

UNIVERZA V NOVI GORICI
VISOKA ŠOLA ZA VINOGRADNIŠTVO IN VINARSTVO

**VPLIV HRASTOVIH TRSK NA VSEBNOST
POLIFENOLOV V BELIH VINIH**

DIPLOMSKO DELO

Jernej ŽORŽ

Mentor: doc. dr. Vojmir Francetič

Nova Gorica, december 2013

Delo posvečam vsem vinogradnikom in vinarjem.

ZAHVALA

Želim se zahvaliti svojemu mentorju, doc. dr. Vojmirju Francetiču, za mentorstvo in strokovno pomoč pri praktičnem ter teoretičnem delu diplomske naloge.

Istočasno bi se rad zahvalil dr. Kajetanu Troštu, ki mi je pomagal pri izvedbi praktičnega dela diplomske naloge.

Zahvaljujem se tudi Niki Gregorič in degustatorjem za pomoč pri izvedbi senzorične analize.

Hvala tudi prijateljem in vsem, ki so mi kakorkoli nudili pomoč.

POVZETEK

Kakovost vina je odvisna od več dejavnikov, med katerimi so najpomembnejši sorta in kakovost grozdja, način predelave grozdja in kletarske tehnologije. Uporaba novih tehnologij mora biti cenovno ugodna in imeti mora pozitiven učinek na kakovost vina. Dodajanje hrastovih trsk v vino je relativno nova tehnologija in še ni do potankosti raziskana. Razlogov za dodajanje hrastovih trsk v vino je več, v ospredju je predvsem izboljšanje strukture in senzoričnih lastnosti vina, stabilizacija barve, povečanje potenciala za staranje, hitrejše obarjanje beljakovin, zmanjšano delovanje lakaze in mikrooksigenacija vina in ne nazadnje tudi pocenitev pridelave. Ti faktorji vplivajo na izbiro komercialnih taninov ter čas in količino dodanih trsk. Rezultati naše raziskave so pokazali, da dodatek hrastovih trsk v vino malo poveča vsebnost skupnih polifenolov, vpliva na hitrost porabe prostega žveplovega dioksida in ne povzroči spremembe pH. Ugotovili smo, da na našete spremembe vplivata tako količina, kot tudi stopnja ožganosti hrastovih trsk in da je najprimernejše časovno obdobje stika trsk z vinom med enajst in štirinajst dni. Degustatorjem je bil organoleptično najbolj všeč vzorec z dodanimi 2 g/l močno ožganih hrastovih trsk.

Ključne besede: hrastove trske, ekstrakcija polifenolov, bela vina.

ABSTRACT

The variation and the quality of grapes, the type of grape processing involved, as well as the technology used during the entire wine production are among the most important factors to achieve quality wine. Modern technologies used in wine production must be affordable and have beneficial influence on the quality of wine. The addition of oak chips to the wine is a relatively new technique and is yet to be studied in detail. There are many reasons why to use oak chips, the main being the improvement of the structure and the sensory characteristics of wine, the stabilization of color, the increase of ageing potential, the sedimentation of proteins, the reduction of laccase and micro-oxygenation activity in wine, as well as the reduction of production costs. The mentioned factors influence the selection of commercial tannic acids, the time and quantity of oak chips added during the process. The research shows that oak chips slightly increase total polyphenols, influence the time of consumption of sulfur dioxide and do not affect the pH. The study also determined that both quantity and oak chips toasting level play their part in wine alterations, and that the most appropriate period of time for chips to stay in wine is from eleven to fourteen days. The wine with 2 g/l of heavy toasted oak chips added was much liked by the degustators.

Key words: oak chips, polyphenol extraction, white wine.

KAZALO VSEBINE

1. UVOD.....	1
1.1 Povod za delo.....	2
1.2 Cilj naloge.....	2
2. TEORETIČNE OSNOVE	3
2.1. Glavne kemijske sestavine lesa.....	3
2.1.1 CELULOZA.....	3
2.1.2 HEMICELULOZA.....	4
2.1.3 LIGNIN	4
2.1.4 TANINI.....	4
2.3.5 KATIONI	5
2.2 Vpliv lesa na vino	6
2.3 Priprava lesenih trsk.....	7
2.3.1 VELIKOST TRSK	7
2.3.2 sušenje in žganje trsk.....	7
2.4 Glavne kemijske sestavine vina	9
2.4.1 SLADKORJI.....	9
2.4.2 KISLINE	9
2.4.3 FENOLI.....	10
2.4.4 ALDEHIDI IN KETONI.....	12
2.4.5 ESTRI.....	12
2.4.6 DUŠIK.....	12
2.4.7 BELJAKOVINE.....	12
2.4.8 ANIONI IN KATIONI.....	12
2.4.9 TERPENI IN PIRAZINI	13

