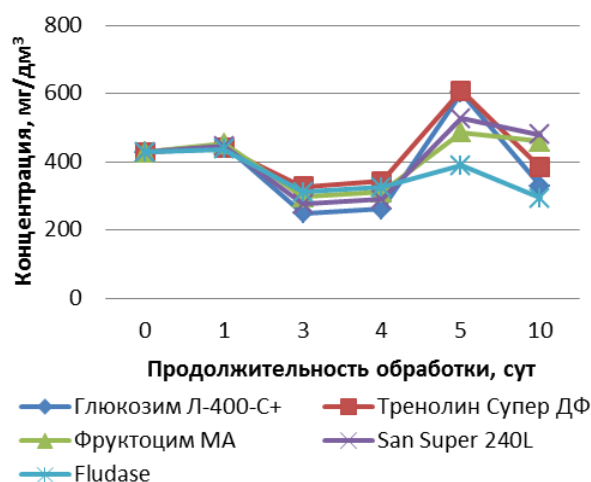


Рисунок 15 – Динамика изменения концентрации метанола в дистиллятах

Концентрация метанола в дистиллятах при ферментативной обработке клетки изменяется хаотично. При этом минимальный уровень метанола был установлен в образцах из апшеронского дуба при трехдневной активации (рисунок 15).

При исследовании динамики изменения концентрации фенольных альдегидов и кислот при ферментативной обработке установлено, что происходит значительная интенсификация

процесса образования и накопления фенольных альдегидов и кислот (рисунок 16). С увеличением периода обработки клетки КФП наблюдается планомерное повышение концентрации компонентов.

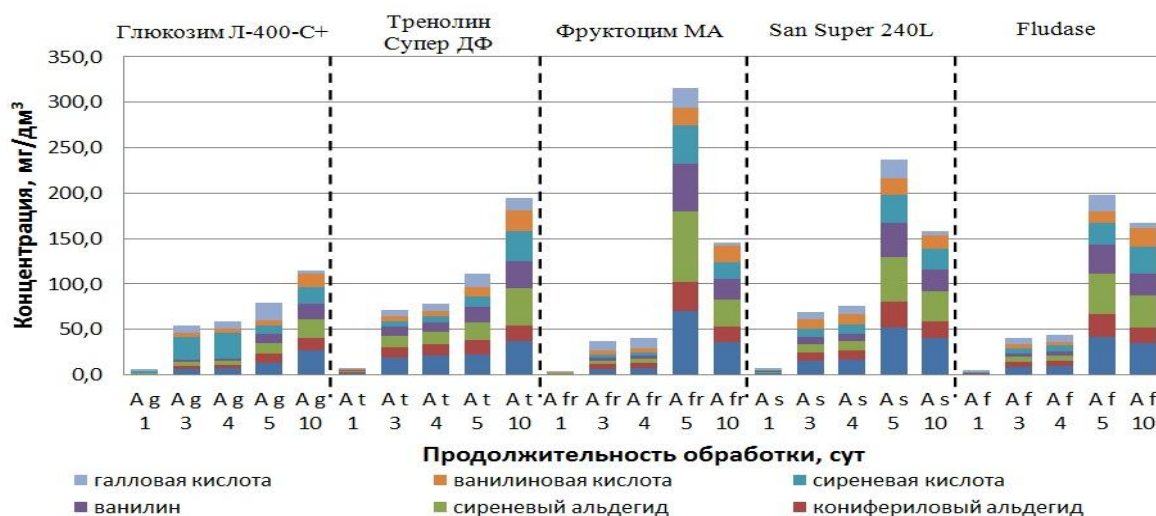


Рисунок 16 – Динамика изменения концентрации фенольных альдегидов и кислот в дистиллятах

Проведенная статистическая обработка данных, направленная на установление связи между районом произрастания дуба, видом ферментного препарата, продолжительностью обработки и дегустационной оценкой, основанная на многофакторном дисперсионном анализе, позволила установить, что из перечня анализируемых факторов на дегустационную



оценку оказывают влияние вид ферментного препарата и продолжительность обработки дубовой клепки (рисунок 17).

