

УКРАЇНСЬКА АКАДЕМІЯ АГРАРНИХ НАУК
ІНСТИТУТ ВИНОГРАДУ І ВІНА "МАГАРАЧ"

МОРЕНКО Оксана Борисівна

УДК 663.258.45:661.182.001.18

**РОЗРОБКА МОДИФІКОВАНОГО МЕТОДУ
ВИПРОБУВАННЯ ВІН НА СХИЛЬНІСТЬ
ДО НЕЗВОРОТНИХ КОЛОЇДНИХ ПОМУТНІВ**

05.18.07 - Технологія продуктів бродіння

А в т о р е ф е р а т
дисертації на здобуття наукового ступеня
кандидата технічних наук

Ялта - 1997



00751308 (O)

Дисертація є рукописом.

Роботу виконано протягом 1991-1997 рр. з вина "Магарач" УААН. Окремі дослідження проведені в Інституті високомолекулярних сполук РАН (м.Санкт-Петербург).

Науковий керівник: кандидат технічних наук
ГЕРЖИКОВА В.Г.,
зав. відділом хімії і біохімії

Офіційні опоненти: доктор технічних наук, професор,
заслужений діяч науки і техніки
України, лауреат Державної премії
України у галузі науки і техніки
ЗІНЧЕНКО В.І.,
головний науковий співробітник-консультант
ІВіВ "Магарач"

кандидат технічних наук
КОШУР М.Х.,
доцент кафедри виноградарства і виноробства
Одеського сільськогосподарського інституту

Провідна установа: УААН, Інститут виноградарства і
виноробства ім.В.Е.Таїрова, Одеса

Захист відбудеться 25 листопада 1997 р. о 10 годині на засіданні спеціалізованої ради Д.32.02.02 в Інституті винограду і вина "Магарач" УААН за адресою: 334200, Автономна республіка Крим, м.Ялта, вул.Кірова, 31.

З дисертацією можна ознайомитися у бібліотеці Інституту винограду і вина "Магарач".

Автореферат дисертації розіслано "24" " 10 " 1997 р.

Вчений секретар спеціалізованої ради,
кандидат технічних наук, старший
науковий співробітник

Л.І.Журавльова

ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА РОБОТИ

Актуальність роботи. Проблема розливостійкості готової продукції є однією з найбільш актуальних для виробників вина в Україні в умовах ринкових відносин, які швидко розвиваються.

За даними вітчизняних і закордонних дослідників, в утворенні колоїдних помутнень, які складають до 85 % від загальної кількості випадків помутнень вин, приймають участь як окремі біополімери, так і їх комплекси (Датунашвілі і співр., 1968-1982; Валушко, 1973; Павленко, 1981; Зінченко, 1987; Єжов, 1988; Зінкевич, 1992; Dubourdieu, 1988; Oh, Hoff, 1987).

Складність розробки методів випробування схильності вин до колоїдних помутнень полягає в тому, що вони повинні давати достовірну інформацію про процеси, які протікають під час самостабілізації та дестабілізації і враховувати масову концентрацію білка, його зв'язок з іншими біополімерами, масову концентрацію фенольних речовин, їх груповий склад і наявність металів змінної валентності, що каталізують окислювальні процеси. Існуючі на цей час методи прогнозування помутнень колоїдного характеру за точністю і специфічністю не задовольняють підвищеним вимогам до якості винопродукції.

Зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами. Тема роботи входить до тематичного плану науково-дослідних робіт інституту винограду і вина "Магарач" (NN держ.реєстрації ІАО1003484Р, ІАО1003478Р, 0196ІО10342).

Мета і завдання дослідження. Метою цієї роботи є розробка модифікованого методу випробування схильності вин до незворотних колоїдних помутнень на підставі вивчення перетворень комплексу біополімерів.

Для реалізації поставленої мети необхідно вирішити такі завдання: провести порівняльний аналіз існуючих методів випробування схильності вин до незворотних колоїдних помутнень із залученням виноматеріалів і модельних розчинів; розробити методику виділення комплексу біополімерів, відповідального за помутніння вин у ході тестування і дестабілізації і вивчити його склад; вивчити вплив деяких технологічних прийомів на склад комплексу біополімерів вин та їх схильність до незворотних колоїдних помутнень; розробити метод випробування схильності вин до незворотних колоїдних помутнень.

Наукова новизна. Вперше в використанні карбоксильних катионів виділено комплекс біополімерів вин, який відповідає за неворотні колоїдні помутніння вин і встановлено його склад. Визначено діапазон значень молекулярних мас білка, що входять до складу комплексу біополімерів. Досліджено вплив технологічних прийомів переробки винограду і обробки виноматеріалів на склад комплексу біополімерів; математично доведено зв'язок між показниками тестів і складом комплексу біополімерів. Експериментально обґрунтовані параметри і режими модифікованого методу випробування схильності вин до неворотних колоїдних помутнень.

Практична значимість. Розроблено і апробовано в умовах виробництва метод випробування схильності виноматеріалів і вин до неворотних колоїдних помутнень, який представлений в Методичних вказівках "Визначення схильності вин до помутнень фізико-хімічного характеру", затверджених УААН.

Апробація роботи. Основні результати досліджень повідомлені на засіданнях Вченої ради Інституту винограду і вина "Магарач" (1991-1997 рр.), конференціях молодих вчених (Ялта, 1993 р.; Москва-Ялта, 1997 р), курсах ТХМК, науково-технічних нарадах фахівців галузі (Херсон, 1997 р.; Мінськ, 1997 р).

