

## Сушка и созревание дубовой клепки

Александр Луканин<sup>1</sup>, Сергей Зразва<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Лаборатория мониторинга сырьевых ресурсов для виноделия Института агроэкологии и природопользования Национальной академии аграрных наук Украины (НААН), доктор технических наук, профессор, академик НААН  
03143, г. Киев, ул. Метрологическая, 12,  
alexslukanin@mail.ru

<sup>2</sup> Национальный университет биоресурсов и природопользования Украины, кандидат сельскохозяйственных наук, доцент  
03041, Украина, г. Киев, ул. Героев Оборонь, 15;  
zrazhva@inbox.ru

### ВСТУПЛЕНИЕ

Лидеры мирового бондарного производства большое внимание уделяют природному запасу ароматических компонентов древесины дуба и способу подготовки дубовой клепки для производства бочек. Согласно международной классификации древесины дуба для виноделия разделяют по концентрации фенольных веществ (в т.ч. танинов) и ароматических компонентов (виски-лактонов, ванилина, эвгенола и др.), формирующих аромат, букет и вкус будущих вин и их дистиллятов. Наряду с научно-обоснованным отбором дубового кряжа в лесу, важную роль играет процесс сушки-созревания клепки - подготовительный процесс перед последующим производством бочек - или закладки ее в крупные резервуары с винными дистиллятами [3, 4, 5, 6].

Совершенствование существующего в Украине и в странах СНГ способа предварительной подготовки клепки к производству бочек, а также разработка критериев оценки и контроля качества древесины дуба являются важными для организации конкурентоспособного бондарного производства и виноделия.

Технологическая подготовка клепки к производству винных и коньячных бочек на украинских предприятиях имеет ряд существенных недостатков, которые остаются неизменными с 1958 года. Метод естественной сушки дубовой клепки "под навесом", который активно используют на большинстве бондарных, винодельческих и коньячных заводов и сегодня, является ошибочным и неэффективным.

Некоторые отечественные производители дубовой клепки и бочек для выдержки вин и их дистиллятов, исходя из экономических причин, проводят двойственную политику в рекламе и производстве готовой продукции. Официально декларируют, что для производства бочек они используют клепку, высушенную в естественных условиях не менее 2-3 лет, а фактически изготавливают бочки из клепки, которую искусственно сушат в паровых

сушилках на протяжении 40-50 суток, что является признаком недобросовестной конкуренции.

В Украине и в странах бывшего СССР отсутствуют экспресс-методики определения качества древесины дуба для бочек. Качество древесины дуба бочки определяют по органолептическим и физико-химическим показателям вин и их дистиллятов после использования бочки (клепки) на протяжении 1,5-3 лет [8]. На винно-коньячных заводах также отсутствуют аналитические данные относительно классификации, качественных показателей древесины дуба и бочки [9].

Дефицит информации и знаний о заготовке клепочного кряжа, изготовления и подготовки дубовой клепки для производства новых бочек и для закладки клепки в крупные резервуары с винным дистиллятом, делает невозможным производство конкурентоспособной бочки, и как следствие - вин, коньяков и бренди Украины.

Нами проведена сравнительная характеристика способов предварительной подготовки клепки - естественная сушка-созревание под навесом (контроль), и для сравнения - под открытым небом, а также сушка клепки ускоренным способом в паровой сушилке для последующего использования ее в производстве бочек и при закладке в крупные резервуары с дистиллятами.

## **МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ**

Для изучения влияния разных способов сушки-созревания клепки на формирование ароматического комплекса древесины, дубовый кряж заготавливали в государственных лесных хозяйствах Западной и Правобережной лесостепи, Западного Полесья и Закарпатья Украины.

Клепку для созревания укладывали в открытые штабеля с последующей выдержкой от 3 до 8 лет. Сравнительные измерения концентрации основных физико-химических показателей древесины дуба проводились на клепке длиной 1000 мм в традиционных для бондарных предприятий штабелях, в которых заготовки в соседних слоях клепки сориентированы под углом 90°, а шпации в рядах клепки составляли 4-5 см. Основы штабелей были приподняты на железобетонные столбики на высоту 400 мм от поверхности почвы.

Для изучения влияния разных способов сушки-созревания клепки на накопление ароматических компонентов древесины дуба клепка была заготовлена и складирована в штабеля для созревания под навесом (контроль) и в открытых штабелях (опыт).

Высота штабелей от железобетонной основы составляла 1,5-2,3 м. Влажность древесины определяли кондуктометрическим электровлагомером в соответствии с требованиями ДСТУ4922:2008. Клепки для определения влажности и накопления микромицетов отбирались из верхней, нижней и средней частей штабелей. Мазки с поверхности древесины выполняли с соблюдением правил общей микробиологии. Одновременно для посева использовали измельченную древесину, отобранную на определенной глубине

дубовой клепки. Грибы, находящиеся в древесине, выделяли непосредственно из обсемененных тканей путем посева отобранных частей или срезов на питательные среды. Поверхность образцов древесины дуба дезинфицировали, погружая их в спирт-ректификат с последующим обжигом на пламени горелки. Полученный материал высевали на питательную среду в чашки Петри и термостатировали при оптимальных температурах для развития микромицетов.

Идентификация таксономической принадлежности выделенных микромицетов и показатели их ферментативной активности определяли традиционными методами [10, 11].

Закладку контрольных и исследуемых образцов клепки проводили в крупные резервуары с молодыми винными дистиллятами (коньячными спиртами) урожая 2004 г., полученными из винограда сорта Ркацители в промышленных условиях ВАТТ АПФ "Таврия" (г. Новая Каховка, Херсонская обл.).

#### **Метод исследований природного запаса компонентов древесины дуба**

Метод основан на максимальной экстракции компонентов дуба из исследуемого образца древесины в воду и спирт - с дальнейшим измерением в них концентрации фенольных и ароматических компонентов.

Для определения содержания фенольных веществ древесину дуба измельчали. После этого 10 г фракции с размером частиц 0,3-0,45 мм переносили в мерную колбу на 250 см<sup>3</sup>, заливали 75 см<sup>3</sup> воды при температуре 20 °С, оставляли на 4 часа при этой же температуре, после чего сливали и фильтровали. В древесину добавляли 75 см<sup>3</sup> воды при температуре 75 °С, оставляли на 5 часов при этой же температуре, после чего сливали и фильтровали. Потом в древесину снова добавляли 75 см<sup>3</sup> воды при температуре 20 °С, оставляли на 1 час при этой же температуре, после чего сливали и фильтровали. Экстракты смешивали и определяли концентрацию водорастворимых фенольных веществ.

К древесине после водной экстракции заливали 50 см<sup>3</sup> спирта 60 % об. и оставляли на 24 часа при температуре 65 °С, после чего сливали и фильтровали. В экстракте измеряли концентрацию спирторастворимых фенольных веществ и ароматических компонентов. Концентрацию фенольных веществ в древесине исследовали в водных и спиртовых экстрактах - с помощью спектрофотометра СФ-46 в соответствии с ДСТУ 4112.41:2003.