Оптимальной является продолжительность обработки клепки в течение 3-4 суток независимо от района произрастания дуба для ферментного препарата, обладающего целлюлолитической, полигалактуроназной и гликозидазной активностью. При этом установлено, что применять КФП Тренолин Супер ДФ целесообразно для обработки древесины дуба, выращенного в Апшеронском, Хадыженском и Майкопском районе. КФП Фруктоцим МА наиболее подходит для активации древесины лемузенского дуба и древесины дуба, выращенного в Майкопском районе.

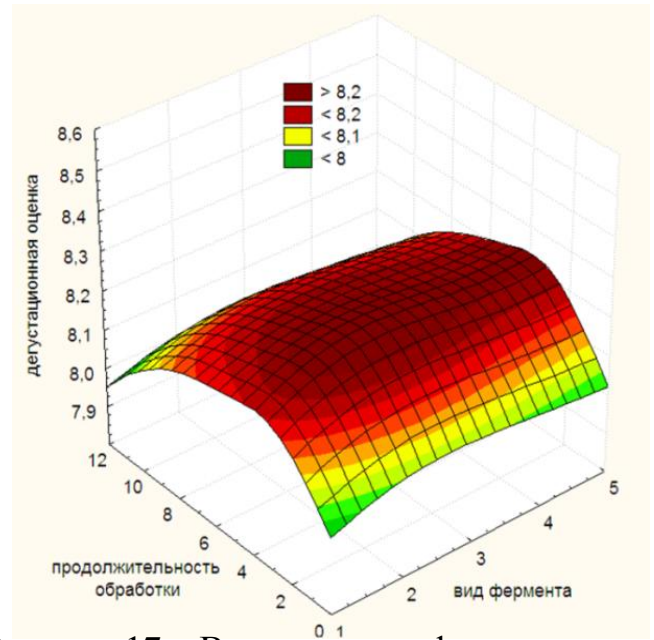


Рисунок 17 – Влияние вида ферментного препарата и продолжительности обработки древесины дуба на уровень дегустационной оценки дистиллятов

**3.5 Совершенствование технологии производства российских коньяков на основе использования биохимически активированной древесины дуба.** С целью установления оптимальных параметров выдержки коньячных дистиллятов в контакте с биохимически активированной древесиной дуба, исследовали три производственных режима: I режим – режим полной выдержки, II-й и III-й – режимы довыдержки коньячных дистиллятов, полученных в производственных условиях. Первый режим предусматривал закладку молодого коньячного дистиллята на выдержку в контакте с дубовой клепкой, обработанной комбинированным способом с биохимической активацией, из расчета удельной поверхности 600-700 см<sup>2</sup>/дал. Выдержку проводили в течение 3-х лет. При реализации второго и третьего режимов использовали коньячный дистиллят, выдержанный в производственных условиях 24 месяца (2 года) и 30 месяцев (2,5 года) соответственно. Опытные образцы, согласно решению главного технолога, направлялись на дополнительную операцию – термическую обработку, что допускается основными правилами по производству. Дистилляты

направляли на дополнительную выдержку на активированной разработанным способом дубовой клепке до достижения 3-летнего возраста. В выдерживаемых коньячных дистиллятах с интервалом 6 месяцев определяли массовую концентрацию фенольных альдегидов и кислот, дубильных веществ, а также проводили органолептический анализ образцов. В качестве индивидуального контроля для второго и третьего режимов выдержки были использованы исходные дистилляты, выдержку которых продолжали в первоначальных условиях. В качестве общего контроля был принят 3-летний коньячный дистиллят высокого качества, выработанный в производственных условиях.