Публікації. За матеріалами дисертації опубліковано 7 робіт.

Об'єм і структура роботи. Дисертація викладена на 142 сторінках машинописного тексту, складається з вступу, трьох розділів, висновків, містить 34 таблиці, 26 рисунків, список використаної літератури містить 188 найменувань, має 8 додатків.

Особистий внесок дисертанта до розробки наукових результатів, що винесені на захист, складає не менше ніж 70 %.

На захист виносяться такі основні положення:

- експериментально обґрунтований аналіз існуючих і перспективних методів прогнозування схильності вин до неворотних колоїдних помутнень;
- склад комплексу біополімерів вин, як об'єктивний критерій оцінки схильності виноматеріалів до неворотних колоїдних помутнень;
- вплив на склад комплексу біополімерів сорту винограду, технологічних прийомів переробки винограду та обробки виноматеріалів;
- модифікований метод випробування схильності виноматеріалів і вин до неворотних колоїдних помутнень.

ОБ'ЄКТИ І МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕНЬ

Об'єктом досліджень були: виноматеріали з винограду сортів Піно чорний, Аліготе, Післінг рейнський, Совіньон, Ркацителі, Кульджинський, одержані у виробничих умовах та в умовах мікровиноробства; оброблені купажі шампанських виноматеріалів; ординарні та марочні білі столові вина; модельні речовини білка і танінів.

Дослідження проводились в ІВіВ "Магарач", Передгірському дослідному господарстві "Магарач", радгосп-заводах "Виноградний", та "Золота Валка", КСП "Перемога" Бахчисарайського району, Інституті високомолекулярних сполук АН Російської Федерації.

Схема експерименту передбачала: проведення стандартних аналізів, передбачених нормативною документацією; виділення і вивчення комплексу біополімерів необроблених і оброблених виноматеріалів; проведення випробувань схильності виноматеріалів до негворотних колоїдних помутнень; обробку виноматеріалів з метою їх стабілізації до негворотних колоїдних помутнень; закладення оброблених виноматеріалів на контрольне зберігання з метою визначення термінів їх стабільності; визначення молекулярних мас білків в необроблених і оброблених виноматеріалах.

Для розробки методу виділення комплексу біополімерів, відповідального за негворотні колоїдні помутніння вин у ході тестування використовували карбоксильні катіоніти, які синтезовані в Інституті високомолекулярних сполук РАН (м. Санкт-Петербург).

Дослідження змін в хімічному складі комплексу біополімерів у ході технологічних процесів виробництва столових виноматеріалів проводили за схемами, які передбачають індуковане окислення сульда.

Для визначення молекулярної маси і відносної концентрації білків у виноматеріалах і винах використовували метод електрофорезу в ПААГ (Зінкевич, 1992).

Досліди проведено згідно з матрицею планування багатofакторного експерименту ПФЕ-10⁵ (Грачов і співр., 1979). Використовували пакети прикладних програм "Мультихром", SuperCalc, COPLOT та Harvard Grafics.

РЕЗУЛЬТАТИ РОБОТИ ТА ЇХ ОБГОВОРЕННЯ

1. Порівняння різних методів випробування вин на схильність до неворотних колоїдних помутнень

Порівняльний аналіз методів випробувань на схильність виноматеріалів і вин до неворотних колоїдних помутнень проводили із залученням виноматеріалів з винограду сортів Піно чорний, Аліготе і Ркацителі. Під час вибору виноматеріалів для випробувань керувалися перш за все відмінностями масовими концентраціями білка, що надавало можливість виявити переваги і недоліки кожного методу. Хімічний склад виноматеріалів і результати апробації тестів подано у таблиці 1.1.

Таблиця 1.1 - Результати визначення схильності вин до неворотних колоїдних помутнень

Масова концентрація, мг/дм ³		Початкова мутність, ф.о.	Тести, ф.о.		
білка	фенольних речовин		таніновий	ТХО	тепловий
Піно чорний					
12,3	160	0,3	3,0	4,0	0,3
20,2	70	0,7	28,0	18,0	3,0
63,0	170	3,0	19,0	14,0	3,0
12,0	250	0,8	5,0	3,0	4,0
19,0	150	0,5	3,0	11,0	0,5
Аліготе					
28,4	85	1,9	21,0	3,0	3,0
59,0	96	3,0	102,0	21,0	9,0
55,0	90	20,0	57,0	10,0	17,0
26,8	436	1,4	3,0	1,6	2,1
37,0	96	1,3	53,0	10,0	8,0
Ркацителі					
13,0	70	1,2	2,1	1,3	1,6
13,0	134	1,5	3,0	1,4	1,6
4,5	150	0,9	2,0	1,1	0,6
5,0	182	1,8	3,0	2,0	3,0
2,2	106	1,6	2,1	2,0	1,5

Порівняльний аналіз методів випробувань показує, що найбільше значення мутності вин обумовлює таніновий тест, далі у порядку зменшення йдуть тест з ТХО і тепловий тест.