Определение концентрации ароматических компонентов в древесине дуба проводили следующим образом: 1 г исследуемой древесины дуба измельченной с внутренним стандартом (амиловый спирт, 10 мг/кг) экстрагировали 10 см<sup>3</sup> диэтилового эфира в течение 2 ч. Эфирный экстракт испаряли до объема 0,05 см<sup>3</sup> и проводили хроматографические анализы на капиллярных колонках SE-30 и FFAP (30 м).

Концентрации ароматических компонентов дуба в винных дистиллятах (коньячных спиртах) определяли хроматографическим методом путем прямого

ввода пробы. Анализ проводили на газовом хроматографе "Кристалл-2000-М" с пламенно-ионизационным детектором, капиллярная колонка ВИТОКАП-АЛ-0.3 СТ, фаза - VITOWAX-F, длина 50 м, внутренний диаметр 0,32 мм.

Силу аромата главных ароматических компонентов экстрактов древесины дуба в водных и винных дистиллятах определяли методом одориметрии [5,6].

Органолептическую оценку экстрактов древесины в водных и в винных дистиллятах с древесиной дуба проводили по 100 бальной шкале.

### **Часть 1. Количественный и качественный состав микрофлоры древесины дуба при сушке-созревании клепки**

Об участии микроорганизмов в биохимических процессах, происходящих в древесине в период естественной сушки, свидетельствуют работы французских и российских ученых [3,4,5,6]. Действие ферментных систем, которые продуцируют клетки микроорганизмов, находящиеся в древесине дуба, и развивающиеся в естественной для них среде, приводит к преобразованию и накоплению веществ, формирующих качественные показатели вин, коньяков и бренди. Монти акцентировал внимание на бактериальных популяциях, способных увеличивать водопроницаемость древесины благодаря растворению внутренней поверхности древесины клепки и ее деструктуризации [4]. Направленная регуляция микробиологических и биохимических процессов, происходящих при выдержке древесины, приводит к увеличению доступности веществ лигнино-танинного комплекса древесины при их выдержке.

Большинство исследований относительно влияния микромицетов на формирование химических компонентов древесины дуба, проводимых в Украине, связаны с биodeградацией. Исследования физико-химических и биохимических процессов, происходящих в период естественной сушки-созревания дубовой клепки в штабелях в Украине не проводились.

Большая часть микрофлоры древесины дуба на протяжении 12-24 месяцев от момента укладки в открытые штабеля развивается в поверхностных слоях древесины, потребляя ее различные составляющие на глубине до 10 мм от поверхности клепки [1]. Это подтверждается исследованиями Виваса, Оганесянца. Ими установлено, что развитие грибов в тканях древесины французского и российского дубов в открытых штабелях длится на протяжении всего срока сушки (24-36 мес.) [3, 4, 5, 6].

Большое видовое и штаммовое разнообразие микромицетов позволяет им широко распространяться в самых разнообразных условиях существования. Поверхность свежей клепки быстро покрывается спорами грибов с растительных остатков на окружающей территории, из которых только небольшой процент прорастает и образует мицелий. В среднем только 5-7 % спор, встречающиеся на поверхности древесины дуба, дают хорошо развитый мицелий, при этом микрофлора на клепке обнаруживается разнообразной.

В начале исследований образцы древесины со свежезаготовленных лесоматериалов были стерильными. Это объясняется тем, что в живой ядровой

части древесины дуба в большом количестве имеются фенольные соединения, способные угнетать рост микроорганизмов. Уже через неделю после укладки клепки в штабеля было отмечено наличие микромицетов в верхних пластах дубовой клепки на глубине 0-3 мм.

Через несколько дней после распиливания при среднесуточной температуре  $\geq 5^{\circ}\text{C}$  на поверхности клепки развивается мицелий грибов-пионеров, за несколько месяцев он проникает на глубину 1-3 мм, а за 1-1,5 года - на глубину 9 мм и более.

Выдержка древесины дубовой клепки в естественных условиях под открытым небом приводит к появлению в древесине, отобранной из разных регионов Украины, грибов из класса дейтеромицетов родов *Penicillium* и *Alternaria*, которые довольно часто встречаются прежде всего в древесине, на растительных остатках и в грунте.

Из рода *Alternaria* нами идентифицирован только один вид *Alternaria alternata*. Рядом с ним во многих исследуемых образцах замечали присутствие гриба *Aspergillus flavus*.

Реже, при выдержке древесины в штабелях, в образцах отобранных из разных регионов Украины встречался гриб из класса зигомицетов рода *Mucor*.

В процессе естественной сушки древесины дуба была выявлена следующая последовательность появления микрофлоры: первыми появились грибы *Alternaria* и *Penicillium*, затем - *Aspergillus* и *Trichoderma*, позже - *Mucor*, *Aureobasidium*. Реже в некоторых образцах клепки отмечали лигнино- и целлюлозоразрушающие грибы *Coniophora*, *Serpula*, *Chaetomium*. Развитие мицелия всех грибов после подсыхания клепки до влажности менее 25 % прекращалось. При дальнейшей выдержке клепки в штабелях и периодическом увлажнении древесины осадками грибы-пионеры в течение первых 2-3-х лет выдержки в штабелях вытесняли мицелий дереворазрушающих грибов.

В опытах по созреванию клепки в открытых штабелях видовой состав грибов существенным образом изменялся с течением времени, соответственно изменениям химических характеристик древесины (табл. 1).

Количество выявленных колоний микроорганизмов заметно снижалось от внешней поверхности клепки вглубь древесины. Такую картину наблюдали в Закарпатской и Винницкой областях в штабелях клепки из дуба скального, и в Одесской, Житомирской, Киевской и Черкасской областях в штабелях клепки из дуба черешчатого.

Таблица 1. Изменение видового состава микромицетов в процессе выдержки древесины дуба в течение 12-36 месяцев под открытым небом