При исследовании динамики накопления экстрактивных компонентов (I режим) наблюдалась устойчивая тенденция увеличения содержания суммарной концентрации фенольных альдегидов и кислот и дубильных веществ в процессе выдержки (рисунок 18). При этом с увеличением срока выдержки улучшались органолептические свойства, в аромате появлялись цветочно-смолистые оттенки, вкус приобретал полноту и мягкость.

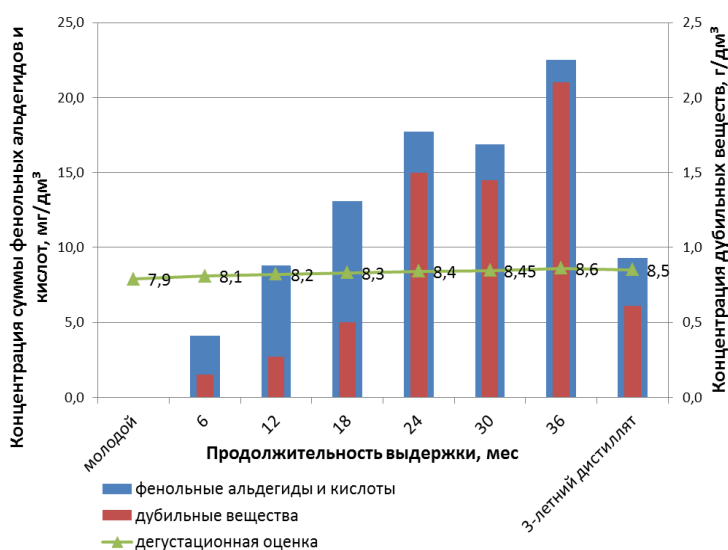


Рисунок 18 – Динамика накопления компонентов коньячного дистиллята, выработанного по I режиму

При выдержке двухлетнего дистиллята (II режим) содержание дубильных веществ увеличилось в 8 раз, суммарная концентрация фенольных альдегидов и кислот увеличилась в 6 раз, при этом полученный трехлетний коньячный дистиллят обладал требуемыми органолептическими свойствами (рисунок 19).

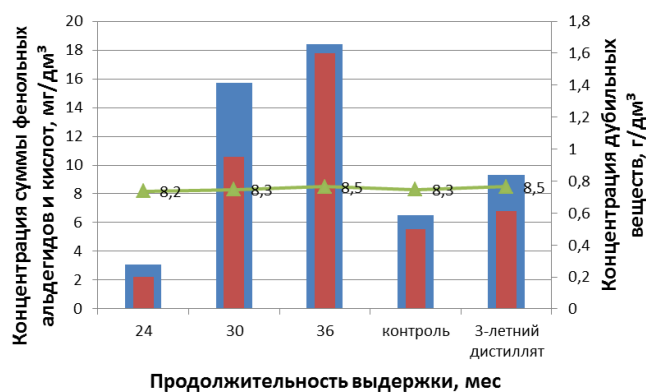


Рисунок 19 – Динамика накопления компонентов коньячного дистиллята, выработанного по II режиму

При выдержке 2,5-летнего дистиллята (III режим) содержание ду-

бильных веществ увеличилось в 2,5 раза, а концентрация фенольных альдегидов и кислот выросла в 2,4 раза, что в целом способствовало также повышению органолептической оценки (рисунок 20).

Таким образом, установлено, что технология выдержки коньячных дистиллятов может быть реализована как по схеме непрерывной выдержки коньячного дистиллята, так и путем дополнительной выдержки дистиллятов с недостаточным уровнем созревания. Экспериментально установлено, что наиболее приоритетным является режим с периодом довыдержки в течение года.