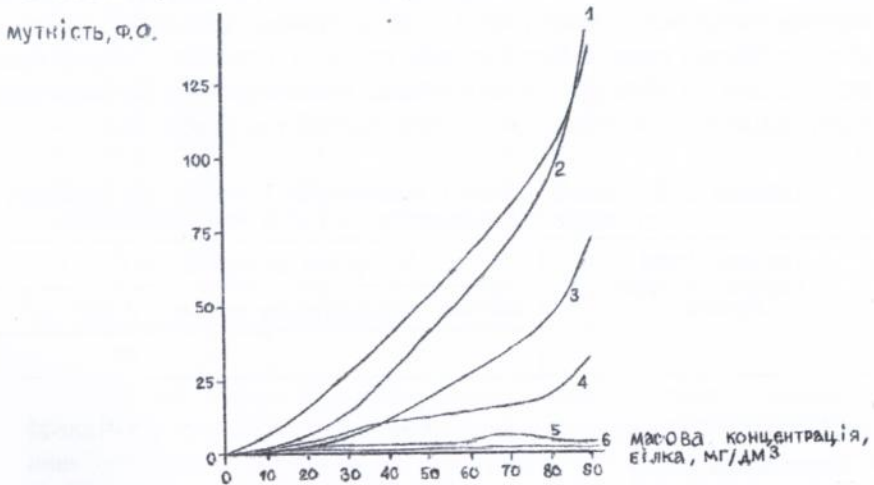
Співставлення результатів визначення масової концентрації білка і значень танінового тесту показало, що виноматеріали з однаковим вмістом білка мали різні значення мутності.

Було проведено математичну обробку даних з метою встановлення кореляції між масовою концентрацією білка і значеннями мутності при випробуванні вин на схильність до неворотних колоїдних помутнінь. Використання кореляційного і регресійного аналізу дозволило встановити шукану залежність лише для виноматеріалів а сорту винограду Аліготе. Коефіцієнти кореляції склали: для тесту а ТХО - 0,882, для танінового і теплового тестів - 0,905 і 0,816 відповідно.

Одержані експериментальні дані з вивчення методів випробування схильності виноматеріалів і вин до неворотних колоїдних помутнінь дозволили відібрати для подальших досліджень таніновий тест, як найбільш чутливий у порівнянні з іншими випробуваними тестами.

2. Дослідження впливу походження і масової концентрації таніну, молекулярної маси білка і масової концентрації заліза на показання тестів

Під час вивчення впливу молекулярної маси білка на показання тестів було проведено серію дослідів із використанням модельних розчинів яєчного альбуміну (43000) і бичачого сировоткового альбуміну (67000) (рис. 1.1) з використанням галотаніну, елаготаніну і енотаніну.



1 - ВСА + галотанін, 2 - ВСА + ТХО, 3 - ЯА + галотанін,
4 - ЯА + ТХО, 5 - ЯА + елаготанін, 6 - ЯА + енотанін

Рис. 1.1 Випробування танінів на модельних розчинах білка

Встановлено, що елаготанін та екатанін не мають здатності осаджувати білки в модельному середовищі. Танін на основі галлової кислоти проявляв схильність до взаємодії з яечним альбуміном і бичачим сиворотковим альбуміном, причому з останнім білком його осаджувальна здатність була помітно сильнішою.

Випробування впливу іонів заліза на величину мутності при тестуванні дозволило встановити, що при внесенні заліза у концентрації 5 мг/дм³ та більше значення мутності при використанні танінового тесту підвищуються лише у тому випадку, коли вино містить значну кількість білка і має схильність до незворотних колоїдних помутнень. Таким чином, на показання танінового тесту впливають природа таніну, молекулярна маса білка і масова концентрація заліза.

При вивченні впливу масової концентрації таніна на показання танінового тесту були випробувані 5 зразків галотанінів. Встановлено, що розчинність танінів у воді є обов'язковою умовою їх придатності для проведення танінового тесту. Водорозчинні таніни, як правило, мають добру розчинність у водно-спиртових розчинах з рівною об'ємною часткою етилового спирту. Внаслідок проведення серії дослідів на модельних розчинах яєчного альбуміну встановлено, що найбільш результативним є застосування таніну з масовою концентрацією 10 г/100 см³ водно-спиртового розчину з об'ємною часткою етилового спирту 40 %. Випробування танінового тесту з обґрунтованими нами концентраціями таніну і етилового спирту були підтверджені в дослідях із залученням виноматеріалів із винограду сорту Аліготе до і після їх обробки бентонітом (табл. 2.1).

Таблиця 2.1 - Вплив масової концентрації таніну на значення мутності виноматеріалу під час тестування

Технологічна характеристика зразка	Значення мутності, ф.о.	
	масова концентрація таніну, г/100 см ³	
	10	25
Необроблений	60,8	64,6
Оброблений бентонітом у дозі 0,5 г/дм ³	3,3	4,1
Оброблений бентонітом у дозі 1 г/дм ³	2,9	2,3

Таким чином, для випробування вин на охильність до незворотних колоїдних помутнень доцільно використовувати водорозчинні галотаніни з масовою концентрацією 10 г/100 см^3 водно-спиртового розчину з об'ємною часткою етилового спирту 40 %.

3. Вивчення комплексів біополімерів, що виділені з виноматеріалів і вин, та факторів, які впливають на їх склад

Комплекс біополімерів, який відповідає за формування незворотних колоїдних помутнень в виноматеріалах і винах, було виділено з використанням карбоксильних катіонітів (табл. 3.1).