3. EKSPERIMENTALNI DEL	14
3.1 Materiali.....	14
3.2 Zasnova poskusa	14
3.2.1 Določanje skupnih fenolov s Folin-Ciocalteu reagentom.....	15
3.2.1.1 Postopek	15
3.2.2 Titracija žveplovega dioksida po Ripperju.....	16
3.2.2.1 Določanje prostega SO ₂	16
3.2.2.2 Določanje skupnega SO ₂	16
3.2.3 Merjenje pH mošta in vina	17
3.2.3.1 Umerjanje kombinirane elektrode	17
3.2.3.2 Merjenje pH.....	17
3.2.3.3 Merjenje puferske kapacitete.....	17
3.2.4 Določanje skupnih (titrabilnih) kislin v vinu	18
3.2.5 Določanje reducirajočih sladkorjev.....	18
3.2.6 Senzorična analiza.....	19
3.2.6.1 Hedonska metoda senzoričnega ocenjevanja	19
4 REZULTATI IN DISKUSIJA.....	20
4.1 Površina lesa na volumen vina.....	20
4.2 Rezultati kemijskih analiz.....	22
4.2.1 REZULTATI MERJENJA pH.....	23
4.2.1 REZULTATI MERJENJA PROSTEGA ŽVEPLOVEGA DIOKSIDA	24
4.2.3 REZULTATI MERJENJA VSEBNOSTI SKUPNIH FENOLOV	26
4.2.4 REZULTATI organoleptične primerjave.....	29
5. ZAKLJUČEK.....	32
6. VIRI.....	33

SEZNAM SLIK

Slika 1: Struktura fenolnih kislin (a in b) in ekstrakcija elagotanolinov iz lesa (c in d) (Ribereau-Gayon in sod., 2006: 148).	5
Slika 2: Različni ne flavonoidi grozdja in vina (Ribereau-Gayon in sod., 2006: 142) ...	10
Slika 3: Flavonoidi: flavon in flavonol (a), flavanon in flavanonol (b) (Ribereau-Gayon in sod., 2006: 145)	11
Slika 4: Katehin in epikatehin (Ribereau-Gayon in sod., 2006: 149).....	11
Slika 5: Umeritvena krivulja za skupne polifenole. R^2 je koeficient korelacije, ki nam pove delež ujemanja premice z eksperimentalno določenimi točkami.	16
Slika 6: Posnetek površine AM MT trske	21
Slika 7: Posnetek površine AM HT trske	22
Slika 8: Časovna sprememba pH kot funkcija koncentracije AM MT trsk	23
Slika 9: Časovna sprememba pH kot funkcija koncentracije AM HT trsk	24
Slika 10: Spremembe koncentracij prostega SO_2 kot funkcija koncentracije AM MT trsk	25
Slika 11: Spremembe koncentracij prostega SO_2 kot funkcija koncentracije AM HT trsk	25
Slika 12: Časovne spremembe skupnih fenolov kot funkcija koncentracije AM MT trsk	28
Slika 13: Časovne spremembe skupnih polifenolov kot funkcija koncentracije AM HT trsk	28
Slika 14: Všečnost vzorcev po različnih parametrih (trske AM – MT)	29
Slika 15: Všečnost vzorcev po različnih parametrih (trske AM – HT).....	30

SEZNAM TABEL

Tabela 1: Specifična aktivna površina lesenih trsk	21
Tabela 2: Kemijska analiza začetnega vzorca vina	22

1. UVOD

Zorenje vin v lesenih sodih je že dolgo poznan tehnološki postopek. V moderni tehnologiji pridelave vin pa izgublja pomen, saj so za izdelavo posod dostopni drugi materiali, ki imajo mnogo boljše mehanske, kemijske in biološke lastnosti in so tako primernejši za uporabo. Sode tako uporabljamo le še kot dopolnilo, predvsem zaradi vpliva izluženih spojin iz lesa na aromo, barvo in stabilnost vin. Med zorenjem vin v lesenih sodih namreč poteka veliko število fizikalno kemijskih reakcij med izluženimi spojinami in spojinami v vinu.

Strukturne lastnosti in kemijska sestava lesa imata odločilen vpliv na procese, ki potekajo med zorenjem in se odražajo v senzoričnih lastnostih vin. Sama hitrost procesov je tesno povezana s kemijsko sestavo vin, koncentracijo izluženih spojin in temperaturo hranjenja. Hitrost ekstrakcije pa je poleg temperature odvisna tudi od velikosti stične površine lesa z vinom (Bozalongo in sod., 2007).