В результате проведенных исследований была разработана аппаратурно-технологическая схема производства трехлетнего российского коньяка с использованием биохимически активированной дубовой клепки (рисунок 21). Согласно данной схеме дубовую клепку обрабатывают в горизонтальном резервуаре (3) по разработанной схеме, предусматривающей двукратное замачивание в холодной воде, обработку острым паром и водной суспензией КФП из расчета 1 г препарата на 1 кг дубовой клепки. Ферментацию дубовой клепки проводят в течение 3 суток в горизонтальном резервуаре. После обработки клепку ополаскивают с целью удаления остатков ферментного препарата, проводят обработку острым паром для инактивации ферментов, снова ополаскивают и оставляют для стекания и высушивания при температуре 20-25°C. После этого проводят термическую обработку клепки в туннельной печи при температуре 125-150°C в течение 18-24 часов до приобретения ею коричневой окраски. Обработанную дубовую клепку укладывают в резервуар (10), куда насосом (9) подается коньячный дистиллят. Резервуар заполняют с недоливом не более 2%. Выдержку коньячного дистиллята в контакте с обработанной дубовой клепкой проводят до достижения им трехлетнего возраста. В процессе выдержки проводят дозирование газообразного кислорода 2 раза в год в количестве не менее 15 мг/дм<sup>3</sup>. После выдержки коньячный дистиллят перекачивают в купаж-

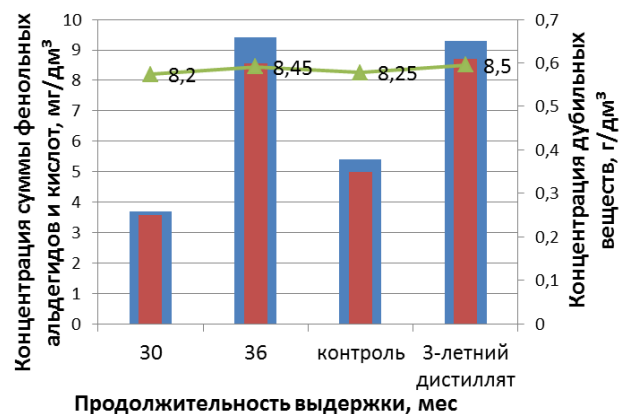


Рисунок 20 – Динамика накопления компонентов коньячного дистиллята, выработанного по III режиму

ную емкость (12), где происходит приготовление купажа коньяка. Обработки купажа назначаются на основании результатов исследования розливостойкости купажа. Готовый коньяк хранят в резервуаре (21), из которого потом направляют на розлив.



Рисунок 21 – Аппаратурно-технологическая схема производства трехлетнего российского коньяка с использованием активированной дубовой клепки

Проведены производственные испытания разработанной технологии на предприятиях ООО «Коньячный завод «Темрюк» и ОАО АПФ «Фанагория». Разработаны технологические инструкции на производство выдержанных коньячных дистиллятов на основе режима полной выдержки и с использованием режима дополнительной выдержки, а также российских коньяков трехлетних «Новинка» и «Дамский». Ожидаемый экономический эффект от внедрения усовершенствованной технологии составляет 47,4 руб./дал готовой продукции в ценах 2012 года.

## ВЫВОДЫ

1. Показана целесообразность применения ферментных систем, продуцируемых микроорганизмами, обладающих высокой целлюлолитической, гликозидазной и пектолитической активностью для направленной

трансформации структурных компонентов древесины дуба, используемой в коньячном производстве.

2. Установлено, что при биохимической активации древесины дуба посредством использования комплексных ферментных препаратов наблюдается изменение ее механических характеристик: адсорбционная способность древесины дуба, а следовательно, и пористость увеличивается в 2,4-3,7 раза. При этом продолжительность обработки древесины ферментными препаратами прямо пропорциональна увеличению величины адсорбции уксусной кислоты на ее поверхности, и, соответственно, пористости.

3. Экспериментально установлено, что водно-спиртовые экстракты, получаемые в результате выдержки в контакте с биохимически активированной древесиной дуба, обогащаются ароматическими и фурановыми альдегидами более чем на 50 % по сравнению с щелочным, химическим и термическим способами активации, кроме того, более чем на 15 % повышается уровень концентраций этилкаприлата, при этом увеличение концентрации дубильных веществ не наблюдается, что позволяет сбалансировать химический состав и улучшить органолептические свойства получаемой продукции.

