УДК 663.6, 628.16.081.32, 628.16.162.1

PREDICTION OF THE STABILITY OF THE DISTILLERY DRINKS

S. Oliynyk, A. Kuts, O. Ostryk
National University of Food Technologies, Kyiv
V. Kovalchuk, R. Bey
State Scientific Institution "Ukrainian Research Institute for Alcohol and Biotechnology of Food Products"

Key words:
Distillery
Production
Tinctures
Stability
Sediment
Quality
Turbidity
Stability

Article history:
Received 06.03.2019
Received in revised form 27.03.2019
Accepted 04.04.2019

Corresponding author:
S. Oliynyk
E-mail:
lana_ol@ukr.net

ABSTRACT

The article demonstrates a topicality of identification of technological factors aimed at improving the stability of finished product, thereby improving its quality.

Samples of the tinctures have been studied: Sample № 1 using the extracts from the fruit of cranberry and dried elderberries, chokeberry, black currant, orange; Sample № 2 using the extracts of the fruit of cranberry and dried elderberries, chokeberry, black currant.

The studies engaged commonly adopted standardized and specific methods of analysis for alcoholic beverage production: organoleptic, physico-chemical, spectrophotometric, capillary-phoretic, photocolorimetric, sediment microscopy, prediction of stability by testing method under critical conditions, systematization.

The efficiency of prediction for tinctures blends prepared using extracts of cranberries, cranberries and dried elderberry, aronia, black currant, orange fruit has been determined. It also has been shown that the drinks are not resistant to protein, phenolic and pectin opacities that occur at low temperatures from minus 1°C to minus 12°C.

It has been confirmed that the tinctures prepared on the basis of extracts of fruit is a complex colloidal system, the balance of which under critical conditions during the establishment of stability is violated and leads to a change in transparency, color intensity and the color itself, deterioration of taste and aroma, the appearance of opalescence, which further leads to the formation of sediment.

The adequate measures for the identified factors can increase the shelf life of tinctures up to 3 times.

DOI: 10.24263/2225-2924-2019-25-2-20

ПРОГНОЗУВАННЯ СТІЙКОСТІ ЛІКЕРО-ГОРІЛЧАНИХ НАПОЇВ

С.І. Олійник, А.М. Куц, О.А. Острик
Національний університет харчових технологій
В.П. Ковальчук, Р.В. Бей
Державна наукова установа «Український науково-дослідний інститут спирту і біотехнології продовольчих продуктів»

У статті визначено технологічні фактори, спрямовані на підвищення стабільності готової продукції, що таким чином дає змогу підвищити її якість. Досліджено зразки настоянок: зразок № 1 — з використанням харчових екстрактів плодів брусниці і сухих ягід бузини, аронії, чорної смородини, плодів апельсину; зразок № 2 — з використанням харчових екстрактів плодів журавлини і сухих ягід бузини, аронії, чорної смородини.

У дослідженнях застосовували прийняті в лікеро-горілчаному виробництві стандартизовані та спеціальні методи аналізу: органолептичні, фізико-хімічні, спектрофотометричні, капілярнофоретичні, фотоколориметричні, мікроскопіювання осаду, прогнозування стійкості методом тестування за критичних умов, систематизації.

Визначено ефективність прогнозування для купажів настоянок, приготовлених з використанням харчових екстрактів плодів брусниці, журавлини і сухих ягід бузини, аронії, чорної смородини, плодів апельсину. Показано, що напої є нестійкими до білкових, фенольних і пектинових помутнінь, що виникають за знижених температур від –1°С до –12°С.

Підтверджено, що настоянки, приготовані на основі харчових екстрактів плодів, є складною колоїдною системою, рівновага якої за критичних умов під час встановлення стійкості порушується і призводить до зміни прозорості, інтенсивності забарвлення та кольору, погіршення смаку й аромату, появі опалесценції, що в подальшому призводить до утворення осаду.

Після виявляння факторів, що впливають на стабільність, і запровадження заходів для її забезпечення, строк придатності настоянок можна збільшити втричі.

Ключові слова: *лікеро-горілчане виробництво, настоянки, стійкість, осад, якість, помутніння, стабільність.*

Постановка проблеми. Зовнішній вигляд, особливо прозорість, є одним з основних складових товарного вигляду лікеро-горілчаної продукції, тому дуже важливим показником її якості є стабільність без появи різного роду помутніть та осадів.