Velika slabost zorenja vin v lesenih sodih je tudi visoka cena sodov, kar podraži proizvodnjo in s tem vpliva na tržno ceno pridelanih vin. Pocenitev pridelave tako lahko dosežemo z uporabo hrastovih trsk pri fermentaciji in zorenju vin. Trske lahko dodamo v mošt pred izvedbo fermentacije ali v mlado vino po končani fermentaciji, pri čemer sta mošt ali vino v posodah iz drugih materialov. Poleg pocenitve pridelave ima taka tehnologija še dve izraziti prednosti. Prva je možnost kontrole razmerja med aktivno površino lesa in volumnom vina (mošta), kar vpliva na množino izluženih spojin iz lesa, in druga, nič manj pomembna, je možnost izbire in izkoristka najprimernejših materialov za posode.

1.1 Povod za delo

V izbranem belem vinu smo z merjenjem časovne spremembe koncentracije skupnih fenolov, pri enakem in različnem razmerju površina lesa/volumen vina, ugotovili hitrost izluževanja polifenolov iz lesa v vino, vpliv razmerja les/vino na množino izluženih polifenolov ter vpliv različne vrste hrastovih trsk na osnovno kemijsko sestavo vina. S klasičnimi kemijskimi analizami smo v vzorcih določali prosto in vezano žveplo, pufersko kapaciteto, reducirajoči sladkor; pH smo merili s pH metrom in kombinirano stekleno elektrodo. Za merjenje koncentracije polifenolov smo uporabljali spektrofotometrično metodo, specifično aktivno površino hrastovih trsk smo določili z enotočkovno BET metodo.

1.2 Cilj naloge

Z izvedenimi poskusi in opravljenimi kemijskimi ter instrumentalnimi meritvami vina smo zasledovali dva osnovna cilja naloge:

- s pomočjo rezultatov opravljenih analiz določiti odvisnost hitrosti izluževanja polifenolov od razmerja specifične aktivne površine trsk/volumen vina.
- Z organoleptično primerjavo različnih vzorcev empirično ugotoviti najprimernejše razmerje površina/volumen in vrsto trsk pri pridelavi izbrane sorte belega vina.

2. TEORETIČNE OSNOVE

Hitrost izluževanja snovi iz lesa v vino je odvisna od fizikalnih parametrov (velikost stične površine les/vino, temperature, mešanja) in kemijskih (kemijska sestava lesa in vina). Zorenje vina običajno poteka v kleti pri konstantni temperaturi, relativni vlažnosti in brez mešanja. Zato je odločilen fizikalni parameter razmerje stične površine les/vino. Kemijska sestava lesa je odvisna od vrste dreves in drugih dejavnikov (rastišča, starosti dreves ob poseku, dela uporabljenega debla ipd..) iz katerih je pripravljen les, in načina priprave lesa (de Simon in sod., 2010).

Kemijska sestava vin pa je odvisna od sorte grozdja, kemijske sestave tal in klimatskih pogojev. Za pravilno vrednotenje rezultatov meritev časovne odvisnosti izluževanja različnih kemijskih spojin moramo poznati vsaj osnovno kemijsko sestavo lesa in vina, ki so bili uporabljeni pri poskusih.

2.1. Glavne kemijske sestavine lesa

V proizvodnji vin se za pripravo sodov in trsk največ uporablja les, pripravljen iz treh vrst hrastovih dreves (v Franciji – *Quercus robur* in *Q. petraea* in v Ameriki – *Quercus alba*). Kemijska sestava teh treh vrst lesa je zelo podobna. Glavne komponente so celuloza, hemiceluloza, lignin, tanini in kationi (Margalit, 2004).

2.1.1 CELULOZA

Sestavljajo jo dolge, linearne polisaharidne verige, ki so sestavljene iz anhidroglukopiranoznih enot (C_6H_5O)_n, ki so medsebojno povezane z β-1,4 glikozidno vezjo. Celulozna veriga vsebuje približno 10 000 enot z molekulsko maso 1,5–2 milijona. Tri hidroksilne skupine na piranskem obroču glukoze tvorijo vodikove vezi z bližnjo polisaharidno verigo, kar omogoča trdo strukturo in je vzrok specifičnim fizikalnim lastnostim lesa. Posušen les vsebuje 40–45 % celuloze (Margalit, 2004).