Таблиця 3.1 - Склад комплексу біополімерів оброблених виноматеріалів

Сільванер					Шардоне				
N фракції	рН	масова концентрація, мкг/10 см ³			N фракції	рН	масова концентрація, мкг/10 см ³		
		білка	поліфенольних речовин	полісахаридів			білка	поліфенольних речовин	полісахаридів
1	3,3	-	107	260	1	3,2	-	147	333
2	3,5	25	118	207	2	3,5	-	134	87
3	3,5	25	54	87	3	3,7	-	107	58
4	3,6	78	40	116	4	3,8	105	147	101
5	4,0	115	74	111	5	4,3	65	201	58
6	6,2	115	118	79	6	6,4	25	160	58
7	7,0	65	67	-	7	7,0	65	94	29
8	7,2	65	40	-	8	7,4	65	54	-
9	7,6	25	13	-	9	7,8	65	27	-
10	7,6	-	13	-	10	7,8	25	18	-

Під час елюції комплексу біополімерів з сорбенту одержано 10 фракцій, у яких проведено визначення величини рН і аналіз показав оптичної густини за довжини хвилі 280 нм. Елюція комплексу біополімерів спостерігається у діапазоні рН 3,2-7,8. Аналіз складу фракцій комплексу біополімерів показує, що в них присутні білки, поліфеноли і полісахариди у різних кількісних співвідношеннях.

Порівняльний аналіз складу комплексу біополімерів, якій виділено з необроблених виноматеріалів із винограду сортів Піно чорний, Аліготе, Післінг рейнський і Совінсон, показує, що за значенням масової концентрації білка виноматеріали розрізнялися незначно (табл. 3.2). При цьому, у виноматеріалі з винограду сорту Аліготе на 1 мг білка припадає 0,9-3,0 мг, а у виноматеріалі з винограду сорту Піно чорний - 0,6-1,4 мг полісахаридів. Співвідношення білок:поліфеноли в інтервалі 1:0,2 - 1:1,3 характерне для виноматеріалів із винограду сорту Піно чорний, у виноматеріалах із винограду сорту Аліготе максимальне співвідношення білок:поліфеноли складало 1:0,1. Таким чином, у виноматеріалах з винограду сортів Аліготе і Післінг рейнський переважає білок-полісахаридний комплекс з невеликим вмістом поліфенолів, тоді як у виноматеріалах з винограду сортів Піно чорний і Совінсон - білок-поліфенол-полісахаридний комплекс. Такі помітні сортові відмінності складу комплексу біополімерів виноматеріалів обумовлюють їх різну поведінку під час випробування на схильність до неворотних колоїдних помутнень та підбору доз органічних та мінеральних сорбентів для досягнення розливостійкості. Більш високі значення танінового тесту у виноматеріалах з винограду сортів Аліготе і Післінг рейнський, у порівнянні з виноматеріалами з винограду сортів Піно чорний і Ркацтелі, пов'язані не з високими значеннями масової концентрації білка, а з низькими значеннями масової концентрації поліфенолів у складі комплексу біополімерів. Математично доведена зворотна кореляція між складом комплексу і показаннями танінового тесту (коефіцієнт кореляції -0,89).

Моделювання умов, які викликають підвищене окислення сусле (відсутність діоксиду сірки на стадії його освітлення, додавання пресових фракцій) приводить до зменшення масової концентрації білка, зниження співвідношення білок-поліфенол у складі комплексу біополімерів, зниження показань танінового тесту (табл. 3.2).

Вивчення амін у складі комплексу біополімерів внаслідок обробки виноматеріалів бентонітом показало, що масова концентрація білка зменшилась в середньому на 83 %, фенольних речовин на 48 % а полісахаридів на 62 % від їх вихідного вмісту (табл. 3.3).

Співвідношення білок:поліфеноли у складі комплексу біополімерів до обробки бентонітом складало 1:1,2, після обробки - 1:4. Співвідношення білок:полісахариди до обробки бентонітом складало 1:1,7, після обробки - 1:8. Високий вміст полісахаридів обумовлює захист білка від впливу бентоніту в раці обробки і

Таблиця 3.2 - Характеристика комплексу біополімерів виноматеріалів

Найменування зразка	Тані- новий тест, ф.о.	Масова концен- трація, мг/дм ³			Співвідношення компонентів комплексу біополімерів		Ста- біль- ність, міс.
		біл- ків	феноль- них речовин	полі- сахар- идів	білки:фенольні р-ни:полісахари- ди, мг/мг білка	%	
		<u>Піно чорний</u>					
Виноматеріал, одержаний із сусла-самопливу	16	13,7	5,1	15,9	1:0,4:1,1	31:34:35	1
	25	18,0	7,2	26,1	1:0,4:1,4	35:14:51	2
	37	25,8	5,3	32,4	1:0,2:1,2	40:8:52	4
Виноматеріал, одержаний із сусла-самопливу з до- давання сусла I тиску	16	12,6	9,4	15,6	1:0,7:1,2	34:25:41	2
	14	16,9	12,2	24,0	1:0,7:1,4	32:23:45	3
	31	22,7	11,4	14,5	1:0,5:0,6	47:23:30	3
Виноматеріал, одержаний із сусла I тиску	10	6,3	7,8	7,6	1:1,2:1,2	29:36:35	3
	2	9,7	12,5	12,9	1:1,3:1,3	28:36:36	4
		<u>Аліготе</u>					
Виноматеріал, одержаний із сусла-самопливу	62	19,5	2,7	53,1	1:0,10:2,7	26:4:70	1
	101	22,3	1,3	41,6	1:0,06:1,8	34:2:64	2
	92	15,3	2,4	47,5	1:0,15:3,0	24:4:72	12
Виноматеріал, одержаний із сусла-самопливу з до- давання сусла I тиску	44	12,6	0	25,3	1:-:2,0	33:0:67	1
	48	8,3	0	20,1	1:-:2,4	29:0:71	2
	55	18,4	0	18,3	1:-:1,0	50:0:50	3
Виноматеріал, одержаний із сусла I тиску	0	11,1	0	18,2	1:-:1,6	38:0:62	2
	0	6,5	0	9,4	1:-:1,2	44:0:56	4
		<u>Ріслінг</u>					
Виноматеріал, одержаний із сусла-самопливу	-	14,5	2,2	35,4	1:0,1:2,4	28:4:68	7
		<u>Совінбон</u>					
Виноматеріал, одержаний із сусла-самопливу	-	25,8	35,7	23,1	1:1,4:1	30:42:28	-

