



003469322

24

На правах рукописи

Джанаева

Джанаева Ольга Владимировна

**СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ ТЕХНОЛОГИИ КОНЬЯКОВ
НА ОСНОВЕ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ДРЕВЕСИНЫ ДУБА**

Специальность 05.18.07 – Биотехнология пищевых продуктов
(алкогольная и безалкогольная промышленность)

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Москва – 2009

14 МАЯ 2009

Работа выполнена в ГУ «Всероссийский научно-исследовательский институт пивоваренной, безалкогольной и винодельческой промышленности» (ГУ ВНИИ ПБ и ВП) РАСХН.

Научный руководитель: академик РАСХН,
доктор технических наук,
профессор
Оганесянц Лев Арсенович

Официальные оппоненты: доктор технических наук,
профессор
Щербаков Сергей Сергеевич
кандидат технических наук,
доцент
Белоусова Ирина Дмитриевна

Ведущая организация: Московский государственный
университет технологий и
управления

Защита диссертации состоится «27» мая 2009 г. в 10 часов 30 минут на заседании Совета по защите докторских и кандидатских диссертаций ДМ 006.025.01 при ГУ «ВНИИ пивоваренной, безалкогольной и винодельческой промышленности» по адресу: 119021, Москва, ул. Россолимо, д. 7, ауд. 501.

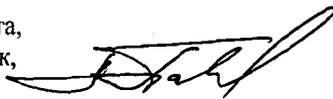
Автореферат размещен на сайте: www.vniinapitkov.ru.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ГУ «ВНИИ пивоваренной, безалкогольной и винодельческой промышленности».

Отзыв на автореферат в двух экземплярах, заверенный печатью учреждения, просим направлять по указанному адресу.

Автореферат разослан «24» апреля 2009 г.

Ученый секретарь
Диссертационного совета,
доктор технических наук,
профессор



А.Л. Панасюк

I ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

1.1 Актуальность темы. В последнее время в связи с заметным увеличением спроса на коньяки актуальными становятся вопросы, связанные с повышением их качества, конкурентоспособности и расширением ассортимента.

Со второй половины прошлого века по настоящее время большая часть научных работ в области улучшения качественных характеристик коньяков была посвящена ускоренному созреванию коньячных спиртов. Большинство из предложенных способов являлись технически сложными и не всегда обеспечивали стабильно высокое качество готовой продукции.

При этом недостаточно изученной остается проблема повышения качества готовых купажей коньяков. Одним из современных приемов, позволяющих решить данную проблему, является использование в производстве коньяков древесины дуба в виде специально подготовленной щепы. В отличие от разработанных ранее методов и приемов в данном случае не требуется наличия сложной и дорогостоящей техники, а процесс обогащения компонентами древесины дуба поддается регулированию и контролю. Кроме того, использование при выдержке коньяков щепы, произведенной из отходов высококачественной дубовой древесины, 70-80 % которых образуется при производстве бочек по классической технологии, представляет собой один из рациональных путей использования растительного сырья и снижения себестоимости готовой продукции.

1.2 Цель и задачи исследований. Целью настоящей работы являлось совершенствование технологии трех-, четырех- и пятилетних коньяков на основе использования специально подготовленной щепы из отечественной древесины дуба.

Поставленная цель достигалась решением следующих задач:

– исследование анатомического строения и химического состава древесины дуба, произрастающего на юге России – в Республике Адыгея (Майкопский район), и установление ее пригодности для повышения качества коньяков;

– изучение влияния режимов водной и термической обработок дубовой щепы на изменение ее химического состава и определение основных параметров данных обработок;

– исследование влияния условий выдержки коньяков в контакте со специально обработанной дубовой щепой на их физико-химический состав и органолептические показатели и установление

основных технологических режимов: продолжительности выдержки и отдыха, дозировки дубовой щепы, количества вносимого кислорода.

– разработка аппаратурно-технологической схемы производства коньяков с использованием специально обработанной дубовой щепы.

1.3 Научная новизна. На основании изучения анатомической структуры и физико-химического состава древесины дуба из Республики Адыгея, показана ее пригодность для использования в коньячном производстве.

Установлена взаимосвязь между режимами предварительной подготовки дубовой щепы, включающей водную и термическую обработки, на содержание в ней фенольных и фурановых соединений.

Выявлены общие закономерности изменения химического состава и органолептических показателей коньяков в процессе их выдержки в контакте со специально подготовленной дубовой щепой и определены режимы их выдержки.

1.4 Практическая значимость. Разработана современная технология трех-, четырех- и пятилетних коньяков с использованием специально обработанной дубовой щепы, обеспечивающая повышение их качества и конкурентоспособности, а также позволяющая рационально использовать отходы древесины дуба, образующиеся в бондарном производстве.

Разработаны и утверждены технологические инструкции на производство: коньяка российского трехлетнего «Дар Кубани» (ТИ 10-37058-04), коньяка российского четырехлетнего «Старый знакомый» (ТИ 9174-2004-00334600-09) и коньяка российского пятилетнего «Старый знакомый» (ТИ 9174-2005-00334600-09), технология которых предусматривает выдержку коньяков в контакте с дубовой щепой.

Расчетно-экономический эффект от внедрения новой технологии составляет 55 тыс. 600 руб. на 1000 дал четырехлетнего коньяка.

1.5 Апробация работы. Результаты работы докладывались и обсуждались на Международных научно-практических конференциях: «Пищевая промышленность на рубеже 3-го тысячелетия» (г. Москва, 2000), «Современные технологии пищевых продуктов нового поколения и их реализация на предприятиях АПК» (г. Углич, 2000), «Идентификация качества и безопасность алкогольной продукции» (г. Пушкино, 2001), «Качество и безопасность сельскохозяйственного сырья и пищевых продуктов» (г. Углич, 2004), «Научно-практические аспекты экологизации продуктов питания» (г. Углич, 2008), на VI Международном профессиональном конкурсе вин «Лучшее шампанское, ви-

но и коньяк года» (г. Москва, 2002), на IV Международном симпозиуме «Строение, свойства и качество древесины» (г. Санкт-Петербург, 2004), на ежегодных заседаниях Ученого Совета ГУ ВНИИ ПБ и ВП.

1.6 Публикации. По материалам диссертации опубликовано 17 печатных работ, получено 3 патента РФ на изобретения и 1 решение о выдаче патента РФ на изобретение.

1.7 Структура и объем диссертации. Диссертация включает в себя введение, аналитический обзор научно-технической литературы по исследуемой проблеме, методическую и экспериментальную части, выводы, список использованной литературы и приложение. Материалы диссертации изложены на 168 страницах машинописного текста и содержат 32 рисунка и 17 таблиц. Список использованной литературы включает 202 источника, в том числе 72 зарубежных.

2 СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ

ФС – фенольные соединения;
ГМФ – 5-гидроксиметилфурфурол.

3 ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ

В обзоре литературы рассмотрены особенности анатомического строения и химического состава древесины дуба. Подробно представлены основные закономерности экстракции компонентов древесины дуба, а также механизмы преобразования лигнина, гемицеллюлоз, танинов и других соединений в процессе выдержки крепких спиртных напитков.

Проведен анализ существующих способов предварительной обработки дубовой древесины, используемой для производства винодельческой продукции. Особое внимание уделено влиянию термообработки на химический состав древесины дуба.