2.1.2 HEMICELULOZA

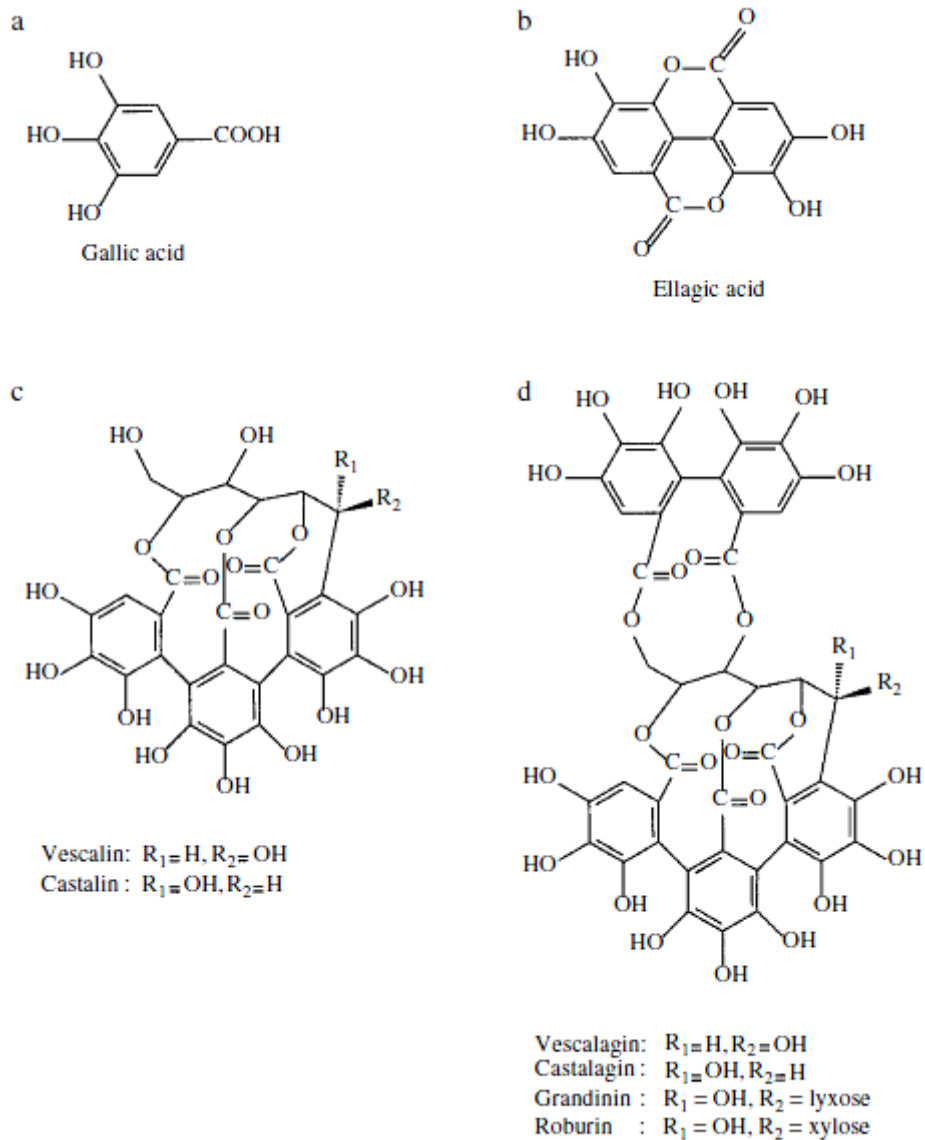
Je zmes polisaharidov, sestavljenih iz različnih sladkorjev, predvsem iz ksiloze in arabinoze (5 C atomov v molekuli sladkorja); glukoze, galaktoze, manoze in ramoze (6 C atomov v molekuli sladkorja). V veliko primerih je glavna polisaharidna veriga (homo ali heteropolimer) razvejana in na stranskih verigah so različne sladkorne enote. Hemiceluloza je s celulozo povezana z vodikovimi vezmi, kar ojača osnovno strukturo lesa (vezivo). Suh les vsebuje 25–35 % hemiceluloze. Različne vrste hemiceluloze imajo tudi specifična imena (pektin, ksilan, škrob, galaktan, ipd...). Celuloza in hemiceluloza sta glavni sestavini lesnih celičnih membran in tako tvorita lesni del vseh rastlin (Margelit, 2004).

2.1.3 LIGNIN

Je polimer, sestavljen iz hidroksicimetnih alkoholov (p-kumaril, koniferil in sinapil alkohol). V polimeru so sestavne enote medsebojno povezane preko različnih veznih skupin (-C-O-C- in -C-C- povezave), kar omogoča veliko razvejanost verig. Lignin v strukturi lesa opravlja vlogo veziva in ga je 20–25 % v suhem lesu. Razporejen je večinoma na celičnih membranah, razširjen pa je tudi po drugih delih strukture lesa (Margelit, 2004).

2.1.4 TANINI

So spojine, ki reagirajo s kolagenov v koži (od tu ime) in jih uporabljamo pri pripravi usnja. Kemijsko so to polifenoli, ki jih v odvisnosti od načina reakcij z vodo (hidrolize), delimo v hidrolizabilne in kondenzirane tanine. Iz lesa v vino lahko ekstrahiramo le hidrolizabilne tanine, ki so kopolimeri galne ali elagične kisline s sladkorji (v glavnem glukozo). Imenujemo jih galitanini in elagotanini (Slika 1) (Margelit, 2004).



Slika 1: Struktura fenolnih kislin (a in b) in ekstrakcija elagotaninov iz lesa (c in d) (Ribereau-Gayon in sod., 2006: 148).