Происхождение древесины	Глубина отбора образца, мм	Период сушки клепки, мес.		
		12	24	36
1	2	3	4	5
Одесская обл. (клепка дуба скального)	0-3	<i>Alternaria alternata</i>	<i>Alternaria alternata</i> , <i>Penicillium notatum</i>	<i>Alternaria alternata</i> , <i>Penicillium notatum</i>
	4-6	<i>Alternaria alternata</i>	<i>Alternaria alternata</i> <i>Penicillium notatum</i>	<i>Alternaria alternata</i> , <i>Penicillium notatum</i> , <i>Aureobasidium pullans</i>
	7-9	Отсутствуют	<i>Alternaria alternata</i>	<i>Alternaria alternata</i> , <i>Penicillium notatum</i>
Закарпатская обл. (клепка дуба скального)	0-3	<i>Penicillium variabile</i>	<i>Penicillium variabile</i> , <i>Aspergillus nidulans</i>	<i>Penicillium variabile</i> , <i>Aspergillus nidulans</i>
	4-6	<i>Penicillium variabile</i>	<i>Alternaria alternata</i> , <i>Aspergillus nidulans</i> , <i>Trichoderma viride</i> , <i>Cladosporium</i>	<i>Alternaria alternata</i> , <i>Aspergillus nidulans</i> , <i>Trichoderma viride</i>
	7-9	Отсутствуют	<i>Alternaria alternata</i> , <i>Aspergillus nidulans</i> , <i>Chaetomium dolichotrichum</i>	<i>Alternaria alternata</i> , <i>Aspergillus nidulans</i> , <i>Trichoderma harzianum</i> , <i>Aureobasidium pullulans</i>
Винницкая обл. (клепка дуба скального)	0-3	Отсутствуют	<i>Alternaria alternata</i> , <i>Trichoderma viride</i>	<i>Alternaria alternata</i> , <i>Trichoderma viride</i>
	4-6	<i>Trichoderma koningii</i>	<i>Trichoderma koningii</i> , <i>Chaetomium dolichotrichum</i>	<i>Aspergillus nidulans</i> , <i>Chaetomium dolichotrichum</i>
	7-9	Отсутствуют	Отсутствуют	Отсутствуют
Одесская обл. (клепка дуба черешчатого)	0-3	Отсутствуют	<i>Alternaria alternata</i> <i>Penicillium variabile</i>	<i>Alternaria alternata</i> , <i>Aspergillus nidulans</i>
	4-6	Отсутствуют	<i>Penicillium variabile</i>	<i>Penicillium variabile</i>

			<i>Mucor spp.</i> , <i>Chaetomium dolichotrichum</i>	<i>Mucor spp.</i>
	7-9	-	Отсутствуют	-
Киевская обл. (клепка дуба черешчатого)	0-3	<i>Alternaria alternata</i> , <i>Penicillium variabile</i>	<i>Alternaria alternata</i> , <i>Aspergillus nidulans</i> , <i>Chaetomium globosum</i>	-
	4-6	<i>Alternaria alternata</i>	<i>Alternaria alternata</i> , <i>Aspergillus nidulans</i>	-
	7-9	<i>Alternaria alternata</i>	<i>Alternaria alternata</i> <i>Aspergillus nidulans</i>	-
Житомирская обл.	0-3	<i>Alternaria alternata</i> , <i>Chaetomium globosum</i> ,	<i>Alternaria alternata</i> , <i>Aspergillus nidulans</i> , <i>Coniophora spp.</i> ,	<i>Alternaria alternata</i>
(клепка дуба черешчатого)		<i>Aspergillus</i>	<i>Serpula spp.</i> ,	
	4-6	<i>Alternaria alternata</i> ,	<i>Aspergillus nidulans</i>	<i>Aspergillus nidulans</i>
	7-9	-	-	Отсутствуют
Черкасская обл. (клепка дуба черешчатого)	0-3	<i>Penicillium variabile</i> , <i>Chaetomium globosum</i>	-	-
	4-6	<i>Penicillium variabile</i> , <i>Mucor spp.</i> , <i>Chaetomium globosum</i>	-	-
	7-9	Отсутствуют	-	-

Примечание: "-" - исследований не проводили.

При сушке древесины более 12 месяцев частота выявления грибов на глубине 4-6 мм от поверхности клепки возрастала. В некоторых образцах микроорганизмы встречались и на глубине свыше 6 мм от поверхности древесины. Довольно разнообразную ассоциацию по родовому составу грибов наблюдали в образце двухлетнего срока сушки-созревания клепки дуба скального из Закарпатской области. Это единственный из исследуемых нами образцов, в древесине которого встречаются четыре рода микромицетов, среди которых *Alternaria*, *Aspergillus*, *Trichoderma* и *Aureobasidium*. Колонизация

древесины дуба скального грибом *Aureobasidium* во время естественной сушки наблюдалась в Закарпатской и Одесской областях.

В результате функциональной деятельности микроорганизмов в древесине дуба при сушке-созревании из предшественников ароматических компонентов дуба происходит образование важных для виноделия веществ, которые впоследствии экстрагируются из древесины клепки при выдержке вин и их дистиллятов в бочке. Так, изомеры  $\beta$ -метил- $\gamma$ -окталактона образуются из предшественника - 3-метил-4(3,4-диокси-5 метаксibenзо- октановой кислоты (Отсука, 1980).

Известно, что живые клетки содержат ферменты, от каталитической активности которых зависит функционирование клеток. Практически любая из множества разнообразных реакций, протекающих в клетке, требует участия специфического фермента.

Ферменты и их активность являются одним из важных механизмов биохимической адаптации грибов к субстрату. Диагностировать такие процессы можно только путем тестирования чистой культуры грибов с помощью энзиматических реакций.

В результате микологических исследований древесины дуба и почвы из разных экотопов Украины нами были отобраны доминирующие микроскопические грибы из родов: *Alternaria*, *Penicillium*, *Trichoderma*, *Chaetomium* и *Aspergillus*, у представителей которых исследовали показатели ферментативной активности. Изучали энзиматический спектр 10 видов микромицетов, выделенных из образцов древесины дуба и почвы на участках, приближенных к штабелям клепки.

Среди исследуемых видов микромицетов интенсивную реакцию на амилазу отмечали у *Penicillium notatum*, менее четкую реакцию у *Penicillium variabile*, *Aspergillus ustus*, *Aspergillus nidulans*, *Trichoderma viride* и *Alternaria alternata*. Слабую следовую по интенсивности реакцию обнаружили только у вида *Chaetomium*. Относительно фермента ксиланазы суперинтенсивную реакцию отмечали у *Aspergillus nidulans*, *Aspergillus ustus*, *Penicillium notatum*, менее интенсивную, однако четкую реакцию проявляли *Alternaria alternata*, *Penicillium variabile*, *Trichoderma viride*, *Trichoderma koningi*, *Trichoderma harzianum*, *Chaetomium globosum* и *Chaetomium dolichotrichum*.

Интенсивность реакции изолятов, выделенных из образцов древесины дуба и почвы относительно лигнин-целлюлозоразрушающих ферментов была довольно разнообразной. Так, у 50 % штаммов микромицетов отмечали отсутствие указанных ферментов, а другие - проявляли слабые следовые реакции, при которых колонии грибов окрашивались в бледно-желтый цвет. Это прежде всего указывает на наличие лигнин-целлюлозоразрушающих ферментов (табл. 2).