У зв’язку з цим стають виправданими підвищені вимоги до якості сировини і дотримання технологічних режимів обробки напоїв з метою досягнення їхньої гарантованої стабільності [1—3]. Згідно з ДСТУ 4257 строк придатності напоїв лікеро-горілчаних, до складу яких входять напівфабрикати та інгредієнти з великим вмістом дубильних і барвних сполук, становить три місяці.

Під час технологічної переробки плодово-ягідної та рослинної сировини існує необхідність вирішення виробничих завдань з видалення надлишку таких високомолекулярних сполук, як білкові, пектинові, фенольні речовини, які створюють труднощі в забезпеченні оптимального виходу і властивостей морсів, соків, екстрактів, знижують стабільність (колоїдну стійкість) готових напоїв при тривалому зберіганні [4—8].

Порушення рівноваги колоїдної системи готових лікеро-горілчаних напоїв призводить спочатку до виникнення опалесценції, а потім — до випадання осаду [9—11].

До складу лікеро-горілчаних напоїв входять спирт етиловий ректифікований, вода підготовлена та цукровий сироп, приготовлений з цукру білого, в концентраціях, які повинні забезпечувати не менше вісімдесяти консервуючих одиниць, завдяки чому вони стають стабільними до мікробних помутнінь.

У лікеро-горілчаних напоях виникають помутніння фізико-хімічного характеру, їх класифікують як білкові, полісахаридні, фенольні, металеві тощо. Однак така класифікація є умовною, тому що найчастіше високомолекулярні сполуки зустрічаються у вигляді подвійних, потрійних та інших гетерогенних комплексів [4—6].

Під час взаємодії поліфенолів і сполук тривалентного заліза харчових екстрактів утворюються нерозчинні сполуки, що впливають на прозорість напоїв. Надлишок заліза викликає появу важкорозчинних танатів [9; 11].

У лікеро-горілчаних напоях на основі напівфабрикатів: соків спиртованих, морсів спиртованих, екстрактів спиртованих (брусничний, журавлинний, чорносмородиновий морси, вишневий і полуничний соки) з високим вмістом фенольних речовин під час зберігання утворюються осади на дні і стінках пляшки, спостерігається побуріння або знебарвлення готової продукції [2; 9; 11].

Проведений аналіз показав, що лікеро-горілчані напої на основі натуральної плодово-ягідної і пряно-ароматичної сировини схильні до різних видів помутніть та утворення осадів, довго не зберігаються, що знижує їх конкурентоспроможність на світовому ринку, тому актуальним і важливим є виявляння технологічних чинників, спрямованих на підвищення стабільності готової продукції.

Метою дослідження є визначення технологічних чинників, що впливають на стійкість лікеро-горілчаних напоїв.

Матеріли і методи дослідження. Зразок настоянки № 1 міцністю 20% та масовою концентрацією цукру 20 г/100 см^3. У купаж настоянки входять: спирт етиловий ректифікований сорту «Люкс», вода підготовлена, цукровий сироп, харчові екстракти плодів брусниці, сухих ягід (бузини, аронії, чорної смородини), плодів апельсину, кислота лимонна харчова, колер і натуральний харчовий барвник «Карамель».

У зразку настоянки № 1 спостерігали осад, на дні пляшки та в об’ємі рідини, темно-червоно-бурого кольору у вигляді частинок різної форми і розміру, який не зникав при перемішуванні, частково осідав на дно пляшки при перевертанні. Частина осаду була сформована у вигляді округлих пластівців з розмитими краями. Частина осаду — недостатньо сформована у вигляді дрібних частинок з рваними краями.

Зразок настоянки № 2 міцністю 40% та масовою концентрацію цукру 20 г/100 $см^3$. У купаж настоянки № 2 входять: спирт етиловий ректифікований сорту «Люкс», вода підготовлена, цукровий сироп, харчові екстракти плодів журавлини, сухих ягід (бузини, аронії, чорної смородини), кислота лимонна харчова, колер і натуральний харчовий барвник «Карамель».

У зразку настоянки № 2 (на дні пляшки і в об'ємі рідини) спостерігали осад світло-коричнево-бурого кольору у вигляді частинок різної форми і розміру, які не зникають при перемішуванні, частково осідають на дно пляшки при перевертанні. Частина осаду сформована у вигляді довгастих і округлих пластівців з розмитими краями. Частина осаду — недостатньо сформована у вигляді дрібних частинок з рваними краями.