2.3.5 KATIONI

Suh les vsebuje tudi različne katione in to v koncentracijah, manjših od 1 %. Najpogosteje so prisotni kalcijevi, natrijevi, magnezijevi in kalijeви kationi ter fosfatni in redkeje karbonatni anioni (Dinwoodie, OBE., 2004).

2.2 Vpliv lesa na vino

Vino, zorjeno v hrastovih sodih ali v drugih posodah z dodatkom lesenih trsk, pridobi med zorenjem specifično lesno aromo, ki jo v glavnem povzročajo aromatični aldehidi, poznani tudi kot hlapni fenoli. So glavni razpadni produkti lignina, pri čemer so vzrok razpada kemijske reakcije med vinom (nizek pH) in ligninom v lesu in segrevanje lesa med pripravo. Med pomembnejšimi spojinami je vsekakor vanilin aldehyd, s specifično aromo vanilije. V vino se izlužujejo, poleg omenjenega aldehida, tudi drugi aromatski aldehidi, kot npr. sirinaldehyd, coniferaldehyd in sinapaldehyd. Pomembno je, da se koncentracija teh aldehydov v vinu povečuje s časom kontakta lesa z vinom, razmerja med površino stične površine lesa in volumnom vina ter temperaturo žganja lesa (Margalit, 2004).

K značilni lesni aromi vina prispevajo tudi druge aromatične fenolne spojine. Med pomembnejšimi je eugenol z značilno aromo, ki spominja na nageljnovе žbice in je predvsem prisoten v nežganem lesu. K značilni aromi vina po dimu pa največ prispevajo guajakol in 4-metil ter 4-etil guajakol (Cadahía in sod., 2010).

Lesna aroma vina je tudi v tesni povezanosti z γ -laktoni, med njimi predvsem cis in trans- γ -oktalaktoni (4-metil-5-butyl, dihidro-2-furanon ali β -metil- γ -oktalakton). Manjše koncentracije teh spojin prispevajo k aromi po lesu in kokosu, medtem ko večje koncentracije (višja temperatura žganja lesa) k izraziti aromi vanilije. K prepoznavni aromi prispevajo tudi druge podobne spojine, kot so maltol, cikloten in etoksilakton (Ribéreau – Gayon in sod., 2006; Cadahía in sod., 2010).

Pri nekaterih sortah belih vin je med poznavalci vin zelo cenjena in iskana aroma po mandeljnih, h kateri veliko prispeva furfural, ki nastaja med žganjem lesa kot razpadni produkt v lesu prisotnih polisaharidov (Cadahía in sod., 2010).

2.3 Priprava lesenih trsk

V tehnologiji pridelave vin kot lesene trske (čipsi) pojmuje preproste fragmente lesa, pripravljene iz lesa, ki ga uporabljamo pri pripravi sodov ali drugih lesenih posod.

2.3.1 VELIKOST TRSK

Trske v odvisnosti od velikosti delimo na (Bautista – Ortin in sod., 2008):

- prah, pri katerem je velikost trsk < 3 mm,
- drobna zrna imenujemo trske velikosti 3–10 mm x 0,5–1 mm in
- groba zrna imenujemo trske velikosti 5–10 mm.

Poleg trsk, kot nadomestek lesenih sodov uporabljamo še lesene kroglice, kocke in doge.

2.3.2 SUŠENJE IN ŽGANJE TRSK

Trske pripravljamo iz lesa, ki ne popolnoma ustreza tehnološkim zahtevam priprave dog za sode. Tehnologija priprave trsk pa je enaka tehnologiji priprave lesa za sode. Proces priprave lesa lahko razdelimo v dva dela. Prvi del je sušenje lesa, ki lahko poteka v sušilnicah ali pa po naravni metodi. Končna kemijska sestava lesa se razlikuje pri uporabi naravne metode ali sušilnice. S sušenjem v sušilnicah iz lesa odstranimo višek vlage, pri naravnem sušenju pa potekajo še druge fizikalno kemijske spremembe, ki doprinesejo k enološki kakovosti sušenega lesa. Med pomembnejše procese sodijo (Fernández de Simón in sod., 2010):

- fizikalno kemijski procesi, med katere sodi tudi spiranje dog z dežjem, ki povzročajo zmanjšanje koncentracije vodotopnih polifenolnih spojin (npr. elagitaninov).
- Hidrolitični oksidativni razpadi različnih kemijskih spojin v lesu, ki jih katalizirajo različni encimi lesnih gob (fenol heterosidaze, eteraze, depsidaze).

Naravno sušenje torej vpliva na aromatični profil lesa. Med 18–36 (za čipse lahko krajše) mesečnim naravnim sušenjem koncentracije hlapnih spojin v lesu (laktoni,

hlapni fenoli) lahko naraščajo, padajo ali ostanejo nespremenjene. Skupna sprememba koncentracij pa pozitivno vpliva na senzorične lastnosti lesa.