В результате выделены и теоретически обоснованы преимущества использования дубовой щепы для повышения качества крепких спиртных напитков.

4 ОБЪЕКТЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

В качестве объектов исследования в работе использовали купажи российских пятилетних коньяков, модельные водно-спиртовые растворы с объемной долей этилового спирта 40 %, дубовую щепу из древесины дуба (*Q. robur L.*), возрастом не менее 80 лет, произрастающего на юге России (Республика Адыгея, Майкопский район), в виде пластинок длиной 1,5-2,0 см, шириной 1,0-1,5 см и толщиной 0,1-0,5 см.

Основные физико-химические показатели коньяков, химический состав модельных водно-спиртовых растворов определяли методами, общепринятыми в энохимии, согласно действующим ГОСТ и рекомендациям МОВВ.

Изучение анатомического строения древесины дуба осуществляли совместно со специалистами Московского государственного университета леса – проф. В.В. Коровиным и аспирантом П.А. Аксеновым по стандартным методикам, применяемым в гистохимии и ботанической микротехнике (Р.П. Барыкина, 2004).

Подготовку древесины дуба для определения ее химического состава проводили по методике, разработанной специалистами ГУ ВНИИ ПБ и ВП совместно с сотрудниками факультета виноделия Университета г. Бордо (Франция) (Н.Г. Саривили, Л.А. Оганесянц, Б. Кордые, П. Шатоннэ, 1993).

Термическую обработку дубовой щепы осуществляли в круглом сушильном шкафу «2В-151» (Россия).

Фенольные и фурановые соединения в исследуемых образцах определяли методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с использованием хроматографической системы Стайер (Россия).

Общее содержание фенольных соединений определяли спектрофотометрически с реактивом Фолина-Чокальтеу.

Количество растворенного кислорода измеряли с помощью оксиметра «Оxi-325» фирмы «WTW» (Германия).

Измерение оптической плотности проводили на фотоэлектроколориметре «КФК-2» (Россия).

Органолептический анализ купажей коньяков проводили по 100-бальной системе оценок.

Результаты аналитических исследований обрабатывали методами дисперсионного и регрессионного анализов.

5 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

5.1 Исследование анатомического строения и химического состава древесины дуба

Для оценки качества и пригодности древесины дуба (*Q. robur L.*), произрастающего на юге России в Республике Адыгея, при производстве коньяков использовали метод ее сравнения с образцами, традиционно используемыми в винодельческой практике: ядровой древесиной дуба черешчатого (*Q. robur L.*) и скального (*Q. petraea L. ex Liebl.*) из трех регионов Франции (Центрального, Лимузена и Вогез), а также

древесиной белого дуба (*Q. alba* L.) из Северной Америки. Образцы древесины дуба были отобраны из модельных деревьев с наиболее типичными для данного насаждения таксационными показателями.

В качестве критериев были приняты следующие анатомические показатели: величина годичного прироста диаметра ствола; содержание поздней древесины; средний диаметр, характер расположения и степень загиловывания сосудов ранней древесины; расположение и количество сосудов поздней древесины; строение однорядных и широких лучей и их число на единицу площади тангенциального среза; содержание осевой паренхимы и ее расположение в годичном приросте; наличие микрофлоры, места ее скопления и распространения в древесине.

В результате проведенных макро- и микроскопических исследований древесины дуба из Республики Адыгея было установлено, что данный образец характеризуется узкими годичными приростами, средняя величина которых варьируется в диапазоне 1,3-2,0 мм. Доля поздней древесины колеблется от 60 до 75 %.

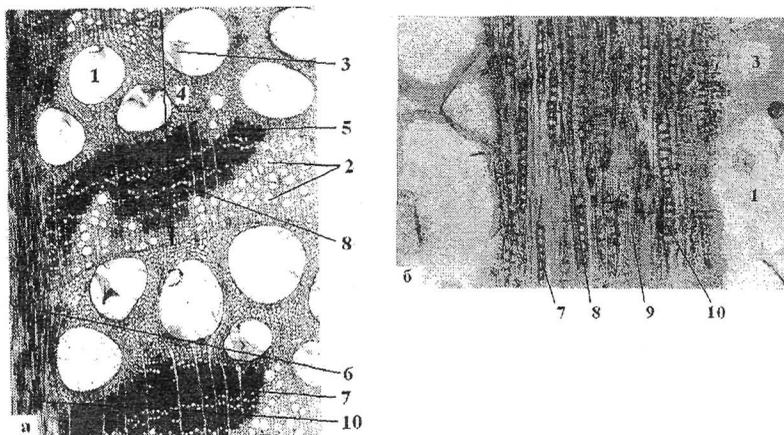


Рисунок 1 – Древесина дуба из Республики Адыгея: а – поперечный срез (увеличение 70×); б – тангентальный срез ранней зоны древесины дуба (увеличение 420×); 1 – сосуды ранней зоны древесины; 2 – сосуды поздней зоны древесины; 3 – тиллы; 4 – годичный прирост; 5 – волокна либриформа; 6 – широкий луч; 7 – однорядный луч; 8 – метатрахеальная паренхима; 9 – трахеиды; 10 – скопления мицелия гриба.

При этом достаточно большой объем годичного прироста занимает ранняя древесина, состоящая в основном из проводящих элементов – крупных сосудов и сосудистых трахеид. Сосуды ранней древесины крупные (210-250 мкм в диаметре), располагаются в 1-2 ряда, примыкающих к границе годичного прироста, имеют высокую степень затиллованности. Поздние сосуды собраны в небольшие, неправильной формы скопления (рисунок 1а). Тиллы в сосудах поздней древесины отсутствуют. Содержание осевой паренхимы находится в средних пределах. Наблюдается типичная структура сердцевинных лучей, с большой частотой встречаемости узких (40 мм^2) и широких ($3,0-4,0 \text{ см}^2$) лучей на тангентальном срезе. В клетках сердцевинных лучей, осевой паренхимы, волокон либриформа обнаружены скопления гиф и конидий грибов (темные вкрапления на рисунке 1а, 1б).

По своему анатомическому строению древесина дуба из Республики Адыгея близка к образцам французской древесины из Центрального региона и Вогез, также характеризующимися узкими радиальными приростами и используемой для выдержки красных и белых вин. Для данной группы характерны более высокая пористость, меньшая плотность, по сравнению с лемузенским дубом, вследствие чего древесина дуба более проницаема для жидкостей и газов и она легко поддается обработке. При производстве дубовой щепы необходимо добиваться того, чтобы наибольшую площадь имела радиальная поверхность щепы. Это в значительной степени облегчит процесс экстракции компонентов древесины дуба в раствор, так как наибольшее количество пор содержится на радиальных стенках трахеальных анатомических элементов.

В качестве физико-химических критериев оценки качества древесины дуба были выделены следующие показатели: значение оптической плотности экстрактов при длине волны 440 нм, содержание в древесине продуктов деградации лигнина (ароматических альдегидов и кислот), фурановых производных, а также гидролизуемых и катехиновых танинов, определяемых в сумме с остальными фенольными соединениями.

Для каждого экотопа готовили объединенную пробу экстракта из трех образцов древесины дуба в одинаковых массовых пропорциях.