Таблиця 3.3 - Вплив обробки бентонітом на склад комплексу біополімерів
виноматеріалів з винограду сорту Аліготе

Початкова мутність, ф.о.	Таніновий тест, ф.о.	До обробки				Дога бентоніту, г/дм ³	Після обробки			
		Склад комплексу біополімерів, мг/дм ³		Співвідношення компонентів у складі комплексу біополімерів, мг/мг білка	Склад комплексу біополімерів, мг/дм ³		Співвідношення компонентів у складі комплексу біополімерів, мг/мг білка			
		білок	поліфеноли		полісахариди			білки: поліфеноли: полісахариди		
2,0	65,0	16,8	28,6	89,7	1 : 1,7 : 5,3	2	2,0	17,4	90,0	1 : 8,7 : 45,0
1,1	98,4	16,3	21,3	101,3	1 : 1,3 : 6,2	3	2,5	11,9	36,2	1 : 4,8 : 18,1
1,3	64,6	13,4	15,7	16,7	1 : 1,2 : 1,2	1	2,3	9,7	7,3	1 : 3,9 : 3,2
1,1	97,1	8,2	17,2	12,6	1 : 2,0 : 1,5	2	5,0	11,6	5,8	1 : 2,3 : 1,2
1,4	73,7	16,9	9,4	12,9	1 : 0,5 : 0,7	1	2,5	5,2	5,8	1 : 2,1 : 2,2
1,7	66,7	35,1	13,0	15,1	1 : 0,4 : 0,4	1	5,0	8,5	5,8	1 : 1,7 : 1,2
1,1	31,2	17,9	7,5	7,2	1 : 0,4 : 0,4	1	2,5	1,6	2,9	1 : 0,6 : 1,2
1,2	65,6	10,3	13,4	29,0	1 : 1,3 : 2,8	1	1,5	5,4	14,5	1 : 3,6 : 9,6
1,1	37,4	26,3	16,3	32,2	1 : 0,8 : 1,2	3	-	-	-	-
1,1	75,5	15,3	17,3	18,1	1 : 1,1 : 1,2	3	1,8	5,4	8,7	1 : 3,1 : 5,0
1,1	93,3	23,3	12,5	16,7	1 : 0,5 : 0,7	1	-	-	-	-
1,1	55,3	14,1	22,7	11,6	1 : 1,6 : 0,8	3	-	-	-	-
1,4	73,3	12,5	22,9	17,0	1 : 1,8 : 1,3	4	2,0	12,1	7,3	1 : 6,1 : 3,7
1,5	80,4	13,8	61,5	43,6	1 : 4,4 : 3,1	1	-	-	-	-
1,1	17,9	17,9	11,4	10,0	1 : 0,6 : 0,5	2	1,8	9,4	4,3	1 : 5,4 : 2,5
1,1	99,9	19,8	13,9	17,0	1 : 0,7 : 0,8	1	2,0	8,0	-	1 : 4,0 : -
2,0	81,5	15,4	43,2	5,5	1 : 2,8 : 0,3	2	1,8	13,4	1,5	1 : 7,7 : 0,9
1,7	5,9	14,8	5,2	-	1 : 0,3 : -	4	1,2	2,6	-	1 : 2,2 : -

таніну під час випробування на схильність виноматеріалів до неворотних колоїдних помутнінь. Підвищений вміст поліфенолів у складі осаду дестабілізованого вина дозволяє припустити, що рухомою силою дестабілізації є окислення фенольних сполук, взаємодія їх полімеризованих форм з глікопротеїнами і осадження у винах надмолекулярних агрегатів.

Внаслідок дослідження складу комплексів біополімерів, які були виділені з 18 зразків виноматеріалів із винограду сорту Аліготе необроблених і після їх обробки бентонітом встановлено, що у кожному варіанті досліду, при дозах бентоніту від 1 до 4 г/дм³ залишається деяка кількість білка (1,2-2,5 мг/дм³), який не вступає у взаємодію з бентонітом (табл. 3.3). За допомогою методу електрофорезу в ПААГ доведено, що низькомолекулярні білки (14000-30000), які характеризують склад білкового компоненту необроблених виноматеріалів, видаляються бентонітом. Білки з молекулярною масою 55000-67000 не зв'язуються бентонітом і приймають участь у формуванні неворотних колоїдних помутнінь. Таким чином, з виноматеріалів виділено комплекси біополімерів, що складаються з білків, поліфенолів і полісахаридів та відповідають за формування неворотних колоїдних помутнінь; вивчено вплив на їх склад сортових особливостей винограда і технологічних прийомів переробки винограда та обробки виноматеріалів.