4. Усовершенствована методика определения ароматических альдегидов и кислот посредством капиллярного электрофореза (СТО 00668034-030-2011) за счет изменения состава рабочего буферного раствора и режима измерения путем перехода длины волны с 373 нм на 280 нм перед выходом сиреневой, феруловой, ванилиновой и галловой кислот, что позволяет дифференцировать ванилиновую и феруловую кислоты, повысить селективность и прецизионность.

5. Установлено, что при активации дубовой древесины промышленными ферментными препаратами определяющим фактором является ферментативная активность препарата и продолжительность обработки древесины независимо от района произрастания дуба.

6. Экспериментально установлено, что оптимальный результат при предварительной обработке дубовой древесины комплексными ферментными препаратами достигается при обработке клепки в течение 3-4 суток с помощью водной суспензии комплексного ферментного препарата, обла-

дающего целлюлолитической,  $\beta$ -полигалактуроназной и  $\beta$ -гликозидазной активностью с суммарной активностью 6000-6200 ед/см<sup>3</sup> с дозировкой препарата из расчета 0,75-1,0 г на 1 кг дубовой клепки, с последующей сушкой ферментированной дубовой клепки при температуре 125-150 °С в течение 18-24 часов.

7. В результате проведенных исследований усовершенствована технология и разработана аппаратурно-технологическая схема производства российских коньяков, позволяющая регулировать процесс созревания коньячных дистиллятов посредством использования биохимически активированной древесины дуба как в режиме полной выдержки, так и в режиме довыдержки. Усовершенствованная технология позволяет обеспечить снижение затрат на производство за счет сокращения периода подготовки дубовой древесины, снижения количества закладываемой на выдержку дубовой клепки и, соответственно, потерь спирта на впитывание. Разработаны технологические инструкции по производству коньячных дистиллятов на основе режима полной выдержки (ТИ 9174-003-37127310-2012) и с использованием режима дополнительной выдержки (ТИ 9174-004-37127310-2012), а также по производству российских коньяков трехлетних «Новинка» (ТИ 9174-005-37127310-2012) и «Дамский» (ТИ 9174-006-37127310-2012). Ожидаемый экономический эффект от внедрения усовершенствованной технологии составляет 47,4 руб./дал готовой продукции в ценах 2012 года.

#### **Список работ, опубликованных по теме диссертации**

1. Кокорина (Резниченко) К.В. Исследование динамики изменения экстрактивных компонентов в коньячных спиртах, вырабатываемых в РФ / К.В. Кокорина (Резниченко), И.В. Оселедцева // Сб. статей III межд. науч. - практич. конф. «Пищевая промышленность и агропромышленный комплекс: достижения, проблемы, перспективы». – Пенза: Приволжский Дом знаний, 2009. – С. 48-50.

2. Кокорина (Резниченко) К.В. Экстрактивные компоненты как определяющий фактор качества выдержанных коньячных спиртов / К.В. Кокорина (Резниченко), И.В. Оселедцева, Т.И. Гугучкина, Н.М. Агеева // Сб. науч. труд. по матер. межд. науч. - практич. конф. «Научные исследования и

их практическое применение. Современное состояние и пути развития 2009». Том 3. Техн. науки. – Одесса: Черноморье, 2009. – С. 20-24.

3. Кокорина (Резниченко) К.В. Выявление критериальных зависимостей между возрастом коньячных спиртов и составом ароматических и дубильных веществ / К.В. Кокорина (Резниченко), И.В. Оселедцева, Т.И. Гугучкина, Н.М. Агеева // Матер. III всерос. науч. - практич. конф. молодых ученых «Научное обеспечение агропромышленного комплекса» – Краснодар: КубГАУ, 2009. – С. 220-221.