Установлено, что древесина российского дуба по количеству экстрагируемых фенольных соединений ($44,7 \text{ мг/г}$) занимает промежуточное положение между французским дубом из Центрального ре-

гиона и американскими образцами. Ее экстракты достаточно темные ($D_{440}=0,200$) и по этому показателю приближалась к французской древесине из Центрального региона и Вогез (рис. 2а). При этом невысокую концентрацию ФС в объединенной пробе экстракта дуба из Республики Адыгея можно рассматривать как положительный признак, так как их избыточное количество при последующей выдержке может придать купажам коньяков грубость и горькие тона во вкусе.

По сравнению с образцами французского и американского дуба для отечественной древесины характерна невысокая концентрация ароматических и фурановых альдегидов и ароматических кислот (рис. 2б). Повысить содержание ароматобразующих компонентов в отечественной древесине дуба и тем самым подготовить ее для краткосрочной обработки купажей коньяков можно с помощью дополнительной обработки, включающей вымачивание и термическое воздействие.

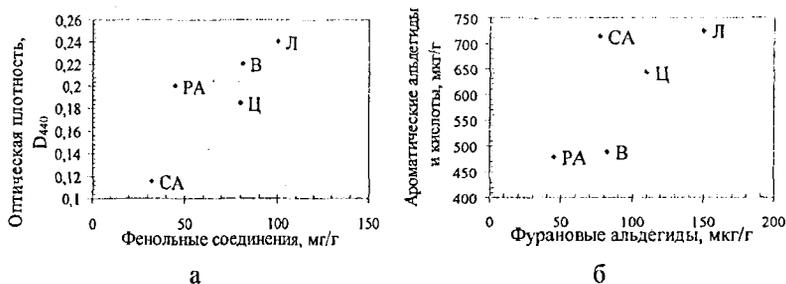


Рисунок 2 – а – Содержание фенольных соединений и значение оптической плотности древесины дуба, б – Содержание фурановых альдегидов и ароматических соединений в древесине дуба (РА – Республика Адыгея, СА – Северная Америка, В – Вогезы, Ц – Центральный регион, Л – Лемузен)

Таким образом, по анатомическому строению и физико-химическому составу российская древесина дуба пригодна для использования в коньячном производстве.

5.2 Изучение влияния водной обработки на химический состав дубовой щепы

Основной целью водной обработки древесины является снижение содержания части фенольных соединений (ФС), в основном танинов, которые могут придавать коньякам неприятную терпкость, горечь и грубость.

Обработку дубовой щепы умягченной водой осуществляли в диапазоне температур 10-60 °С при гидромодуле (ГМ) 1:20 и 1:25 в течение 1-48 ч. Кратность вымачивания составляла 1 и 2. В случае двукратного вымачивания через 24 ч производили смену экстракционного раствора.

Наиболее интенсивное извлечение ФС для всех опытных образцов в диапазоне температур 10-60 °С наблюдалось в течение первых 8-12 ч. В дальнейшем скорость экстракции замедлялась и концентрация полифенолов в промывных водах, образующихся при вымачивании, достигала равновесного значения (рис. 3а).

В результате ранжирования изучаемых параметров по степени их влияния на процесс водной обработки дубовой щепы с применением дисперсионного анализа, установлено, что наиболее заметное влияние на интенсивность процесса извлечения ФС из дубовой щепы оказывала температура и продолжительность вымачивания, в меньшей степени – гидромодуль.

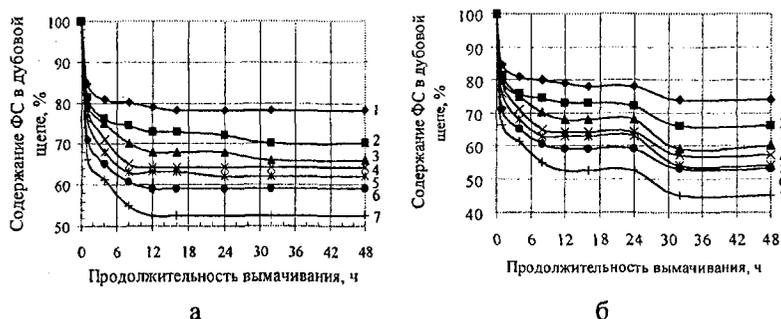


Рисунок 3 – Изменение содержания фенольных соединений в дубовой щепе в процессе водной обработки, ГМ 1:20, а – однократное вымачивание, б – двукратное вымачивание (1. $t=10\text{ }^{\circ}\text{C}$, 2. $t=20\text{ }^{\circ}\text{C}$, 3. $t=30\text{ }^{\circ}\text{C}$, 4. $t=40\text{ }^{\circ}\text{C}$, 5. $t=50\text{ }^{\circ}\text{C}$, 6. $t=60\text{ }^{\circ}\text{C}$, 7. ГМ 1:25, $t=60\text{ }^{\circ}\text{C}$)

Повышение температуры воды на 10 °С способствовало удалению до 10 % ФС от их исходного содержания в древесине, а при уменьшении значения гидромодуля от 1:20 до 1:25 количество извлеченных ФС повышалось до 6,5 %.

При однократном вымачивании при достижении состояния насыщения из щепы удалялось в среднем от 22 до 47 % ФС, при дву-

кратной обработке – до 55 % ФС от их общего количества в древесине дуба (рис. 3б). Учитывая, что основная масса полифенолов удалялась при однократном вымачивании дубовой щепы, в дальнейших опытах использовали только однократную обработку.

Математическое описание процесса водной обработки по трехуровневому плану трехфакторного эксперимента (ПФЭ 3³) позволило установить зависимость между концентрацией ФС (у) в промывных водах и факторами, оказывающими непосредственное влияние на процесс экстракции ФС из дубовой щепы – температурой, °С (x₁), продолжительностью вымачивания, ч (x₂) и количеством воды, приходящемся на 1 г дубовой щепы, см³ (x₃):

$$y = 0,624 + 0,102x_1 + 0,347x_2 - 0,092x_3 + 0,087x_1x_2 - 0,0078x_2x_3 - 0,017x_1x_3 - 0,050x_1^2 - 0,265x_2^2 + 0,035x_3^2$$

По количеству извлеченных ФС дубовая щепа была разделена на две группы: тип А и тип Б.

Для получения щепы типа А вымачивание проводили однократно в диапазоне температур 10-30 °С в течение 8-12 ч и при гидромодуле 1:20-1:25. В этом случае из щепы удалялось 20-35 % ФС, что максимально приближалось к параметрам естественной выдержки дубовой клепки в течение 2-3 лет.

Для получения щепы типа Б вымачивание осуществляли в диапазоне температур 40-60 °С в течение 8-12 ч и при гидромодуле 1:20-1:25. Из древесины извлекалось 36-47 % ФС. Использование такой дубовой щепы при выдержке коньяков способствовало получению крепких напитков более высокого качества без излишней терпкости, горечи и экстрактивности.

Сушку промытой дубовой щепы осуществляли до воздушно-сухого состояния, характеризующегося влажностью в пределах 17-20 % при t = 20-25 °С в течение 4-5 суток.