Таблица 2. Показатели ферментативной активности микромицетов, выделенных из древесины дуба и грунта из исследованных лесов

№	Вид	Показатели активности реакции относительно ферментов						
		амилаза	Ксиланаз	целлюлаза	лакказа	пероксидаза	фенолоксидаза	лигнин-целлюлозные
1	2	3	4	5	6	7	8	9
1	<i>Alternaria alternata</i>	++	++	++	-	-	++++	+
2	<i>Aspergillus nidulans</i>	++	++++	++	-	-	-	+
3	<i>Aureobasidium pullulans</i>	+	++	++	-	-	++++	+
4	<i>Penicillium notatum</i>	+++	++++	++	±	±	-	-
5	<i>Penicillium variabile</i>	++	++	++	±	±	-	-
6	<i>Trichoderma viride</i>	++	++	++	-	-	-	-
7	<i>Trichoderma koningi</i>	++	++	++	-	-	-	-
8	<i>Trichoderma harzianum</i>	++	++	++	-	-	-	-
9	<i>Chaetomium globosum</i>	+	++	++	-	-	++++	-
10	<i>Chaetomium dolichotrichum</i>	+	++	++	-	-	++++	-

Примечание. «-» - реакция отсутствует, «±» - очень слабая, «+» - слабая, «+++» - четкая, «++++» - интенсивная, «+++++» - суперинтенсивная

Только виды *Chaetomium globosum*, *Chaetomium dolichotrichum* и *Aureobasidium pullulans* проявляли суперинтенсивную активность фенолоксидаз. На чашках со средой Чапека вблизи колоний этих грибов наблюдали появление коричневой окраски, свидетельствующей о наличии комплекса ферментов фенолоксидаз. Следует отметить, что в большинстве исследуемых грибов активность данного фермента отсутствовала.

Среди исследуемых видов грибов только у двух из них *Penicillium notatum* и *Penicillium variabile* наблюдали довольно слабые показатели пероксидазной и лакказной активности.

У всех исследованных штаммов микромицетов наблюдали четко выраженную целлюлозолитическую активность.

Исследования показателей энзиматической активности микроскопических грибов показали, что им присущ определенный спектр гидролитических и окислительных ферментов. Исходя из полученных результатов наиболее активными с точки зрения выделения ферментов оказались *Alternaria alternata*, *Aureobasidium pullulans*, *Penicillium notatum* и *Penicillium variabile*.

Преобладающая часть исследуемых штаммов активнее синтезировала ферменты для преобразования полисахаридов (целлюлозы, гемицеллюлоз и др.), чем для деструкции фенольных соединений.

Таким образом, в процессе естественной сушки-созревания дубовой клепки в открытых штабелях происходило подсушивание древесины до воздушно-сухого состояния (14-20 %). Только после интенсивных дождей продолжительностью 3-5 суток влажность поверхности клепки на 3-11 суток поднималась выше 25 %, что давало возможность плесневым грибам-пионерам начать развитие мицелия. После этого влажность древесины возвращалась к воздушно-сухому состоянию и развитие микромицетов прекращалось.

В результате комплексного действия биологических и атмосферных факторов (мороз, снег, дождь, жара, действие солнечных лучей) в течение 3-5 лет в клепке происходят биохимические (ферментативные) преобразования лигнино-целлюлозного комплекса с накоплением ароматических компонентов (рис.1):

- окисление фенольных веществ (наблюдается исчезновение привкуса "зеленого дуба" и образование мягкого вкуса в выдержанных с такой древесиной винных дистиллятах);

- гидролиз гемицеллюлоз (образование ксилозы, арабинозы, глюкозы, маннозы, галактозы, рамнозы, фруктозы, глюкуроновой и галактуроновой кислот) приводит к повышению содержания сахаров;

- в результате биохимических процессов из предшественников образуются ароматические вещества: душистые лактоны (виски-лактоны) - изомеры  $\beta$ -метил- $\gamma$ -окталактоны, эвгенол, ванилин, фурфурол, сиреневый альдегид и др. (рис. 2-4).

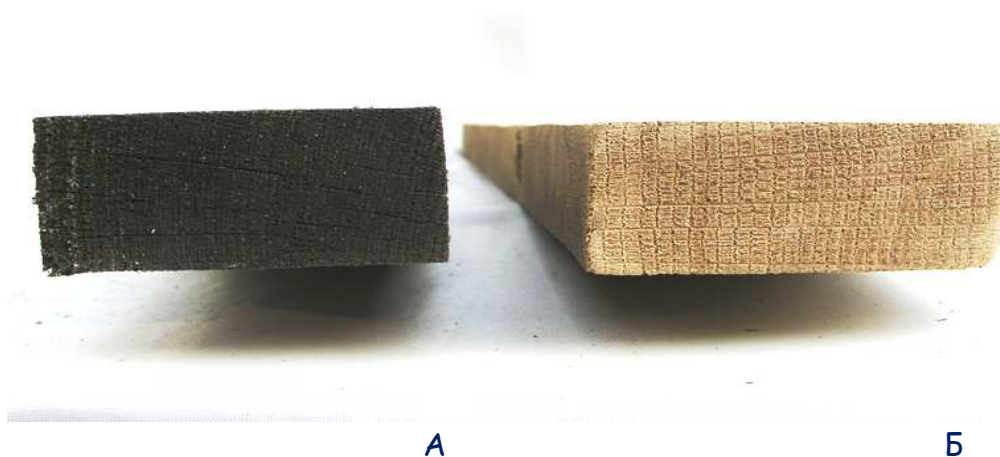


Рис. 1. Клепка для производства бочек: А - после трех лет сушки-созревания; Б - свежераспиленная клепка.

## Трансформация ароматических компонентов древесины дуба клепки в процессе естественной сушки-созревания

Влияние микромицетов в процессе естественной сушки-созревания дубовой клепки на процесс накопления ароматических компонентов исследовали за период с 2004 по 2012 гг. на образцах клепки дуба черешчатого возрастом более 120 лет. Дубовый край заготавливали в Западной лесостепи и Прикарпатье. Образцы микроорганизмов отбирали на глубине до 5 мм от поверхности клепки.

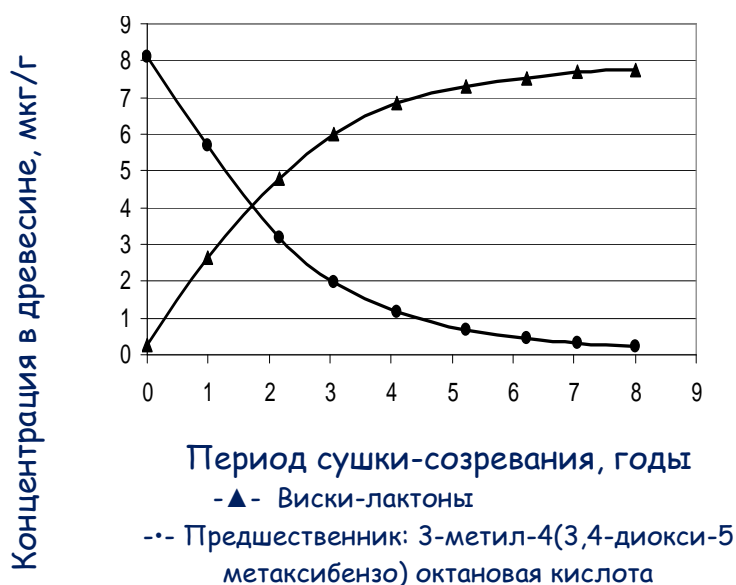


Рис.2.1. Динамика процесса трансформации виски-лактонов в период естественной сушки-созревания дубовой клепки