4. Розробка модифікованого танінового тесту

Прийнятий у галузі виноробства таніновий тест широко використовується в практиці заводських лабораторій для визначення доз мінеральних та органічних матеріалів під час технологічних обробок виноматеріалів. Доза матеріалу обирається таким чином, щоб зразок при визначенні його розливостійкості за таніновим тестом залишався візуально прозорим. Отримані нами результати свідчать про те, що значення мутності при проведенні танінового тесту в оброблених виноматеріалах змінюється від 0 до 1,8 ф.о., що не дає можливості прогнозувати довготривалу стабільність. У зв'язку з цим нами експериментально обґрунтовано модифікацію танінового тесту, яка дозволяє підвищити його чутливість під час випробувань на схильність до неворотних колоїдних помутнінь.

Результати випробування 13 окислювальних систем, що інтенсифікують процеси дестабілізації вина свідчать, що в усіх варіантах

дослідів з часом спостерігається зростання мутності та зміна хроматичних характеристик. Найбільш ефективним є одночасне внесення до системи пероксиду водню і таніну: мутність збільшується у 6-11,5 разів, а інтенсивність забарвлення - у 5-7,5 разів (табл. 4.1). Як наслідок, запропанована окислювальна система - внесення до проби вина 250 мг/дм³ галотаніну з масовою концентрацією 10 г/100 см³ у водно-спиртовому розчині з об'ємною часткою етилового спирту 40 % та пероксиду водню масової концентрації 3 г/100 см³ у кількості 0,1 мг/дм³, ефективність якої підтверджено під час перевірки схильності до незворотних колоїдних помутнень 14 зразків шампанських виноматеріалів.

Під час обґрунтування тривалості дії окислювальної системи використовували регресійний аналіз раніше одержаних експериментальних даних. Найбільші значення мутності одержані під час термостатування зразків виноматеріалів протягом 3 діб. Коефіцієнти кореляції і детермінації встановленої залежності склали 0,85 та 0,86 відповідно. Процес описується параболою, яка має точку перегину відповідну до 3 діб термостатування проби. Обґрунтування температурного режиму тесту проводили в межах температур 35-60° С. Оптимальною визнано температуру 50 °С.

Таким чином, розроблено модифікований тест на схильність до незворотних колоїдних помутнень, який полягає у термостатуванні проби вина за температури 50 °С у присутності галотаніну і пероксиду водню протягом трьох діб.

5. Виробничі випробування модифікованого методу визначення схильності вин до незворотних колоїдних помутнень

Розроблений метод апробовано на виробничих зразках ЗШВ "Новий Світ", винаводу "Золота Балка", Інкерманського заводу марочних вин, р/з "Виноградний" (табл. 5.1). Результати були піддані математичній обробці, одержане рівняння регресії виду: $Y = 9,29 - 0,83X$, кількість неврахованих факторів для якого за значенням коефіцієнта детермінації склало 17 %, коефіцієнт кореляції - 0,91. Графік залежності між значенням мутності зразка в процесі тестування і термінами фактичної стабільності наведено на рисунку 5.1. Проведені дослідження дозволили встановити факт високої ефективності методу випробування схильності оброблених вин, призначених

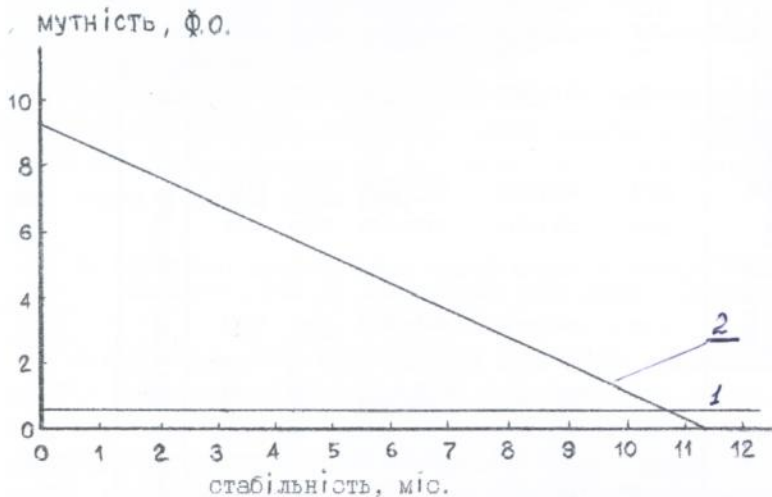
Таблиця 4.1 - Вплив окислювальних систем на оптичні характеристики необробленого виноматеріалу з винограду сорту Аліготе

Варіант досліджу	Окислювальна система	Інтенсивність забарвлення И	Динаміка мутності, ф.о.					Δм	ΔИ
			добы						
			1	2	3	4	5		
Контроль		0,08	5	1,8	7	6	8	6,2	0,08
Контроль + H ₂ O ₂	1	0,14	10	14,0	21	20	21	19,2	0,21
Додавання таніну:									
50 мг/дм ³	2	0,08	6	9,0	14	14	15	13,2	0,16
100 мг/дм ³	3	0,10	6	6,0	15	12	12	10,2	0,09
250 мг/дм ³	4	0,10	12	17,0	21	19	19	16,2	0,25
500 мг/дм ³	5	0,12	9	20,0	27	26	28	26,2	0,28
Додавання H ₂ O ₂ і таніну:									
50 мг/дм ³	6	0,16	34	25,0	39	28	40	38,2	0,40
100 мг/дм ³	7	0,16	31	41,0	50	60	61	59,2	0,50
250 мг/дм ³	8	0,20	47	52,0	50	66	68	66,2	0,52
500 мг/дм ³	9	0,24	49	56,0	68	72	74	71,2	0,60
Додавання FeSO ₄	10	0,08	6	8,0	11	8	14	12,2	0,10
H ₂ O ₂ і FeSO ₄	11	0,15	11	15,0	17	16	19	17,2	0,21
NaMoO ₄	12	0,08	6	1,6	9	9	11	9,2	0,12
H ₂ O ₂ і NaMoO ₄	13	0,15	7	9,0	16	14	14	12,2	0,17

Примітка: Мутність вихідного зразка 1,8 ф.о.