Na senzorične lastnosti lesa verjetno najbolj vpliva segrevanje lesa (žganje) po končanem naravnem sušenju (Cadaia in sod., 2010; Fernández de Simon in sod., 2010).

Primerna temperatura in dolžina žganja povzročita dodaten površinski razpad lesa, pri katerem nastajajo nove aromatične spojine. Žgan les, v odvisnosti od uporabljene temperature in dolžine žganja, razvrstimo v tri kategorije:

- malo žgan (LT), do 5 minut, pri temperaturi 120–180 °C,
- srednje žgan (MT), približno 10 minut, pri temperaturi \approx 200 °C,
- močno žgan (HT), 15–20 minut, pri temperaturi 260–270 °C.

Med žganjem potečejo različne hidrotermalne in pirolitične reakcije, s katerimi razpadajo biopolimeri v lesu (lignin, polisaharidi, polifenoli in lipidi).

Pri termičnem razpadu lignina nastajajo največ hlapni fenoli in fenolni aldehidi, malo fenolnih alkoholov in fenilnih ketonov. V žganem lesu zasledimo tudi različne mono in dimetoksilirane fenole in visoke koncentracije benzenovih in cimetovih aldehydov (Campbell in sod., 2005; Cadaia in sod., 2010).

Pri termičnem razpadu polisaharidov nastajajo največ furanski aldehidi, v najvišjih koncentracijah furfural in 5-hidroksi-metil-furfural, ki je s 5-metil-furfuralom glavni razpadni produkt heksoz (glukoza iz celuloze). Furfural pa je glavni razpadni produkt pentoz (hemiceluloze). Razpad katalizira očetna kislina, ki se sprošča pri termičnem razpadu hemiceluloze, kislina pa tudi poveča koncentracijo hlapnih kislin v lesu zorjenih vin ali pri tehnološki uporabi čipsov. Furanski aldehidi prispevajo k vinski aromi po žganih mandeljnih. Pri termičnem razpadu sladkorjev seveda nastajajo tudi drugi ciklični ketoni (penta, hekso), ki pa imajo manjši vpliv na aromo (Campbell in sod., 2005; Cadaia in sod., 2010).

Glavni razpadni produkti termičnega razpada lesnih lipidov so laktoni, s prepoznavno lesno aromo v lesu zorjenih alkoholnih pijač. Zaznavni prag spojin (cis in trans β -metil- γ -okta lakton), ki karakterizirajo to aromo, je izredno nizek. Spojini sta prisotni tudi v nežganem lesu in njuna koncentracija je tesno povezana z izvorom in vrsto lesa.

Povezana je tudi s časom žganja in po daljšem času žganja strmo pade (Campbell in sod., 2005; Cadahia in sod., 2010).

2.4 Glavne kemijske sestavine vina

Hitrost izluževanja različnih spojin iz lesa je odvisna tudi od kemijske sestave vina. Kemijska sestava vina je komplicirana zmes kemijskih spojin grozdja in spojin, ki nastajajo med procesom fermentacije in zorenja. V vinu je veliko število spojin in z razvojem modernih analiznih metod raziskovalci odkrivajo vedno nove. Zaradi take pestrosti in raznolikosti spojine v vinu razdelimo v skupine s podobno strukturo in kemijskimi lastnostmi. Med pomembnejšimi skupinami spojin so spojine, ki povzročajo trpek in grenak okus, okus sladkosti in aromatične spojine, ki vinu dajo značilno sortno aromo. Na hitrost izluževanja pa vsekakor najbolj vplivajo alkoholi in kisline (Margalit, 2005).

2.4.1 SLADKORJI

So spojine, ki vinu dajo sladek okus. Uvrščamo jih v skupino polihidroksi aldehydov ali ketonov, s splošno empirično formulo $C_nH_{2n}O_n - iH_2O$ ($i=1,2,3$). V vinu so najpogosteje prisotni sladkorji s šestimi (heksoze) in petimi (pentoze) ogljikovimi atomi. Monomerni sladkorji polimerizirajo v disaharide in polisaharide. Med heksozami sta v vinu najpomembnejši glukoza in fruktoza, manj manoza, med pentozami zasledimo arabinozo in ksilozo, med disaharidi sukrozo in med polisaharidi pektin. Sladkorji so vezani v spojine tudi z drugimi organskimi molekulami (terpeni, antocianini, ipd...). Koncentracije sladkorjev v vinih se gibljejo od nekaj miligramov pa tudi do nekaj deset gramov (Margalit, 2005).