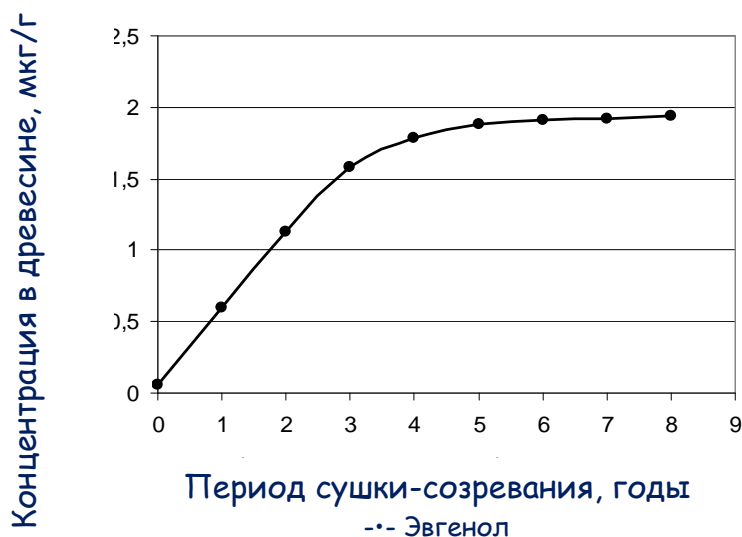


Рис. 2.2. Динамика процесса трансформации эвгенола в период естественной сушки-созревания дубовой клепки

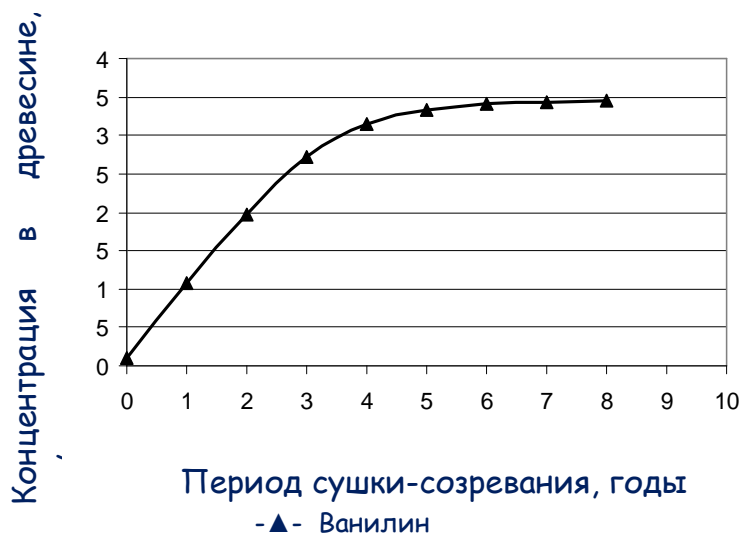


Рис. 3.1. Динамика процесса трансформации ванилина в период естественной сушки-созревания дубовой клепки

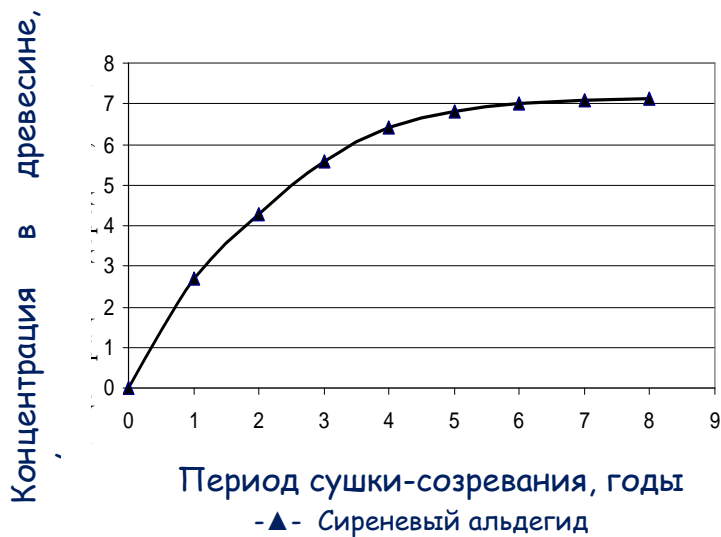


Рис. 3.2. Динамика процесса трансформации сиреневого альдегида в период естественной сушки-созревания дубовой клепки

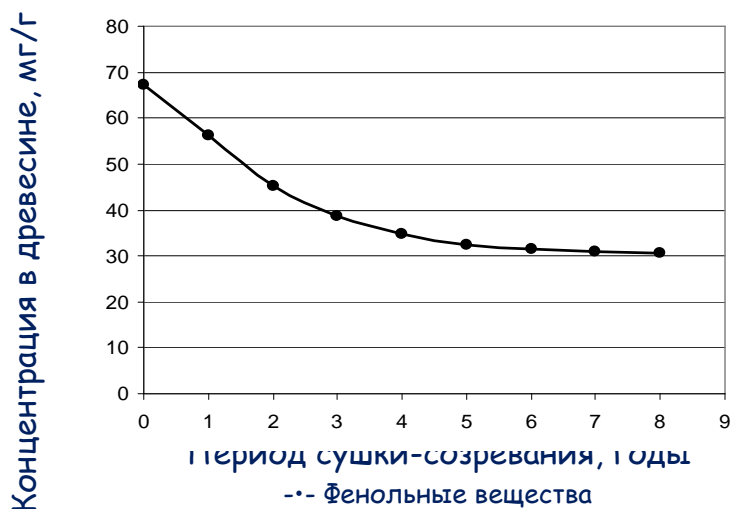


Рис. 4. Снижение концентрации фенольных веществ в период естественной сушки-созревания дубовой клепки

В процессе естественной сушки-созревания клепки в древесине происходит накопление благородных ароматических компонентов, влияющих на формирование органолептических показателей вин и их дистиллятов.

Таким образом, концентрация виски-лактонов (изомеров  $\beta$ -метил- $\gamma$ -окталактона) в сырой древесине составляла 0,26 мкг/г, эвгенола - 0,056 мкг/г, ванилина - 0,1 мкг/г, сиреневого альдегида - 0,05 мкг/г, фенольных веществ - 67,2 мг/г.

После трех лет естественной сушки дубовой клепки в древесине концентрация виски-лактонов составила 6,0 мкг/г, или 77,32% от природного запаса, эвгенола - 1,579 мкг/г (81,39%), ванилина - 2,73 мкг/г (79,13%), сиреневого альдегида - 6,15 мкг/г (86,38%), массовая концентрация фенольных веществ уменьшилась с 67,2 мг/г до 38,7 мг/г, или на 19,15%.

Продолжение процесса естественной сушки-созревания клепки в последующие годы, в сравнении с первыми 3-мя, менее заметно влияет на повышение концентрации ароматических компонентов и снижение концентрации фенольных веществ.