Для приготування настоянок використовували спирт етиловий ректифікований «Люкс» і воду підготовлену демінералізовану. Приготовану сортівку направляли на фільтрацію за допомогою картриджних фільтрів, імпрегнованих сріблом. Цукровий сироп готували в сироповарильному апараті «холодним» способом із цукру білого та води підготовленої. У приготовлену водно-спиртову суміш вносили цукровий сироп, харчові екстракти, колер, розчин лимонної кислоти. Купаж настоянки доводили до міцності 20%об. підготовленою зворотноосмотичною водою. Купаж настоянки перемішували і направляли на фільтрування на пластинчастому фільтрі через фільтрувальний картон.

Харчові екстракти плодів брусниці та журавлини, сухих ягід (бузини, аронії, чорної смородини) обробляли холодом і фільтруванням за температури мінус 6°С.

Під час досліджень застосовували стандартизовані та спеціальні методи аналізу: органолептичні, фізико-хімічні, спектрофотометричні, капілярно-електрофоретичні. Визначення форми і розмірів осаду проводили мікроскопіюванням, катіонно-аніонний склад визначали капілярофоретичним методом на системі капілярного електрофорезу марки «Капель-105». Масову концентрацію заліза визначали фотометричним методом із застосуванням фотоелектроколориметра марки «КФК-3». Прогнозовану стійкість визначали методом тестування за критичних умов відповідно до ДСТУ 7397. Результати досліджень систематизували і на основі сучасного програмного забезпечення обробляли математичними і статистичними методами.

Викладення основних результатів дослідження. При приготуванні купажу лікеро-горілчаних виробів високомолекулярні компоненти рослинної сировини напівфабрикатів можуть стати причиною порушення рівноваги колоїдної системи і, як наслідок, сприяти виникненню опалесценції і випадання осаду. Прогнозування виникнення колоїдних та інших помутнінь проводили шляхом тестування стійкості напівфабрикатів і купажу напою (табл. 1).

Таблиця 1. **Прогнозування стійкості купажів зразків настоянок**

№ п/п	Назва показника	Вимоги ТР У 18.5084-96	Результати досліджень	
			Зразок № 1	Зразок № 2
1	2	3	4	5
1	Тест на схильність до білкових помутнінь	відповідає	не відповідає	не відповідає

Продовження табл. 1

1	2	3	4	5
2	Тест на схильність до фенольних помутнінь	відповідає	не відповідає	не відповідає
3	Тест на схильність до дії холоду	відповідає	не відповідає	не відповідає
4	Тест на схильність до нагрівання	відповідає	відповідає	відповідає
5	Тест на схильність до пектинових помутнінь	відповідає	не відповідає	не відповідає
6	Тест на схильність до дубильних помутнінь	відповідає	не відповідає	-

Аналіз результатів прогнозування купажів настоянок показав, що вони є нестійкими до білкових, фенольних і пектинових помутнінь, що виникають за знижених температур від мінус 1°С до мінус 12°С.

Для встановлення впливу технологічних факторів на зміну зовнішнього вигляду напоїв під час зберігання досліджено катіонно-аніонний склад осаду (рис. 1, 2 та табл. 2)