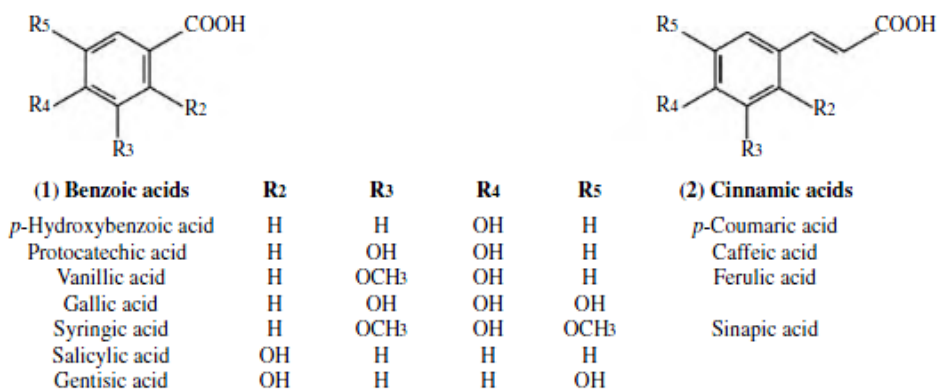
2.4.2 KISLINE

So kemijske spojine, ki pri reakcijah lahko donirajo protone. Za organske kisline je v strukturi značilna ena ali več $-COOH$ skupin. Vinu dajo kisel okus, poleg tega pa vplivajo na mikrobiološko stabilnost, mlečnokislinsko vrenje, barvo, na hitrost zorenja

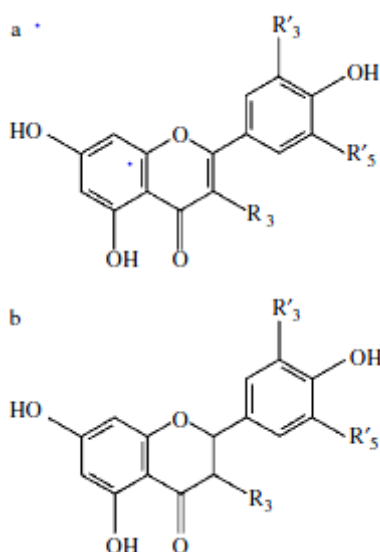
in izluževanja spojin iz lesa in na tartaratno in proteinsko stabilnost. Kisline v vinu lahko izhajajo iz grozdja (vinska, jabolčna, citronska) in nastajajo kot stranski produkt fermentacijskih procesov (mlečna, jantarjeva, očetna in druge). Medtem ko sta vinska in jabolčna kislina v vini lahko prisotni v gramskih koncentracijah, je koncentracija citronske običajno < 700 mg/l, mlečne kisline, nastale med fermentacijo od 0,2–0,4 g/l in med mlečnokislinskim vrenjem, od 0,5–3,0 g/l, jantarjeve kisline nastane med fermentacijo od 0,5–1,5 g/l. Očetne kisline in drugih hlapnih organskih kislin (metanojska, butanojska, propanojska) nastane malo in njihova skupna koncentracija, izražena kot g očetne kisline, naj ne bi presegla meje 0,7 g/l (Margelit, 2005).

2.4.3 FENOLI

So v grozdju tretja najbolj razširjena skupina kemijskih spojin. Najvišje koncentracije teh spojin so v semenih in jagodnih kožicah. Samo 4–5 % celokupne množine fenolov je v jagodnem mesu. Zato je njihova koncentracija v vinu odvisna od tehnologije pridelave in je v rdečih vinih višja (maceracija). Fenole delimo še v štiri podskupine: neflavonoide, flavonoide, antocianine in polimerne fenole. Neflavanoidi so derivati hidroksicimetnih in hidroksibenzojskih kislin. Organoleptično nimajo vonja in okusa. Koncentracija neflavonoidov v belih vinih je 10–20 mg/l. Flavonoidi so kompleksnejši od neflavonoidov in so navadno sestavljeni iz dveh aromatskih obročev, povezanih z verigo atomov, ki v večini primerov preko kisikovega atoma tvori heterociklični obroč. Vso raznolikost fenolov lahko razberemo iz osnovne strukture neflavonoidov (Slika 2) in flavonoidov (Slika 3) (Margelit, 2005).

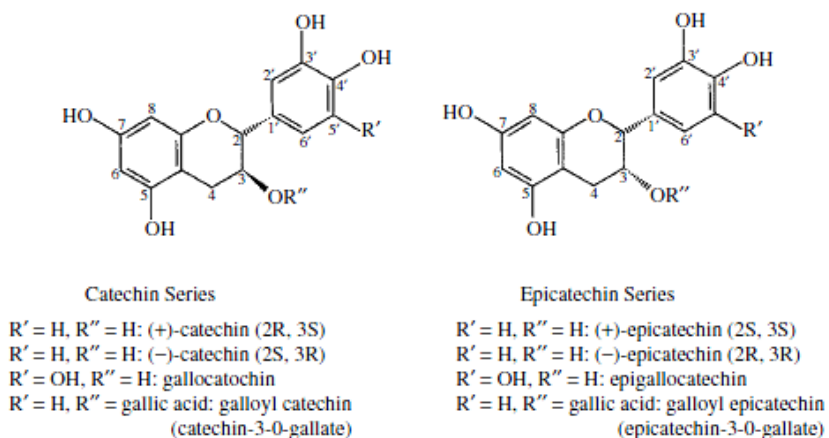


Slika 2: Različni neflavonoidi grozdja in vina (Ribereau-Gayon in sod., 2006: 142)