Измерив концентрацию природного запаса предшественников ароматических компонентов в дубовой клепке, и сравнив их с фактической концентрацией ароматических компонентов в древесине, можно определить срок и способ сушки-созревания дубовой клепки для виноделия.

Период оптимальной естественной сушки-созревания дубовой клепки для виноделия должен составлять не менее трех лет. Целесообразно проводить сушку в штабелях под открытым небом.

## **ВЫВОДЫ ПО ЧАСТИ 1**

1. Через несколько дней после изготовления (при среднесуточной температуре  $\geq 5^{\circ}\text{C}$ ) на поверхности дубовой клепки развивается мицелий грибов-пионеров, который за несколько месяцев проникает на глубину 1-3 мм, а за 1-1,5 года - более чем на 9 мм.

2. Рациональная организация процесса сушки-созревания клепки способствует развитию в древесине ассоциаций грибов-пионеров, обеспечивающих частичный гидролиз остатков запасящей паренхимы и клеточных стенок древесины, но не позволяет развиваться в древесине последующим волнам ассоциаций дерево-разрушающих грибов. Это обеспечивается хорошей естественной вентиляцией внутренней части штабелей клепки, частым снижением влажности древесины в середине клепки ниже 25 %, устранением источников инфекции нежелательных видов дереворазрушающих грибов со складов и приближенных к ним территорий.

3. С целью уменьшения вероятности поражения древесины штабелей гнилью их необходимо размещать на территории предприятия подальше от лесопильного цеха. При возможности, целесообразно складировать их на другой площадке, хотя бы в нескольких километрах от возможного источника инфекции грибов-деструкторов, поскольку в лесопильных цехах могут

перерабатываться не только здоровые бревна, но и фаутные.

4. Заготовки для клепки после выпиливания целесообразно укладывать в штабеля под открытым небом в хорошо проветриваемых местах на срок не менее 3-х лет.

5. В процессе естественной сушки-созревания клепки в течение трех лет под действием микромицетов в древесине наблюдается накопление и заметное увеличение концентрации компонентов, формирующих органолептические показатели будущих напитков.

6. Концентрация виски-лактонов увеличилась с 0,26 мкг/г до 6,0 мкг/г, или на 77,32% от естественного запаса; эвгенола - от 0,056 мкг/г до 1,579 мкг/г (81,39%); ванилина - от 0,1 мкг/г до 2,73 мкг/г (79,13%); сиреневого альдегида - от 0,05 мкг/г до 6,15 мкг/г (86,38%). Концентрация фенольных веществ уменьшилась - с 67,2 мг/г до 38,7 мг/г - или на 19,15%.

7. Сушка-созревание клепки в последующие годы в меньшей мере влияет на накопление ароматических компонентов и снижение концентрации фенольных веществ.

Таким образом, процесс подготовки дубовой клепки к производству бочек, или к закладке в крупные резервуары с винными дистиллятами (с целью развития микромицетов на поверхности древесины) рекомендовано проводить путем естественной сушки-созревания в открытых штабелях не менее трех лет.

## **Часть 2. Сравнительная характеристика способов сушки дубовой клепки Сушка-созревание клепки под навесом - и в открытых штабелях**

С целью сравнения двух способов сушки-созревания клепки под навесом и в открытых штабелях с повышенным ферментативным воздействием колоний микромицетов на трансформацию ароматических компонентов древесины были отобраны образцы клепки для выдержки с винным дистиллятом через 1 месяц и через 2 года после выпиливания клепки из кряжа дуба черешчатого и дуба скального возрастом более 100 лет из хозяйств Западноукраинского лесостепного округа. Древесину с поверхности клепки отбирали пластинами на глубине 0-3 мм, 4-6 мм, 7-9 мм методом фрезерования.

Измерения концентрации компонентов в древесине дуба исследуемых образцов клепки, влияющих на ароматические и вкусовые показатели вин и их дистиллятов свидетельствуют об эффективности способа сушки-созревания клепки под открытым небом.

1. После 2 лет сушки-созревания клепки из древесины дуба черешчатого и дуба скального разными способами, концентрация сиреневого альдегида в дистилляте с исследуемыми образцами возросла:

- для древесины дуба черешчатого из открытого штабеля - в 3 раза,
- для древесины дуба черешчатого из штабеля под навесом - в 2,5 раза,
- для древесины дуба скального из открытого штабеля - в 2,9 раза,
- для древесины дуба скального из штабеля под навесом - в 2,5 раза.

Наибольшую концентрацию сиреневого альдегида имеет древесина из внешних пластов клепки (рис. 3).

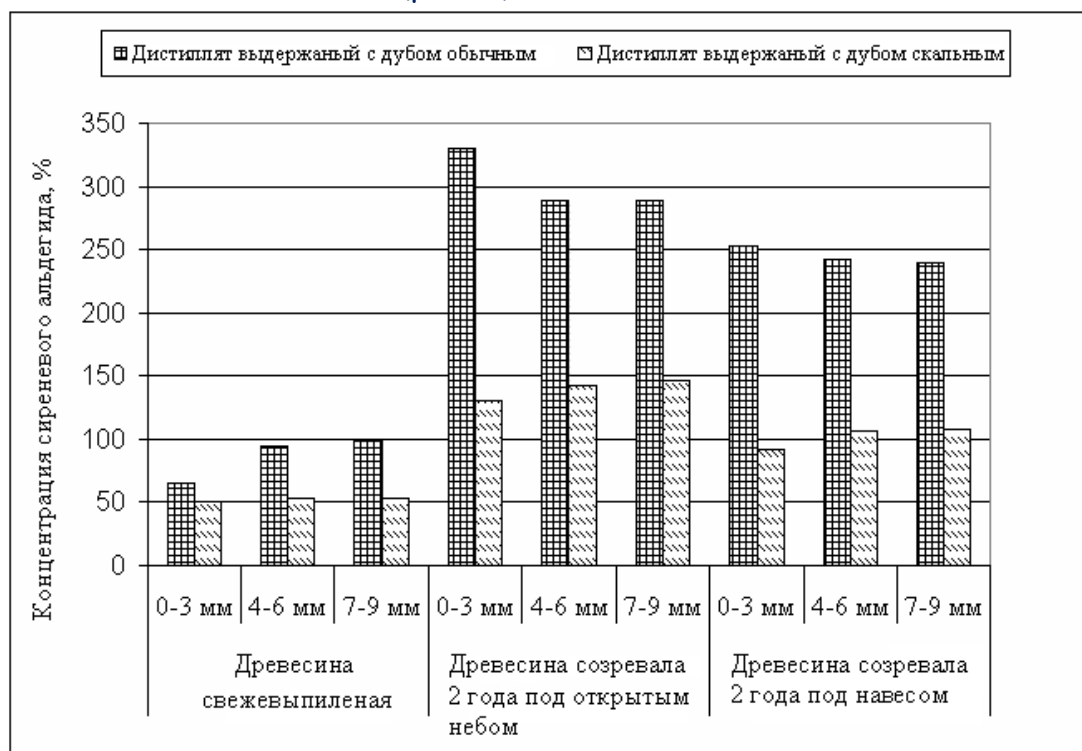


Рис. 3. Концентрация сиреневого альдегида в винном дистилляте, выдержанном 6 месяцев с дубовой клепкой разного срока и способа сушки

2. После 2 лет сушки-созpевания клепки из древесины дуба черешчатого и дуба скального разными способами, концентрация ванилина в винном дистилляте, выдержанном с этой клепкой возpосла:

- для древесины дуба черешчатого из открытого штабеля - в 7 раз,
- для древесины дуба черешчатого из штабеля под навесом - в 5 раз,
- для древесины дуба скального из открытого штабеля - в 3 раза,
- для древесины дуба скального из штабеля под навесом - в 2 раза.