5.3 Изучение влияния интенсивности обжига на химический состав дубовой щепы, предварительно обработанной водой

Термообработку дубовой щепы типа А и Б проводили в диапазоне температур 200-230 °С в течение 15-40 минут. При слабом обжиге щепа приобретала золотистый оттенок, что соответствовало следующим режимам: t=200-210 °С в течение 30-40 мин. Средний обжиг при t=210-220 °С и продолжительности 20-30 мин способствовал получению щепы интенсивного темно-золотистого цвета. И, наконец, при сильном обжиге (t=220-230 °С, в течение 15-30 мин) щепа приобретала темно-коричневый цвет.

В результате прохождения в древесине дуба процессов термодеструкции лигнина и гемицеллюлоз содержание ароматобразующих компонентов в древесине дуба с увеличением интенсивности термической обработки заметно возрастало (рис. 4а, б). В модельных растворах, приготовленных с использованием дубовой щепы сильного уровня обжига, концентрация ванилина была выше в 33 раза, сиреневого и кониферилового альдегидов – в 57 и 38 раз соответственно, ванилиновой и сиреневой кислот – в 18 и 23 раз соответственно по сравнению с контролем. Содержание синапового альдегида увеличилось от следов до 2,9 мг/дм³.

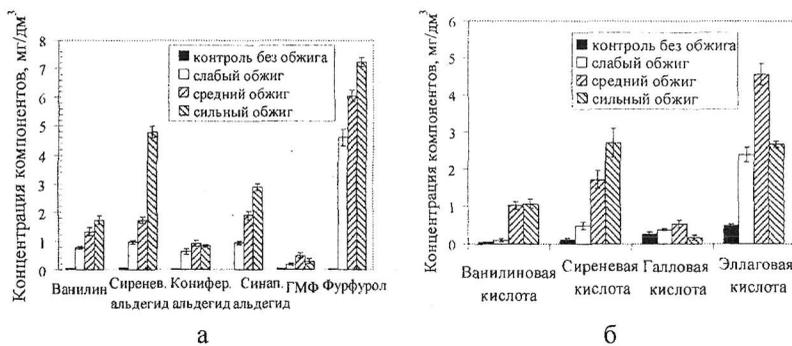


Рисунок 4 – а – Влияние интенсивности термообработки на содержание ароматических и фурановых альдегидов в дубовой щепе типа А, б – Влияние интенсивности термообработки на содержание фенольных кислот в дубовой щепе типа А

С возрастанием температуры и продолжительности обжига количество ГМФ сначала увеличивалось, а затем снижалось, что, по всей видимости, обусловлено процессами распада, окисления, а также испарения. Наибольшая его концентрация, соответствующая 0,5 мг/дм³, наблюдалась в образцах, приготовленных с использованием щепы среднего уровня обжига. Максимальное содержание фурфурола, равное 7,2 мг/дм³, накапливалось при более высоких температурах, т.е. при сильном уровне обжига, и по сравнению с контролем увеличивалась более чем в 200 раз.

При обжиге дубовой щепы протекали процессы деструкции галло- и эллаготаннинов, в результате чего концентрации галловой и эллаговой кислот в древесине дуба возрастали. При сильном обжиге их количество снижалось из-за протекающих окислительных процессов.

Благодаря небольшим размерам дубовой щепы термоллиз лигнина, гемицеллюлоз и других компонентов происходит во всем объеме древесины, способствуя ее превращению в активную зону экстракции ароматобразующих веществ.

С целью изучения влияния водной обработки на изменение химического состава древесины дуба при последующем обжиге были исследованы модельные растворы, приготовленные с использованием дубовой щепы сильного уровня обжига типа А и Б. В качестве контроля использовали модельный раствор, выдержанный со щепой без вымачивания.

Выявлено, что при использовании щепы, предварительно обработанной водой в диапазоне температур 10-30 °С (тип А), содержание в модельном растворе фурфурола, ванилиновой и сиреневой кислот, а также синапового альдегида было выше по сравнению с контролем в 1,2, 5,1, 3,7 и 1,1 раз соответственно. А при обработке горячей водой ($t = 40-60\text{ }^{\circ}\text{C}$) (тип Б) эти величины были существенно выше и составляли 2,1, 9,2, 5,8, и 1,3 раз соответственно (рис. 5).

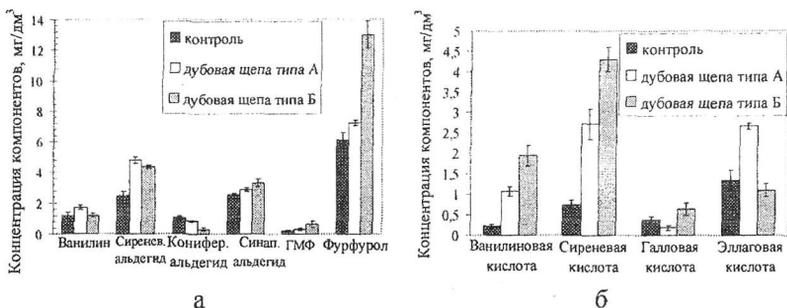


Рисунок 5 – а – Влияние предварительной водной обработки дубовой щепы на содержание в ней ароматических и фурановых альдегидов, б – влияние предварительной водной обработки дубовой щепы на содержание в ней фенольных кислот

При этом максимумы накопления в модельном растворе ванилина и сиреневого альдегида наблюдались при использовании щепы типа А, кониферилового альдегида – в случае щепы типа А и в контрольном образце. Более низкое содержание данных веществ при использовании щепы типа Б обусловлено, по всей видимости, их

активным участием в различных окислительных реакциях, а также испарением (рис. 5а).

По степени влияния на результат последующего обжига предварительная водная обработка максимально приближена к естественной выдержке дубовых клепок. Так, классически выдержанная и искусственно высушенная древесина дуба также обладают различной термической устойчивостью, зависящей от присутствия в ней гидролизуемых танинов (Brigida Fernandez de Simon, 1999).

Органолептический анализ модельных растворов показал, что использование предварительно вымоченной термообработанной дубовой щепы заметно улучшало их качество.

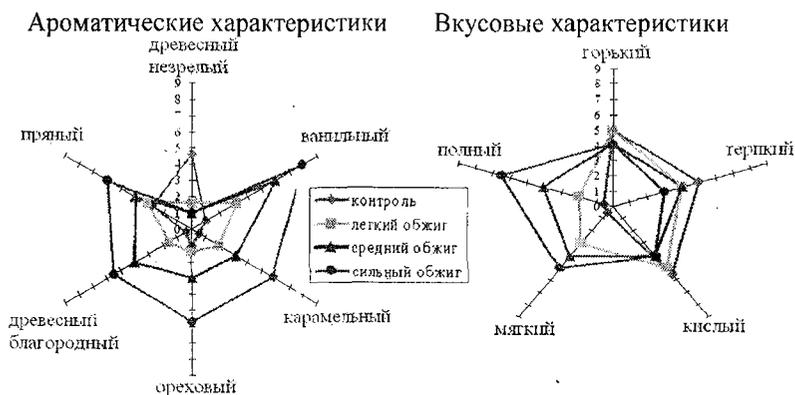


Рисунок 6 – Влияние термообработки на интенсивность органолептических характеристик модельных растворов, выдержанных с дубовой щепой типа Б

Лучшую органолептическую характеристику получил модельный раствор, выдержанный с дубовой щепой сильной степени обжига, предварительно обработанной горячей водой (тип Б), что соответствует удалению из древесины до 47 % ФС. Он отличался от других образцов более сложным ароматом с ванильно-цветочными, карамельно-ореховыми, пряными оттенками. Во вкусе был без излишней терпкости и горечи (рис. 6).