4. Резниченко К.В. Разработка и апробация методики контроля качества процесса выдержки коньячных спиртов при хранении / К.В. Резниченко, И.В. Оселедцева // Матер. IV всерос. науч. - практич. конф. молодых ученых «Научное обеспечение агропромышленного комплекса» – Краснодар: КубГАУ, 2010. – С. 295-297.

5. Оселедцева И.В. Легколетучие идентификационные показатели качества коньячной продукции / И.В. Оселедцева, Т.И. Гугучкина, Ю.Ф. Якуба, К.В. Резниченко // Плодоводство и виноградарство Юга России: темат. сетевой электрон. науч. журнал ГНУ СКЗНИИСиВ Россельхозакадемии – Краснодар, 2011, № 7(1), 14 с. – URL: <http://www.journal.kubansad.ru/pdf/11/01/08.pdf>.

6. 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 // Сб. науч. труд. НИВиВ «Магарач» «Виноградарство и виноделие». Том XLI., ч.1, – Ялта, 2011. – С. 81-85.

7. Оселедцева И.В. Установление взаимосвязи между составом бренди и дегустационной оценкой / И.В. Оселедцева, Т.И. Гугучкина, М.Г. Марковский, К.В. Резниченко // Сб. науч. труд. НИВиВ «Магарач» «Виноградарство и виноделие». Том XLI., ч. 2, – Ялта, 2011. – С. 100-102.

8. 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: № 2, 2011 – С. 16-17.

9. Оселедцева И.В. Методика определения ароматических альдегидов и кислот в коньячной продукции / И.В. Оселедцева, Т.И. Гугучкина,

К.В. Резниченко, М.В. Антоненко // Ред. журн. «Изв. вузов. Пищ. технология» – Краснодар, 2011. – 7 с. – Деп. в ВИНТИ, 21.02.2011, № 78-В2011.

10. Резниченко К.В. Разработка эффективной системы контроля процесса выдержки коньячных спиртов / К.В. Резниченко, И.В. Оселедцева // Матер. регион. науч. - практич. конф. «Научное обеспечение производства сельскохозяйственной и пищевой продукции высокого качества и повышенной безопасности» / ГНУ ВНИИТТИ. – Краснодар, 2011. – С. 256-258.

11. Резниченко, К.В. Особенности динамики компонентов древесины дуба / К.В. Резниченко, И.В. Оселедцева, Т.И. Гугучкина // Матер. VIII межд. науч. - практич. конф. «Настоящи изследвания и развитие – 2012. Екология. Химия и химически технологии. Селско хозяйство. Ветеринарна наука». – София, Р. Болгария, 2012. – Том 18. – С. 82-84.

12. Резниченко, К.В. Экстрактивные компоненты выдержанных коньячных дистиллятов отечественного и импортного производства / К.В. Резниченко, И.В. Оселедцева, Т.И. Гугучкина // Виноделие и виноградарство: № 3, 2012 – С. 20-23.

13. Резниченко К.В. Разработка технологии производства коньяков и бренди на основе использования биологически активированной дубовой древесины / К.В. Резниченко, И.В. Оселедцева // Сб. докл. IV межд. науч. - практич. конф. «Научно-техническое творчество молодежи – путь к обществу, основанному на знаниях» / М: МГСУ, 2012. – С. 342-343.

14. Резниченко К.В. Биологическая активация дубовой древесины в коньячном производстве / К.В. Резниченко, И.В. Оселедцева, Т.И. Гугучкина // Виноделие и виноградарство: № 5, 2012 – С. 30-33.

15. Патент РФ на изобретение № 2433167. Способ обработки дубовой клепки, используемой при созревании коньячных и им подобных спиртов / Н.М. Агеева, Т.И. Гугучкина, И.В. Оселедцева, К.В. Кокорина (Резниченко) – Бюл. № 31, опубл. 10.11.2011.