Наибольшая концентрация ванилина выявлена в дистилляте, выдержанном с древесиной из внутренних пластов клепки открытых штабелей, и из внешних пластов клепки в накрытых штабелях.

3. После 2 лет сушки-созpевания клепки из древесины дуба черешчатого и дуба скального разными способами количество виски-лактонов в дистилляте, выдержанном с этой древесиной возpосло:

- для древесины дуба черешчатого из открытого штабеля - в 1,8 раза,
- для древесины дуба черешчатого из накрытого штабеля - в 1,3 раза,
- для древесины дуба скального из открытого штабеля - в 2,5 раза,
- для древесины дуба скального из накрытого штабеля - в 1,9 раза.

Наибольшая концентрация виски-лактонов была обнаружена в древесине из внутренних пластов клепки (рис. 4).

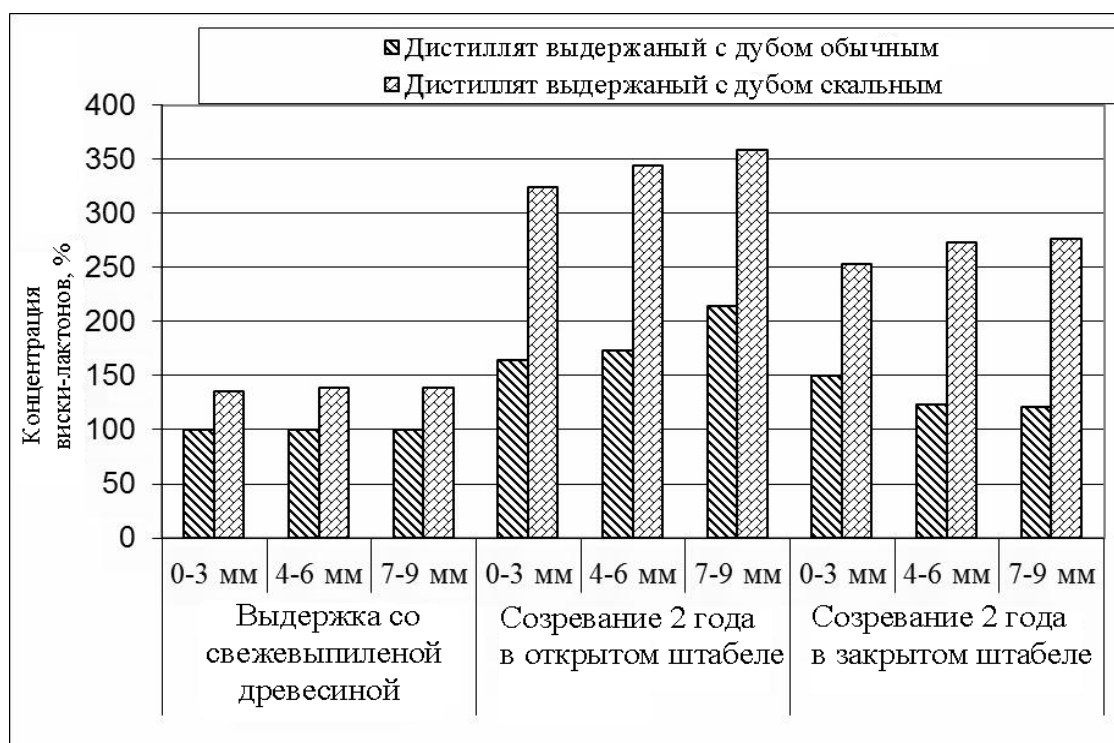


Рис. 4. Концентрация виски-лактонов в винном дистилляте, выдержанном с дубовой клепкой разного срока и способа сушки на протяжении 6 месяцев

4. Трансформация и повышение концентрации ароматических компонентов древесины дуба во время выдержки клепки в открытых штабелях происходят интенсивней в сравнении с древесиной, высушенной в штабелях, находящихся под навесом.

5. Концентрация сиреневого альдегида и ванилина в древесине дуба черешчатого была больше в сравнении с дубом скальным. Концентрация виски-лактонов в древесине дуба скального заметно выше в сравнении с дубом черешчатым.

#### Естественная и искусственная сушка дубовой клепки

С целью сравнения качественных показателей древесины дуба после естественной сушки клепки в открытых штабелях и искусственной сушки - в паровой сушилке конвективного типа, в режиме средней интенсивности исследования проводили на образцах клепки дуба черешчатого возрастом более 100 лет из хозяйств Западноукраинского лесостепного округа.

Срок естественной сушки-созревания клепки из одной и той же партии свежераспиленного дубового кряжа составлял 36 месяцев, искусственной сушки - 40 суток.



Таблица 3. Влияние способа сушки на накопление ароматических компонентов древесины дуба клепки

№ п/п	Наименование	Единицы измерения	Естественная сушка-созревание, 36 месяцев	Искусственная сушка, 40 суток
1	Фенольные вещества	мг/г	<b>38,7</b>	56,08
2	Сухой экстракт	мг/г	<b>21,6</b>	24,9
3	Виски-лактоны (cis + trans) β-метил-γ-окталактоны	мкг/г	<b>6,00</b>	1,46
4	Ванилин	мкг/г	<b>2,73</b>	0,59
5	Сиреневый альдегид	мкг/г	<b>6,15</b>	1,375
6	Эвгенол	мкг/г	<b>1,579</b>	0,58

Способ естественной сушки-созревания дубовой клепки способствует большему накоплению концентрации виски-лактонов - в 4,11 раз; ванилина - в 4,63 раза, сиреневого альдегида - в 4,47 раз, эвгенола - в 2,7 раза, по сравнению с искусственной сушкой. Концентрация фенольных веществ при естественной сушке снижается в 1,45 раза, сухого экстракта - в 1,16 раза, по сравнению с искусственной сушкой в паровой сушилке.

Существует два основных фактора, влияющих на состав древесины дуба - нерастворимость определенной части эллаготанинов в процессе созревания дерева до 90-100 лет на корне, а также распад лигнина, целлюлозы и гемицеллюлоз ферментными системами микромицетов в процессе естественной сушки клепки [2,3,4,5].

Наиболее заметная разница естественной сушки-созревания от искусственной наблюдается в изменении вкусовых показателей водных экстрактов древесины, связанном с биохимическими изменениями структуры древесины.