Таким образом, в результате проведенных исследований выявлено, что максимальное содержание ароматобразующих компо-

нентов, формирующих типичные органолептические характеристики коньяков, накапливается в щепе, подвергнутой сильному уровню обжига. При этом предварительная водная обработка дубовой щепы в значительной степени интенсифицирует процессы термолита компонентов древесины дуба.

Установлены основные режимы предварительной обработки дубовой щепы: обработка водой при температуре 40-60 °С в течение 8-12 ч при гидромодуле 1:20-1:25 и сильный обжиг в диапазоне температур 220-230 °С продолжительностью 15-30 мин. Изменяя режимы предварительной обработки, включающей вымачивание и обжиг, можно получать дубовую щепу заданного химического состава для выдержки различных типов алкогольной продукции.

5.4 Изучение динамики экстракции компонентов древесины дуба в модельные растворы

Для изучения динамики экстракции компонентов древесины дуба в коньяки щепу сильной степени обжига помещали в модельный водно-спиртовой раствор с объемной долей этилового спирта 40 % из расчета 2 г на 1 дм³ и выдерживали 42 суток в темноте.

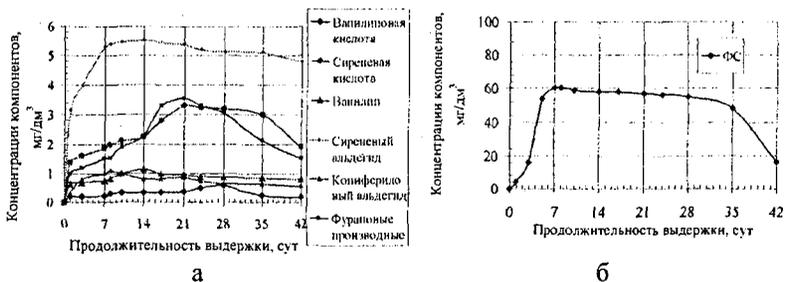


Рисунок 7 – а – Динамика экстракции ароматобразующих соединений древесины дуба в модельный раствор, б – Динамика экстракции фенольных соединений древесины дуба в модельный раствор

Как показали проведенные исследования, качественный состав компонентов древесины дуба на протяжении всей выдержки был постоянен, в то же время, их количество существенно изменялось. Интенсивное извлечение отдельных компонентов древесины дуба наблюдалось в первые 7-14 суток (рис. 7а, б). Максимальное содержание

ванилина в модельном растворе наблюдалось через 14 суток выдержки и составило $1,3 \text{ мг/дм}^3$, а сиреневого и кониферилового альдегидов – через 8 суток и составило $5,4$ и $1,1 \text{ мг/дм}^3$ соответственно.

В дальнейшем, в результате окисления до соответствующих кислот, концентрация ароматических альдегидов снижалась. Подтверждением тому может служить постепенное увеличение концентрации ванилиновой и сиреневой кислот, продолжавшееся в течение 21 суток выдержки модельного раствора в контакте с дубовой щепой.

Похожую динамику экстракции имели и фурановые производные (фурфурол и ГМФ). Наибольшее их содержание – $3,6 \text{ мг/дм}^3$ наблюдалось через 21 суток экстрагирования.

Суммарное количество ФС в модельном растворе было максимальным через 7 суток выдержки и составило 60 мг/дм^3 (рис. 76). Через 5 недель их концентрация снизилась более чем на 70 % и достигла величины $16,4 \text{ мг/дм}^3$. Это могло произойти вследствие окисления танинов, их полимеризации и других процессов.

Таким образом, продолжительность выдержки коньяка в контакте с дубовой щепой, в течение которой происходит наиболее полное обогащение купажа компонентами древесины дуба составила – 7-21 суток.

5.5 Разработка технологии коньяков на основе использования дубовой щепы

Изучали влияние условий выдержки коньяков в контакте с предварительно обработанной дубовой щепой на их химический состав и органолептические показатели.

Дубовую щепу добавляли в купажи пятилетнего коньяка из расчета $1,0-5,0 \text{ г на } 1 \text{ дм}^3$. Купаж выдерживали при комнатной температуре в темноте в течение 14 суток при периодическом перемешивании, а затем декантировали. Дальнейшая продолжительность отдыха составила 4 недели. В качестве контроля использовали коньяк без добавления дубовой щепы.

В процессе выдержки коньяка в контакте с дубовой щепой общее содержание ФС увеличивалось в $1,1-1,8$ раз в зависимости от вносимого количества щепы. При дозировке щепы 1 г/дм^3 концентрация ФС на 42 суток достигала значения 142 мг/дм^3 . Данный образец по своим органолептическим показателям практически не отличался от контроля с концентрацией ФС 133 мг/дм^3 . Коньяки, выдержанные в контакте с дубовой щепой из расчета $3, 4$ и 5 мг/дм^3 со-

держали ФС 183, 213 и 236 мг/дм³ соответственно. В букете данных образцов доминировали тона древесины дуба, во вкусе чувствовались избыточная терпкость и горчинка.

В данном случае оптимальное количество дубовой щепы составляет 2 г/дм³, что соответствует концентрации ФС в коньяке 166 мг/дм³. При изменении продолжительности выдержки и отдыха в зависимости от исходных качественных показателей коньяков, оптимальное количество дубовой щепы может изменяться в диапазоне 2-5 г/дм³.

Для определения кислородных режимов в процессе выдержки и отдыха осуществляли однократное, двукратное, а также трехкратное дозирование газообразного кислорода до концентрации 5,0-6,0 мг/дм³ на 7, 10 и 21 сутки.

Потребление кислорода опытными образцами составило 0,055-0,1 мг в сутки. После окончания дозирования содержание кислорода во всех опытных образцах снизилось до 4,4-4,7 мг/дм³, при этом в контрольном купаже оно колебалось от 3,5 до 3,7 мг/дм³.

В процессе выдержки и отдыха коньяков контролировали изменение содержания ФС, характеризующее полноту прохождения процессов созревания (рис. 8).

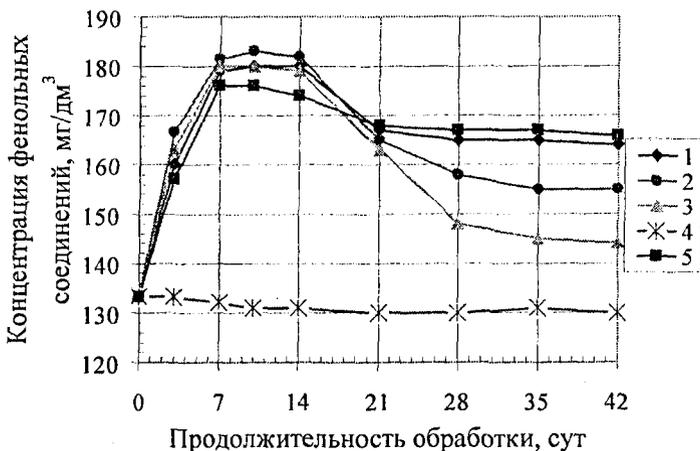


Рисунок 8 – Изменение концентрации ФС в коньяках в процессе обработки дубовой щепой (дозирование кислорода: 1. однократное, 2. двукратное, 3. трехкратное, 4. контроль без щепы, 5. контроль со щепой)

На начальной стадии выдержки, которая длилась 7 суток, происходила активная экстракция ФС. Их содержание увеличилось на 32-37 % по сравнению с первоначальным значением. На этом этапе во вкусе опытных образцов превалировали тона, обусловленные не ассимилированными компонентами древесины дуба, чувствовались терпкость и горчинка.