Таблиця 5.1 - Порівняльна характеристика існуючого та модифікованого танінових тестів

Стабільність, міс.	Значення мутності, ф.о.		Стабільність, міс.	Значення мутності, ф.о.	
	таніновий тест	модифікований тест		таніновий тест	модифікований тест
1	0,2	12,3	4	0	4,4
1	0,9	10,8	4	0,1	3,8
1	0,2	10,7	4	0,6	3,7
2	0	8,5	5	0,8	3,1
2	0,1	8,4	5	0,1	2,7
2	0,2	8,1	12	0,6	0,8
3	0	7,5	12	0,3	0,2
3	0,5	7,0	12	0,3	0,1
3	2,0	6,2	12	0,2	0



- 1 - Показання танінового тесту
2 - Показання модифікованого танінового тесту

Рис. 5.1 Результати порівняльних випробувань існуючого і модифікованого танінових тестів

для розливу, до неворотних колоїдних помутнень. При значеннях мутності вина в результаті тестування вище 10 ф.о., його дестабілізація спостерігається протягом одного місяця. Вина, значення мутності яких не перевершують 1 ф.о., зберігають стабільність протягом не менше ніж 12 місяців.

Розроблений метод перевірено у виробництві, включено до Методичних вказівок "Визначення схильності вин до помутнень фізико-хімічного характеру" та рекомендовано для впровадження.

ВИСНОВКИ ТА РЕКОМЕНДАЦІЇ ВИРОБНИЦТВУ

1. Порівняльним аналізом методів випробування вин на схильність до неворотних колоїдних помутнень підтвержено високу чутливість і результативність танінового тесту і доцільність його використання переважно для підбору доз органічних та мінеральних матеріалів при технологічних обробках виноматеріалів.

2. Вивчено вплив походження і масової концентрації танінів на показання танінового тесту. Експериментально обґрунтовано доцільність застосування водорозчинного галотаніну масової концентрації 10 г/100 см³.

3. Розроблено нову методику виділення комплексу біополімерів виноматеріалів, відповідного за формування неворотних колоїдних помутнень: вивчено вплив на його склад особливостей сорту винограду і технологічних режимів його переробки. Вперше встановлено, що комплекси біополімерів, отримані з виноматеріалів різних сортів винограду містять білки, поліфеноли і полісахариди в різних кількісних співвідношеннях. Показано, що використання технологічних прийомів переробки винограду і обробки виноматеріалів, що прискорюють окислення, супроводжується збільшенням частки поліфенолів у складі комплексу біополімерів.

4. Проведено порівняльний аналіз складу комплексу біополімерів з показанням танінового тесту. Встановлено, що із зменшенням співвідношення білок-поліфенол значення танінового тесту зменшуються.

5. Досліджено вплив технологічних обробок сусла і виноматеріалів на молекулярну масу білків. Вперше, за допомогою метода електрофорезу в ПААГ встановлено, що в результаті обробки бентонітом видаляються фракції білків з молекулярною масою

14000-30000. Білки з молекулярною масою більше 55000 з мінеральними матеріалами не взаємодіють і зумовлюють колоїдну нестабільність виноматеріалів.

6. Обґрунтовані параметри і режими модифікованого методу випробування схильності виноматеріалів і вин до неворотних колоїдних помутнінь. Метод передбачає індукване окислення араака вина в присутності галотаніну і пероксиду водню, термостатування протягом трьох діб.

7. Розроблений метод перевірено у виробництві. Показано, що модифікований метод дозволяє не тільки виявити схильність виноматеріалів до неворотних колоїдних помутнінь, але і прогнозувати терміни стабільності вина в місяцях.

8. Розроблений метод випробування схильності до неворотних колоїдних помутнінь включено до методичних вказівок "Визначення схильності вин до помутнінь фізико-хімічного характеру", затверджених УААН і рекомендованих до широкого впровадження на виноробних підприємствах України.

СПИСОК РОБІТ, які опубліковані за матеріалами дисертації

1. Рудышина Н.М., Гержилова В.Г., Чурсина О.А., Моренко О.В., Рябинина О.В., Вабакина Э.Л. Сравнительный анализ способов определения склонности вин к белковым помутнениям // Магарач. Виноградарство и виноделие. - 1996. - N 1. - С. 69-73.
2. Гержилова В.Г., Рудышина Н.М., Чурсина О.А., Моренко О.В. Влияние белковых веществ вина на склонность к необратимым коллоидным помутнениям / Магарач. Виноградарство и виноделие. - 1996. - N 1. - С. 56-60.
3. Гержилова В.Г., Сонина Е.Г., Моренко О.В., Малый К.Д. Влияние различных технологических приемов осветления сусла на физико-химические свойства белков вин // Виноград и вино России. - 1997. - N 5. - С. 21-22.
4. Сонина Е.Г., Моренко О.В., Загоруйко В.А. Влияние режимов осветления сусла на физико-химические свойства белков / В сб. "Научно-технический прогресс в агроиндустрии". - М.-Ялта. - 1997. - С. 76-77.
5. Моренко О.В. Як позбутися помутніння вина / Виноград. Вино. - 1997. - N 4. - С. 14-15.
6. Гержилова В.Г., Рудышина Н.М., Моренко О.В., Рябинина О.В. Сравнительный анализ способов прогнозирования склонности вин к коллоидным помутнениям // В сб.: Вклад молодых ученых в развитие виноградарства и виноделия. - Ялта, 1993. - С. 60-62.
7. Моренко О.В., Михеева Л.А., Гержилова В.Г. О формах железа в винах // В сб.: Вклад молодых ученых в развитие виноградарства и виноделия. - Ялта, 1993. - С. 59-60.