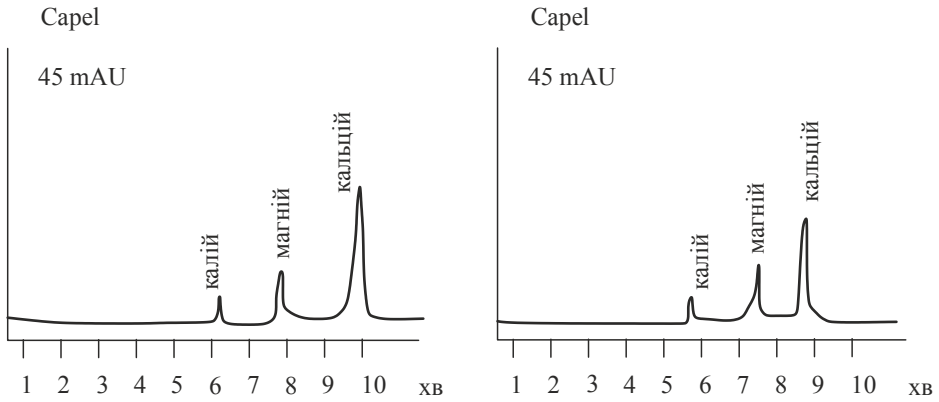

Рис. 1. Електрофореграми катіонного осаду зразків настоянок

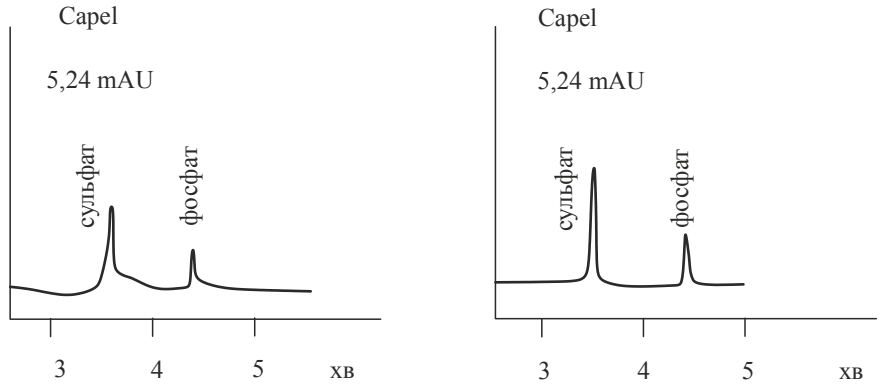

Рис. 2. Електрофореграми аніонного складу осаду зразків настоянок

У харчових екстрактах містяться вітаміни, мінеральні речовини, поліфенольні речовини, пектинові речовини, органічні кислоти, дубильні речовини,

таніни, полісахариди, пектинові речовини. Тому настоянки, приготовані на основі харчових екстрактів плодів та ягід, є складною колоїдною системою, рівновага якої за критичних умов під час встановлення стійкості порушується і призводить до зміни кольору, погіршення смаку й аромату, появі опалесценції і в подальшому до утворення осаду, що підтверджується даними катіонно-аніонного складу (табл. 2).

Таблиця 2. **Катіонно-аніонний склад осаду зразків настоянок** ($n = 3$; $P \geq 0{,}95$)

Масова концентрація, мг/дм^3	Результат випробувань		Відносна похибка методу, %
	зразок 1	зразок 2	
Калій	1,5	1,0	±20,0
Магній	2,5	3,2	±20,0
Кальцій	4,7	5,2	±20,0
Залізо	1,2	1,6	±25,0
Сульфат	16,0	21,0	±20,0
Фосфат	1,5	2,0	±20,0

З натуральними плодово-ягідними екстрактами у напій надходять водорозчинні полісахариди. Це призводить до того, що створюються несприятливі умови для освітлення напоїв і виникають передумови колоїдних помутнінь. Крім того, у настоянках, приготованих на плодово-ягідній основі, під дією металів пектин переходить у гелевидний стан і спричиняє помутніння з подальшим формуванням в осад.

Методи обробки напівфабрикатів і напоїв з метою їх освітлення і підвищення стабільності засновані на фізичному, фізико-хімічному та біохімічному впливі на колоїдну систему.

Можливими окремими факторами випадання осаду в зразках настоянок можуть бути:

1. Вода підготовлена після установки зворотного осмосу. Зміни продуктивності зворотноосмотичної установки, зниження селективності мембран, нестабільна температура води, підвищення концентрації катіонно-аніонного складу при незмінних витратах і ступеня очищення можуть призводити до раптового і короткочасного збільшення солевмісту у зворотноосмотичній воді.

2. Використання для додаткової фільтрації водно-спиртової суміші картриджних фільтрів імпрегнованих сріблом. Необхідним повинно бути контролювання масової концентрації срібла, що є додатковим каталізатором процесів, які відбуватимуться після змішування всіх інгредієнтів і напівфабрикатів купажу настоянки.

3. Цукровий сироп інвертований лимонною кислотою готують тільки гарячим способом, а для додаткового очищення цукрового сиропу використовують контрольне фільтрування за допомогою картриджних фільтрів.

Для приготування цукрового сиропу необхідно використовувати цукор білий тільки першої категорії з контролюванням наявності кальцієвих сполук і фосфатів, які сприяють зменшенню прозорості напою, а також появі і формуванню осадів, в тому числі пектатів кальцію.

5. Харчовий екстракт плодів апельсину, який містить ефірну олію, При цьому розчинність знижується зі зниженням концентрації спирту у водно-спиртовому розчині при збільшенні вмісту терпенових речовин.