В дальнейшем, процесс экстракции замедлялся, извлеченные соединения начинали активно участвовать в окислительно-восстановительных превращениях. В результате этого их концентрация в растворе после 2 недель отдыха снизилась (в среднем): для образцов с однократным дозированием кислорода на 8,3 %, для образцов с двукратным дозированием кислорода на 13,7 %, для образцов с трехкратным дозированием кислорода на 17,8 %, для контроля со щепой на 5,2 % (рис. 8).

Наиболее высокую органолептическую оценку получил купаж с двукратным дозированием кислорода до концентрации 5,0-6,0 мг/дм³, что соответствует умеренной интенсификации окислительных процессов. При усиленной активизации последних происходят трансформация и улетучивание полезных компонентов коньяка, положительно влияющих на аромат и вкус выдержанных напитков.

В процессе выдержки коньяка в контакте со щепой происходит заметное увеличение содержания ароматобразующих соединений древесины дуба по сравнению с контролем (таблица 1). Так, концентрация продуктов распада лигнина: ванилина, сиреневого альдегида, ванилиновой и сиреневой кислот была выше на 80, 287, 108, 173 % соответственно по сравнению с контролем.

При этом ароматические альдегиды количественно превосходили соответствующие кислоты, что является одним из признаков качественных коньяков. Кониферилловый и синаповый альдегиды, присутствовавшие в контроле в незначительных количествах (0,2 мг/дм³), в опытных образцах достигали концентрации 1,0 и 3,4 мг/дм³ соответственно.

В случае использования дубовой щепы, также как и при классической выдержке коньяков в дубовых бочках, происходило еще большее накопление сирингильных производных. В результате в опытном образце отношение сирингильных/гваяцильных производных было выше на 95 %, чем в контроле.

Таблица 1 – Изменение содержания фенольных и фурановых соединений в коньяке при выдержке в контакте с дубовой щепой

Наименование компонентов	Концентрация компонентов		
	Контроль, мг/дм ³ (M±m _M)	Опыт, мг/дм ³ (M±m _M)	% к контролю
5-гидроксиметилфурфурол	117,2±0,13	118,4±0,2	↑ 1,0±0,24
Фурфурол	1,3±0,09	1,4±0,06	↑ 9,9±0,11
Ванилиновая кислота	0,13±0,02	0,27±0,05	↑ 107,7±0,05
Сиреневая кислота	0,88±0,05	2,40±0,40	↑ 172,7±0,40
Ванилин	0,80±0,02	1,44±0,08	↑ 80,0±0,08
Сиреневый альдегид	0,92±0,05	3,56±0,80	↑ 287,0±0,82
Кониферилловый альдегид	Не обнаружено	1,0±0,10	–
Синаповый альдегид	Не обнаружено	3,4±0,20	–
Галловая кислота	24,0±0,10	25,4±0,23	↑ 6,0±0,25
Эллаговая кислота	4,52±0,22	6,60±0,34	↑ 46,0±0,40
Общие фенольные соединения	133,3±1,56	155,3±7,51	↑ 16,5±7,67
Отношение сирингильных/гваяцильных производные	1,77	3,45	↑ 94,9
Отношение ванилин/ванилиновая кислота	6,15	5,33	↓ 13,3
Отношение сиреневый альдегид/сиреневая кислота	1,04	1,48	↑ 42,3

Из-за добавления в коньяки карамельного колера содержание ГМФ в опытных образцах и в контроле было практически одинаковым и значительно превышало концентрацию фурфурола.

Концентрация полифенольных соединений в образце с добавлением дубовой щепы была выше, чем в контроле. Соответственно в результате процессов гидролиза увеличивалась и концентрация галловой и эллаговой кислот.

Органолептический анализ, проведенный по 100-бальной системе оценок показал, что опытные купажи по качественным характеристикам на 5-7 баллов превосходили контрольные образцы.

Они характеризовались более сложным, насыщенным букетом, с выраженными цветочно-ванильными оттенками и тонами благородного дуба. Во вкусе были мягкими и гармоничными (рис. 9).

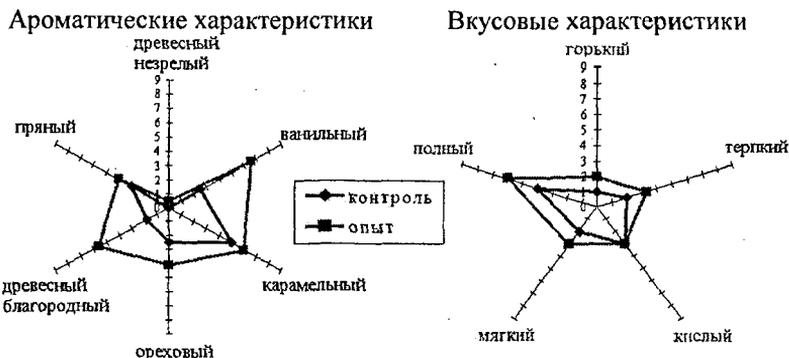


Рисунок 9 – Влияние выдержки коньяка в контакте с дубовой щепой на его органолептические характеристики

Таким образом, установлено, что при выдержке коньяков в контакте с предварительно обработанной дубовой щепой происходят определенные изменения ароматобразующих соединений коньяка, что приводит к заметному улучшению качества крепких напитков. Определены основные режимы обработки коньяков дубовой щепой: дозировка щепы 2-5 г/дм³, продолжительность выдержки в контакте с древесиной дуба – 7-21 суток при периодическом перемешивании, дальнейшая длительность выдержки без щепы – 14-30 суток. Определен кислородный режим выдержки: двукратное дозирование газообразного кислорода в купажи коньяков с интервалом 2-3 суток до концентрации 5,0-6,0 мг/дм³.

Важно отметить, что созревание коньяков в присутствии дубовой щепы ни в коем случае не заменяет традиционную выдержку коньячных спиртов и готовых купажей коньяков в контакте с древесиной дуба. В данном случае становится возможным лишь заметно повысить органолептические характеристики коньяков.

В результате проведенных исследований была разработана аппаратно-технологическая схема производства трех-, четырех- и пятилетних коньяков с использованием дубовой щепы (рис. 10).

Щепу загружают в терморезервуар со шнеком (2), в котором ее ополаскивают умягченной холодной водой для удаления пыли, механических примесей, после чего подвергают однократному вымачиванию при температуре 40-60 °С в течение 8-12 ч и при гидромодуле 1:20-1:25.