Анотація

Моренко О.В. Розробка модифікованого методу випробування вин на їх схильність до неворотних колоїдних помутнень.

Дисертація (рукопис) на здобуття наукового ступеня кандидата технічних наук за спеціальністю 05.18.07 - "Технологія продуктів бродіння".

Інститут винограду і вина "Магарач". - Ялта, 1997 р.

Захищається 7 наукових робіт, які містять теоретичні дослідження у вирішенні проблеми колоїдної стабільності винопродукції.

Розроблено методику виділення комплексу біополімерів виноматеріалів і вин, відповідального за формування неворотних колоїдних помутнень, яка ґрунтується на використанні карбоксильних катіонітів. Вивчено вплив особливостей сорту винограду і технологічних режимів його переробки на склад комплексу біополімерів. Встановлено, що технологічні прийоми, які інтенсифікують окислювальні процеси сприяють зниженню масової концентрації білка і підвищенню частки поліфенолів у складі комплексу. Досліджено вплив технологічної обробки суслу і виноматеріалів на молекулярно-масові розподіли білків у винах. Показано, що внаслідок обробки видаляються низькомолекулярні фракції білків. Білки з молекулярною масою більшою ніж 55000 мінеральними матеріалами не зачіпаються і обумовлюють колоїдну нестабільність виноматеріалів. Розроблено модифікований метод визначення схильності оброблених виноматеріалів до неворотних колоїдних помутнень. Проведено виробничу апробацію методу на виноробних підприємствах України.

Ключові слова: метод випробування, карбоксильні катіоніти, білки, поліфеноли, полісахариди, комплекс біополімерів, виноматеріали, мутність, тестування.

Аннотация

Моренко О.В. Разработка модифицированного метода испытания вин на их склонность к необратимым коллоидным помутнениям.

Диссертация (рукопись) на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.18.07 "Технология продуктов брожения".

Институт винограда и вина "Магарач". - Ялта, 1997 г.

Защитается 7 научных работ, которые содержат теоретические исследования в решении проблемы коллоидной стабильности винопродукции.

Разработана методика выделения комплекса биополимеров виноматериалов и вин, ответственного за формирование необратимых коллоидных помутнений, основанная на использовании карбоксильных катионитов. Изучено влияние особенностей сорта винограда и технологических режимов его переработки на состав комплекса биополимеров. Установлено, что технологические приемы, интенсифицирующие окислительные процессы способствуют снижению массовой концентрации белка и повышению доли полифенолов в составе комплекса. Исследовано влияние технологической обработки суслу и виноматериалов на молекулярно-массовые распределения белков в винах. Показано, что в результате обработки удаляются низкомолекулярные фракции белков. Белки с молекулярной массой более 55000 минеральными материалами не затрагиваются и обуславливают коллоидную нестабильность виноматериалов. Разработан модифицированный метод определения склонности обработанных виноматериалов к необратимым коллоидным помутнениям. Проведена производственная апробация метода на винодельческих предприятиях Украины.

Ключевые слова: метод испытания, карбоксильные катиониты, белки, полифенолы, полисахариды, комплекс биополимеров, виноматериалы, мутность, тест.

U 31314

Morenko O.B. Development of a modified method for testing wine susceptibility to irreversible colloidal clouding.

Thesis (a manuscript) presented for Candidate of Technical Sciences degree. Speciality 05.18.07 - Technology of fermentation products.

Institute for Vine and Wine "Magarach", Yalta, 1997.

Seven research works concerned with the problem of providing bottling stability of wine products have been defended.

A technique has been developed which allows the isolation of the biopolymer complex responsible for irreversible colloidal clouding of wines and wine materials. Effects of varietal characteristics and grape processing methods on the composition of the complex were studied. Production techniques which stimulate oxidation processes were shown to provide a decrease in the bulk protein concentrations and an increase in the proportion of complex polyphenols. Effects of the technological treatment of musts and wine materials on the molecular and bulk distribution of wine protein were studied. The treatment was shown to result in the removal of the low molecular protein fractions. Proteins with molecular weight of 55000 are not removed by mineral sorbents and can provide colloidal troubles in wine materials. A modified method for testing the susceptibility of the treated wine materials to irreversible colloidal turbidity has been developed which was approved in the wineries of Ukraine.

Key words: a method for testing, ion-exchange resins, proteins, polyphenols, polysaccharides, biopolymer complex, wine materials, turbidity, test.

Перелік прийнятих скорочень та значень

- РАН - Російська академія наук
- ПААГ - поліакриламідний гель
- ТХО - трихлороцтова кислота
- ф.о. - формаєинні одиниці
- БСА - бичачий сиворотковий альбумін
- ЯА - яечний альбумін
- ЗШЕ - завод шампанських вин

Підписано до друку 17.10.97 р. Формат паперу 60 x 84 1/16
Об'єм 1 друк. л. Замовлення N 124' Тираж 100 прим.

Друкарська група ІВІВ "Магарач", Крим, м.Ялта, вул. Кірова, 31