У цедрі плодів апельсину міститься значна кількість пектинових речовин, які переходять у настої спиртові або харчові екстракти, знижують їх якість. Крім того, в процесі настоювання цедри у водно-спиртовий розчин переходять також барвні, дубильні речовини, лимонен, флавоноїд нарингин, які можуть несприятливо впливати на якість лікеро-горілчаних напоїв з утворенням помутнінь і осаду.

За підвищеного вмісту терпенів екстракт піддають детерпенізації: перед фільтрацією екстракт розбавляють водою підготовленою в співвідношенні 1:3 та залишають на 10—12 годин для відстоювання. Надалі освітлений розчин екстракту декантують і фільтрують. Для підвищення стабільності екстракту плодів апельсину використовують додаткову обробку з підбором оптимального дозування бентоніту.

6. Цукровий колер Е150d — карамельний барвник, який отримують за аміачно-сульфітною технологією. Основними компонентами цього виду цукрового колеру є різні види фруктози, глюкози, сахарози, допоміжними — сульфітні й амонійні сполуки. Готовий барвник являє собою складну суміш, що складається з ангідридів різних цукрів, похідних фурану, кислот жирного ряду, гумінових сполук та інших, які в купажах лікеро-горілчаних напоїв можуть утворювати помутніння й осади. Тому перед використанням цукрового колеру Е150d для купажування напою необхідно провести тестування на схильність до помутніння.

7. Під час купажування необхідно дотримуватися послідовності, яка визначається порядком внесення інгредієнтів купажу. Для приготування настоянок з використанням плодово-ягідних напівфабрикатів і екстрактів необхідно в купажний збірник послідовно додавати: спиртовані соки, морси, настої спиртові і екстракти; частину води підготовленої (1/3); спирт етиловий ректифікований; воду підготовлену (1/3); цукровий сироп; водний розчин лимонної кислоти; розчин барвника в кількості 80% від його витрати за рецептурою; залишок води підготовленої для доведення міцності купажу; залишок розчину колеру після перевірки відповідності інтенсивності забарвлення купажу рецептурі. Перемішування купажу проводять після внесення кожного інгредієнта, а потім через 15—20 хв після закінчення купажування.

8. Стабілізацію напівфабрикатів і купажу настоянки необхідно проводити відповідно до вимог Виробничого технологічного регламенту ТР У 18.5084. Збільшення строку придатності настоянок може досягатися за рахунок підвищення стабільності багатостадийним обробленням: на стадіях обробки кожного напівфабрикату та подальшою обробкою готового купажу. Методи обробки напівфабрикатів і купажів з метою їх освітлення і підвищення стабільності засновані на фізичному, фізико-хімічному та біологічному впливі на колоїдну систему. Для цього використовують:

- обробку холодом у спеціальних збірниках, забезпечених системою охолодження. Купаж, охолоджений до температури від мінус 10°С до мінус

15°С, витримується протягом 48 годин. Після витримки, відібрану з купажу пробу фільтрують і перевіряють на стійкість до дії холоду за температури мінус 10°С. При відсутності опалесценції обробку холодом припиняють і залишають купаж на витримку протягом 24 годин, після цього купаж декантують і фільтрують за температури від плюс 1°С до мінус 3°С;

- фізико-хімічну обробку купажу для його освітлення і стабілізації. Цей метод обробки оснований на нейтралізації заряджених колоїдних частинок напою зарядженими частинками оклеювального матеріалу, а також на явищі адсорбції і механічному видаленні колоїдних речовин.

Основними технологічними схемами обробки напівфабрикатів і купажів напоїв є використання: силікагелю і желатину, полівінілпіролідону і бентоніту, желатину і бентоніту, природного гідроколоїдів хітозану, модифікованого крохмалю.

Стабільність лікеро-горілчаних напоїв протягом строку придатності, а також для його збільшення досягається їх обробкою на стадії приготування напівфабрикатів та готового купажу.

9. Стабілізація купажу перед фільтруванням передбачає витримку в купажному збірнику для випадання в осад частинок колоїдного і білкового характеру. Для осадження нестійких колоїдів, округлення смаку й аромату проводять обов’язкову витримку купажу від 24 годин до 72 годин (для кожного напою згідно з технологічною інструкцією на його приготування).