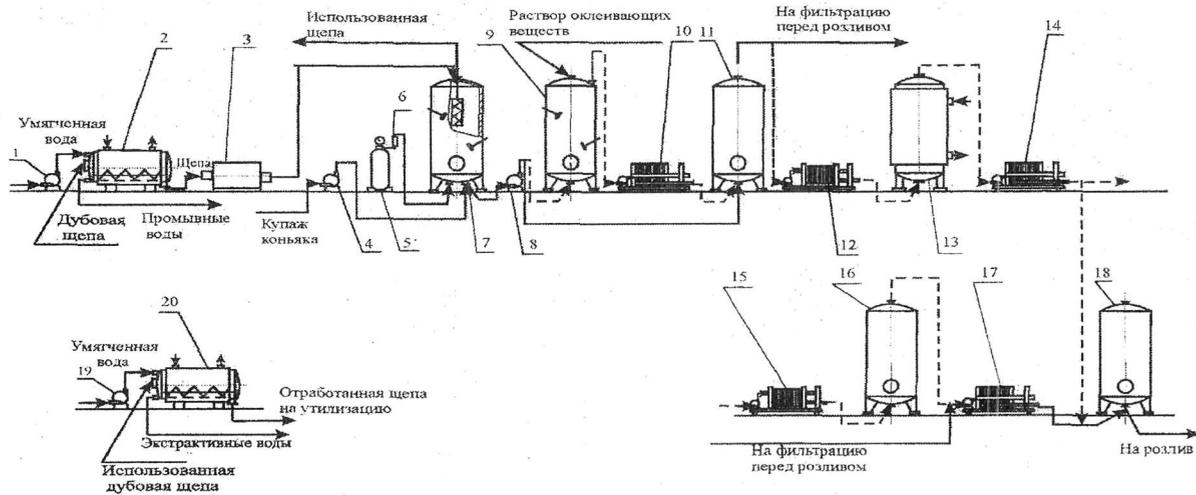


Рисунок 10 – Аппаратурно-технологическая схема производства коньяков на основе использования дубовой щепы

1, 4, 8, 19 – насос центробежный; 2, 20 – терморезервуар для водной обработки дубовой щепы; 3 – туннельная печь для термической обработки дубовой щепы; 5 – кислородный баллон; 6 – коллектор; 7 – резервуар для выдержки купажа коньяка в контакте с дубовой щепой, 9 – резервуар для обработки (оклейки) купажа коньяка; 10, 14, 17 – фильтр-пресс; 11, 16 – резервуар для отдыха купажа коньяка; 12, 15 – теплообменник; 13 – резервуар для обработки купажа коньяка холодом; 18 – резервуар-сборник для готовой продукции.

Далее щепу при помощи шнека выгружают из терморезервуара (2) и сушат в туннельной печи (3) при температуре 40-50 °С до относительной влажности не более 20 %. Дубовую щепу подвергают сильной степени обжига в туннельной печи (3) в диапазоне температур 220-230 °С в течение 15-30 мин. Купаж коньяка насосом (4) подают в резервуар (7), в который загружают термообработанную дубовую щепу из расчета 20-50 г/дал.

При загрузке дубовой щепы используют сетку из нержавеющей стали, нейлона, а также других инертных материалов, разрешенных органами Роспотребнадзора для контакта с данным видом продукта.

Купаж коньяка выдерживают в контакте с дубовой щепой в резервуаре (7) в течение 7-21 суток при ежедневном перемешивании. В процессе выдержки купажа коньяка производят двукратное дозирование газообразного кислорода с интервалом 2-3 суток до концентрации 5,0-6,0 мг/дм³. Дозирование кислорода осуществляют из газового баллона (5) через коллектор (6) с помощью дозатора в нижнюю часть резервуара. Далее производят перекачивание купажа в резервуар (11) с целью дальнейшей выдержки без щепы, продолжительность которой составляет 14-30 суток.

Последующие обработки купажа назначаются на основании результатов исследования розливостойкости осветленных образцов коньяков.

При необходимости купаж коньяка подвергают обработке окисляющими веществами в резервуаре (9) и фильтрации на фильтр-прессе (10). Обработку холодом осуществляют при температуре от минус 6 до минус 12 °С в резервуаре (13) и выдерживают при этих температурах в течении 5-10 суток. Затем коньяк фильтруют на фильтр-прессе (14) при температуре не выше минус 3 °С. При комбинированной обработке холодом и теплом выходящий из фильтра коньяк нагревают в теплообменнике (15) до температуры 30-35 °С и направляют на отдых в резервуар (16), в котором происходит его естественное охлаждение до температуры окружающей среды, а затем фильтруют на фильтр-прессе (17). Готовый коньяк хранят в резервуаре (18), из которого потом направляют на розлив. Исползованную дубовую щепу обрабатывают умягченной водой в терморезервуаре (20) при температуре 35-40 °С и гидромодуле 1:20-1:25 в течение 1-2 суток. Полученные экстрактивные воды используют при приготовлении купажей коньяков.

Проведены производственные испытания технологии обработки дубовой щепы на совместном украинско-российском предприятии ООО «КОНТ» (г. Киев, Украина).

ВЫВОДЫ

1 Проведены сравнительные исследования анатомической структуры и физико-химического состава древесины дуба, произрастающего в Республике Адыгея (Майкопский район) и образцов древесины дуба, традиционно используемых в винодельческой практике. Показано, что российская древесина узкослойная с высоким содержанием сосудов и сосудистых трахеид и, как следствие, пористая с невысокой плотностью, близка к образцам французской древесины из Центрального региона и Вогез. Для нее характерны невысокие концентрации ароматобразующих компонентов и общих фенольных соединений. После дополнительной подготовки, включающей вымачивание и термообработку, российская древесина пригодна для выдержки коньяков.

2 Изучено влияние условий водной обработки дубовой щепы на изменение ее химического состава. Определены основные режимы данной обработки: продолжительность вымачивания 8-12 ч при температуре 40-60 °С и гидромодуле 1:20-1:25. При этом снижение концентрации общих фенольных соединений составляет в среднем более 40 % от их исходного содержания в древесине.

3 Исследовано влияние температуры и продолжительности термообработки дубовой щепы на изменение ее химического состава. Определены основные режимы: температура 220-230 °С в течение 15-30 мин. В результате данного воздействия концентрация основных ароматобразующих соединений – ванилина, сиреневого, каниферилового, синапового альдегидов, ванилиновой и сиреневой кислот заметно увеличивалась.

4 Определены основные режимы выдержки коньяков в контакте с дубовой щепой: концентрация щепы 2-5 г/дм³, минимальная продолжительность выдержки в контакте с древесиной дуба – 7-21 суток при периодическом перемешивании, дальнейшая длительность выдержки без щепы – 14-30 суток, двукратное дозирование газообразного кислорода в коньяки с интервалом 2-3 суток до концентрации его 5,0-6,0 мг/дм³.

5 Установлено, что при выдержке коньяков в контакте с предварительно обработанной дубовой щепой происходит интенсивное

обогащение их компонентами древесины дуба, улучшающими качественные характеристики образцов. Так, концентрация продуктов распада лигнина – ванилина, сиреневого альдегида, ванилиновой и сиреневой кислот повышалась в 2-4 раза по сравнению с контролем. В результате чего, органолептическая оценка опытных коньяков, увеличилась на 5-7 баллов по сравнению с контролем.