Установлено, что пороги восприятия (50%) вязкости и горечи экстракта дуба естественной сушки более заметны, чем пороги чувствительности экстракта дуба после искусственной сушки: соответственно - 45 и 52%. Это свидетельствует о том, что вследствие естественной сушки клепки водный экстракт дуба менее ощутимый во время дегустации, менее горький, и менее вязкий, чем при искусственной сушки, где преобладает привкус «зеленого дуба».

Большие значения одориметрических показателей, полученных обонятельным ощущением силы ароматов минимальной концентрации ванилина, пряностей (эвгенола) и кокосового ореха (виски-лактонов) в

исследуемых образцах подтвердили изменение химических показателей в древесине в пользу естественной сушки-созревания клепки под открытым небом, по сравнению с искусственной (таблица 3).

Способ искусственной сушки дубовой клепки в паровых камерах для последующего производства винных и коньячных бочек является ложным и неэффективным, поэтому не может быть рекомендован для виноделия, поскольку не способствует прохождению биохимических процессов трансформации, а следовательно и повышению концентрации ароматических компонентов дуба из их предшественников. Кроме того, дубовая клепка, прошедшая искусственную сушку в паровой камере на протяжении 40 суток привносит в вина и их дистилляты неприятный привкус "зеленого дуба".

По результатам исследований были разработаны и в установленном порядке утверждены методические "Рекомендации технологии сушки-созревания дубовой клепки для винных, коньячных и кальвадосных бочек» [6].

Непрофессиональные (ведомые и неведомые) действия заготовителей и производителей дубовой клепки: подмена классического, длительного во времени и затратного по денежным средствам естественного способа сушки-созревания на ускоренный способ - искусственной сушки, вводят в заблуждение потребителей винных бочек и дубовой клепки, что можно классифицировать как элемент недобросовестной конкуренции, фальсификации и мошенничества.

## **ВЫВОДЫ ПО ЧАСТИ 2**

1. Способ сушки-созревания клепки дуба черешчатого и дуба скального на протяжении 2-х лет способствует повышению концентрации ароматических компонентов в древесине: - для древесины дуба черешчатого из открытого штабеля - в 3 раза; - из штабеля под навесом - в 2,5 раза; - для дуба скального из открытого штабеля - в 2,9 раза, - из штабеля под навесом - в 2,5 раза.

2. Концентрация ванилина в древесине дуба черешчатого из клепки открытого штабеля больше в 7 раз; из закрытого штабеля - в 5 раз; из дуба скального открытого штабеля - в 3 раза; из закрытого штабеля - в 2 раза.

3. Концентрация виски-лактонов в коньячном спирте, выдержанном с клепкой дуба черешчатого из открытого штабеля - в 1,8 раза; из закрытого штабеля - в 1,3 раза; из дуба скального открытого штабеля - в 2,5 раза; из закрытого штабеля - в 1,9 раза.

4. Процессы трансформации и повышения концентрации ароматических компонентов древесины дуба во время выдержки клепки в открытых штабелях протекают быстрее в сравнении с древесиной дуба клепки, находящейся в штабелях под навесом.

5. Концентрация ароматических компонентов сиреневого альдегида и ванилина в древесине дуба черешчатого выше в сравнении с дубом скальным.

6. Концентрация виски-лактонов при сушке-созревании - выше у дуба скального, в сравнении с дубом черешчатым.

7. Естественная сушка-созревание дубовой клепки способствует увеличению концентрации, а это, в свою очередь, усиливает аромат ванилина, пряностей (эвгенол) и кокосового ореха (виски-лактонов) в древесине.

8. Пороги восприятия вязкости и горечи водного экстракта дуба из клепки природной сушки более заметны, нежели пороги восприятия экстракта дуба после искусственной сушки: соответственно - 45 и 52%. Это означает, что после естественной сушки клепки фенольные вещества в водном экстракте дуба менее ощутимые при дегустации, менее горькие, и менее вязкие, по сравнению с древесиной дуба, высушенной в сушильной камере за 40 суток.

9. Естественная сушка-созревание дубовой клепки на протяжении трех лет способствует повышению концентрации виски-лактонов в 4,11 раз больше, чем при искусственной сушке; ванилина - в 4,63 раз; сиреневого альдегида - в 4,47 раза; эвгенола - в 2,7 раз. Концентрация фенольных веществ в экстракте из клепки естественной сушки в 1,45 раза, а сухого экстракта - в 1,16 раз меньше, чем при искусственной сушке.

10. Способ ускоренной (искусственной) сушки клепки для последующего производства винных бочек, а также для ее закладки в крупные резервуары с винным дистиллятом является ложным и неэффективным, поэтому не может быть рекомендован к производству.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Луканін О.С., Тимчик О.В., Зражва С.Г. Мікробіологічна оцінка деревини дуба різних регіонів України // Агроєколог. журн. - 2008. - № 3. - С. 157 - 160
2. Оганесянц Л.А. Дуб и виноделие. - М.: Пищевая промышленность. 1998. - 256 с.
3. Сарисвили Н. Г., Оганесянц Л. А., Кардаш Н.К. Микрофлора древесины дуба, используемой в виноделии // Виноград и вино России. - 1996, № 5. - с. 31-32
4. Monties B. Composition chimique des bois de chene: composes phenoliques relations avec quelques proprietes physiques et chimiques susceptibles d'influencer la qualite des vins et des eaux-de-vie // Numero special da la Vigne et du vin. - 1995. - pp. 36-50.
5. Vivas V. Le sechage naturel du bois de chene destine a la fabrication de barriques. - Tonnellerie DEMPTOS, 1993. - p. 95.
6. Vivas N. Manuel de tonnellerie à l'usage des utilisateurs de futaille / Vivas N. / Vivas N. // Editions Féret. - Bordeaux. - 2002. - P. 207.
7. ГОСТ 247-58 Клепка для бочек под вино, коньячный спирт, соки и морсы. Технические условия. - М.: Изд-во стандартов. 1987. - 10 с.
8. Сборник технологических инструкций, правил и нормативных материалов по винодельческой промышленности/ Под ред. Валуйко Г.Г., - М.: Агропромиздат. 1985. - 512 с.
9. Технологические правила виноделия. В 2 тт./ Под ред. Г.Г. Валуйко и В.А.

- Загоруйко. Т.2: Игристые вина. Коньяки. Плодово-ягодные вина. - Симферополь: Таврида, 2006. - 288 с.
10. Определитель грибов Украины (в 6 томах) / Под ред. Д.К. Зерова. - Т. 1. - К.: Наукова думка, 1979. - 252 с.
  11. Билай В.И. Методы экспериментальной микологии / В.И. Билай. - К.: Наукова думка, 1982. - 548 с.
  12. Луканін О.С., Зражва С.Г., Агафонов М.Ф., Байлук С.І., Панахов Т.М. Рекомендації щодо технології висушування-дозрівання дубової клепки для винних, коньячних та кальвадосних бочок//К.: Інститут агроєкології і природокористування НААН, 2010. - 56 с.