10. Фільтрування купажу є одним з основних технологічних заходів, що впливає на якість готового лікеро-горілчаного напою за зовнішнім виглядом та прозорістю, яка повинна відповідати поняттям «кришталева прозорість» і «прозоро блискучий». Особливу увагу звертають на використання безкальцієвого фільтрувального картону, оскільки підвищений вміст кальцію і магнію в останньому може призвести до утворення осаду в напої, який містить танін. Для запобігання утворенню помутнінь і випадання кальцієвих осадів проводять:

- визначення кальцію в напої до і після його фільтрування,
- промивання фільтр-картону гарячою підготовленою водою або розчином соляної кислоти концентрацією 0,5% з подальшим відмиванням підготовленою водою.

Для підвищення стабільності настоянок з використанням декількох видів екстрактів, після фільтрування за допомогою фільтрувального картону, проводять контрольне фільтрування із застосуванням мембранних елементів з розміром від 0,2 мкм до 0,7 мкм.

Висновки

Після виявляння факторів, що впливають на стабільність, і запровадження заходів для її забезпечення, встановлено, що прогнозована стійкість готових настоянок становить для зразка № 1 — не менше 12 місяців, зразка № 2 — не менше 14 місяців. Це свідчить про можливість збільшення втричі строку придатності лікеро-горілчаних напоїв, до складу яких входять напівфабрикати та інгредієнти з великим вмістом дубильних і барвних сполук.

Література

1. Воробьева А.В., Кузнецова Ю.Г., Полякова И.В. Подбор ингредиентов ликероводочных изделий. *Пищевая промышленность*, 2006. № 1. С. 74.

2. Полякова И.В., Даниловцева А.Б., Жирова В.В., Панасюк А.Л. Современные тенденции стабилизации ликероводочных изделий из проблемного плодово-ягодного сырья. Сборник трудов «Прогрессивные технологии и современное оборудование — важнейшие составляющие успеха экономического развития предприятий спиртовой и ликероводочной промышленности». Москва: Пищепромиздат, 2003. С 192—198.

3. Полякова И.В., Даниловцева А.Б., Жирова В.В., Панасюк А.Л. Способы стабилизации ликероводочных изделий. Сборник трудов «Стратегия развития пищевой промышленности». Москва: МГУТУ, 2003. С. 39—41.

4. Траубенберг С.Е., Алексеенко Е.В., Осташенкова Н.В., Чернобровина А.Г., Никитин А.В. Ферментативный катализ как основа для эффективной переработки ягод красной смородины и брусники. Материалы Международной научно-практической конференции. Москва, ЗАО «Экспо-биохим-технологии» РТУ им. Д.И. Менделеева, 2008. С. 263.

5. Вечтомова Е.А., Сергеева И.Ю. Применение хитозана как стабилизатора ликероводочных полуфабрикатов. Материалы Международной конференции с элементами научной школы для молодежи. Кемерово, 2010. С 279—283.

6. Сергеева И.Ю., Помозова В.А., Шевченко Т.В., Кузьмин К.В., Кузьмина О.В. Повышение коллоидной стойкости ликероводочных изделий с помощью модифицированного крахмала. *Техника и технология пищевых производств*. 2013. С. 87—90.

7. Taoukis P.S. Temperature and food stability: analysis and control. Cambridge: *Woodhead Publishing*. 2004. P. 42—68.

8. Gee J.M., Johnson I.T. Polyphenolic compounds: interactions with the gut and implications for human health. *Curr Med Chem*. 2001. P. 45—55.

9. Morales-de la Pena M., Salvia-Trujillo L., Rojas-Grau M.A., Martin-Belloso Changes on phenolic and carotenoid composition of high intensity pulsed electric field and thermally treated fruit juice and soymilk beverages during refrigerated storage. *Food Chemistry*. 2011. P. 982—990.

10. Курбатова Е.И., Римарева Л.В., Трифонова В.В., Бурачевский И.И. Стабильность ликероводочных изделий из плодово-ягодного сырья в процессе хранения. *Производство спирта и ликероводочных изделий.* 2006. 28—29 с.

11. Сергеева И.Ю., Помозова В.А., Вечтомова Е.А., Кузьмин К.В. Применение природных стабилизаторов в технологии ликероводочных изделий. *Производство спирта и ликероводочных изделий.* 2011. 28—30 с.

12. Бурачевский И.И., Зайнулин Р.А., Кунакова Р.В. Производство водок и ликероводочных изделий. Москва: ДеЛипринт, 2009. 324 с.