6 В результате проведенных исследований предложена усовершенствованная технология и разработана аппаратурно-технологическая схема производства коньяков, позволяющая направленно регулировать процессы обогащения коньяков компонентами древесины дуба за счет их выдержки в контакте со специально обработанной щепой и контролируемого дозирования кислорода. Разработаны и утверждены технологические инструкции на производство: коньяка российского трехлетнего «Дар Кубани» (ТИ 10-37058-04), коньяка российского четырехлетнего «Старый знакомый» (ТИ 9174-2004-00334600-09) и коньяка российского пятилетнего «Старый знакомый» (ТИ 9174-2005-00334600-09), технология которых предусматривает выдержку коньяков в контакте с дубовой щепой.

Расчетно-экономический эффект от внедрения новой технологии составляет 55 тыс. 600 руб. на 1000 дал четырехлетнего коньяка.

СПИСОК РАБОТ, ОПУБЛИКОВАННЫХ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

1. Оганесянц Л.А., Телегин Ю.А, Осипова В.П., Куракова О.В. (Джанаева О.В.), Маргулис М.А., Поролло В.А., Васильченко С.В. Исследование воздействия акустического поля на процесс созревания винных дистиллятов в присутствии древесины дуба // В сборнике тезисов докладов к научно-практической конференции «Современные технологии пищевых продуктов нового поколения и их реализация на предприятиях АПК», г. Углич, 2000, с. 349-350.

2. Оганесянц Л.А., Бодорев М.М., Куракова О.В. (Джанаева О.В.) Танины древесины дуба – важный компонент винодельческой продукции // В сб. «Пищевая промышленность на рубеже 3-го тысячелетия». Материалы 6-ой международной научно-практической конференции, 18-19 апреля, вып. 5, т. 2., Москва, МГТА, 2000, с. 175-177.

3. Оганесянц Л.А., Савчук С.А., Осипова В.П., Субботин Б.С., Куракова О.В. (Джанаева О.В.) Сравнительный анализ отечественных и импортных коньячных спиртов методами комплексной приборной оценки // В сборнике тезисов докладов к научно-практической конфе-

ренции «Идентификация качества и безопасность алкогольной продукции», г. Пушкино, 26-29 сентября 2001, 54-56.

4. Осипова В.П., Савчук С.А., Куракова О.В. (Джанаева О.В.) Оценка подлинности коньячных спиртов, коньяков и бренди // В сборнике тезисов докладов к VI Международному профессиональному конкурсу вин «Лучшее шампанское, вино и коньяк года», г. Москва, 2002, с. 31-32.

5. Телегин Ю. А., Осипова В.П., Куракова О.В. (Джанаева О.В.), Кепканов Ю.А., Якименко С.Н. Разработка промышленной технологии производства дубовой щепы для виноделия // В сборнике тезисов докладов к VI Международному профессиональному конкурсу вин «Лучшее шампанское, вино и коньяк года», г. Москва, 2002, с. 35-37.

6. Оганесянц Л.А., Куракова О.В. (Джанаева О.В.) Технологические приемы улучшения качества винодельческой продукции на основе использования дубовой щепы // В сборнике материалов международной научно-практической конференции, г. Волгоград, 2002, с. 101-106.

7. Оганесянц Л.А., Коровин В.В., Куракова О.В. (Джанаева О.В.), Аксенов П.А. Исследование особенностей анатомического строения и химического состава древесины дуба монгольского (*Quercus mongolica*) с целью использования ее в виноделии // В сборнике научных трудов БГТИ «Лесной комплекс: Состояние и перспективы развития», г. Брянск, 2002, с. 67-72.

8. Телегин Ю.А., Куракова О.В. (Джанаева О.В.), Бодорев М.М. Использование дубовой щепы в виноделии // Ликероводочное производство и виноделие, № 2, 2003, с. 8-9.

9. Телегин Ю.А., Куракова О.В. (Джанаева О.В.), Кепканов Ю.А., Якименко С.Н. Разработка технологических приемов выдержки винодельческой продукции на основе использования дубовой щепы // В сборнике материалов к III Международной специализированной выставке-симпозиуму «Вино и Виноделие», г. Одесса, 2003, с. 72-73.

10. Оганесянц Л.А., Коровин В.В., Куракова О.В. (Джанаева О.В.), Аксенов П.А. Оценка качества древесины дуба монгольского как материала для изготовления винодельческих бочек // Хранение и переработка сельхозсырья, № 3, 2003, с 36-38.

11. Оганесянц Л.А., Телегин Ю.А., Куракова О.В. (Джанаева О.В.), Бодорев М.М., Маргулис М.А., Поролю В.А., Васильченко С.В., Дмитриева Н.А. Способ выдержки виноградных или плодовых спиртов для приготовления крепких алкогольных напитков. Патент РФ № 2213137. – Б.И. № 27, 2003.

12. Аксенов П.А., Куракова О.В. (Джанаева О.В.) Анатомические особенности древесины дуба как критерии его пригодности для нужд виноделия // В сборнике трудов IV Международного симпозиума «Строение, свойства и качество древесины – 2004», г. Санкт-Петербург, т.1, с. 34-36.

13. Оганесянц Л.А., Осипова В.П., Джанаева О.В. Повышение качества крепких спиртных напитков на основе использования дубовой щепы // Виноделие и виноградарство, № 2, 2004, с. 18-19.

14. Оганесянц Л.А., Джанаева О.В. Определение оптимальных параметров обработки древесины дуба для использования в производстве крепких спиртных напитков // Хранение и переработка сельхозсырья, № 4, 2004, с. 40-41.

15. Джанаева О.В., Осипова В.П. Разработка технологических приемов улучшения качества крепких спиртных напитков на основе использования дубовой щепы // В сборнике трудов научно-практической конференции «Качество и безопасность сельскохозяйственного сырья и пищевых продуктов», г. Углич, 2004, с. 102-104.

16. Оганесянц Л.А., Осипова В.П., Джанаева О.В., Данилян А.А. Способ приготовления купажного ординарного алкогольного напитка. Патент РФ № 2250249. – Б.И. № 11, 2005.

17. Оганесянц Л.А., Джанаева О.В. Способ приготовления купажа. Патент РФ № 2250250. – Б.И. № 11, 2005.

18. Оганесянц Л.А., Песчанская В.А., Осипова В.П., Джанаева О.В., Гаджиев М.С., Мишиев П.Я. Новые способы обогащения коньячной продукции компонентами древесины дуба // Виноделие и виноградарство, № 4, 2008, с. 6-7.

19. Оганесянц Л.А., Песчанская В.А., Осипова В.П., Джанаева О.В., Гаджиев М.С., Мишиев П.Я. Влияние термической обработки древесины дуба на ее химический состав и качество коньяков // Хранение и переработка сельхозсырья, № 9, 2008, с. 15-19.

20. Оганесянц Л.А., Песчанская В.А., Осипова В.П., Джанаева О.В., Гаджиев М.С., Мишиев П.Я. Повышение качества крепких спиртных напитков на основе использования древесины дуба // В сборнике материалов всероссийской конференции «Научно-практические аспекты экологизации продуктов питания», г. Углич, 2008, с. 186-188.

21. Оганесянц Л.А., Песчанская В.А., Джанаева О.В. Способ приготовления коньяка. Решение о выдаче патента РФ на изобретение. Заявка № 2007146597/13 (051076).

Лицензия № ЛР-№ 040830 от 17.07.97

Подписано в печать 22.04.2009 г.

Формат 60×84 1/16

Бум. тип

Тираж 100 экз.

Заказ № 53

ООО «Полиграф»
109316 Москва, ул. Талалихина, 26