Slika 3: Flavonoidi: flavon in flavonol (a), flavanon in flavanonol (b) (Ribereau-Gayon in sod., 2006: 145)

Fenoli odločilno vplivajo na trpek in grenak okus vin. Z občutkom trpkosti povezujejo ne flavonoide in flavanole, grenkobo pa bolj poudarijo flavanoli (katehin) (Slika 4) (Margelit, 2005).



Slika 4: Katehin in epikatehin (Ribereau-Gayon in sod., 2006: 149)

2.4.4 ALDEHIDI IN KETONI

Med alkoholno fermentacijo se tvorijo različni aldehidi in ketoni, med katerimi je zaradi neprijetnega vonja posebej nezaželen acet-aldehid in med ketoni acetoin in diacetil (Margelit, 2005).

2.4.5 ESTRI

Zaradi reakcij med alkoholi in kislinami so v vinu prisotni tudi estri. Estri v vinu nastajajo tudi z encimatskimi procesi (acetatni, butilni), te imenujemo tudi nevtralni estri, bistveno prispevajo k vonju. Poznamo več kot 300 različnih estrov v vinih (Margelit, 2005).

2.4.6 DUŠIK

Med pomembnejšimi spojinami so tudi spojine, v katerih je vezan dušik. Dušik je v vinih vezan v aminokislinah, polipeptidih, beljakovinah, aminih, amonijevem ionu, nitratnem anionu in vitaminih (Margelit, 2005).

2.4.7 BELJAKOVINE

Na izluževanje vsekakor najbolj vplivajo beljakovine, ki se lahko absorbirajo na površino trsk. Lahko tudi reagirajo z izluženimi tanini. Pri nizkem pH, večji koncentraciji alkohola in višji temperaturi pa povzročajo beljakovinsko motnost vina (Margelit, 2005).

2.4.8 ANIONI IN KATIONI

Na ionsko moč vina, ki tudi vpliva na hitrost izluževanja, vplivajo raztopljene anorganske soli. Med kationi je največ kalijevih, natrijevih, kalcijevih in magnezijevih ionov, med anioni pa največ fosfatnih in sulfatnih anionov (Margelit, 2005).

2.4.9 TERPENI IN PIRAZINI

K značilnim sortnim aromam vin doprinesejo vezani ali prosti terpeni, ki jih je največ v muškatih in imajo cvetne arome. Poleg teh poznamo še pirazine, ki so najbolj zaželeni v sauvignonih in imajo značilen rastlinski ter cvetni vonj (Margelit, 2005).

3. EKSPERIMENTALNI DEL

3.1 Materiali

Vino, ki smo ga uporabili v poskusu, je sorte *Vitis vinifera* L. cv Sivi pinot. Vinograd se nahaja v Vipavski dolini, na ravnini pod vasjo Slap. Zasajen je bil leta 2003 in obsega 5000 trt. Trenutna rast in rodnost v vinogradu sta uravnoteženi. Vzgojna oblika je enojni guyot, medvrstna razdalja je 2,40 metra, vrstna pa 0,80 metra. Povprečna obremenitev znaša približno 2 kilograma po trsu. Vsaka druga vrsta v vinogradu je zatravljena. Vinograd je obdelan v skladu s smernicami integrirane pridelave grozdja.

Trgatev je bila opravljena dne 11. 9. 2010, ko je grozdje doseglo 86° oekslejev. Grozdje je bilo v kratkem času po trgatvi prepeljano v Vinsko klet Žorž, kjer smo ga žveplali z 1 dag kalijevega metabisulfita/100kg grozdja, drozgali in pecljali v pecljalniku - drozgalniku. S črpalko smo ga prečrpali v pnevmatsko stiskalnico, kjer smo ga stisnili in prečrpali v cisterno. Dodali smo 2g/hl encima (*Endozym Active*) za pospešitev razsluzi in počakali, da se je mošt zbistril. Naslednji dan smo bister mošt pretočili v drugo cisterno in dodali kvasovke (*Fermiblanc Arom*) za vrenje. Med fermentacijo je bila temperatura ≈ 18 °C, fermentacija pa je potekala dva tedna. Po koncu fermentacije smo vino pretočili v drugo cisterno in mu dodali 1,2 dag/hl kalijevega metabisulfita.

Uporabljene trske so bile TANIN QUERCIA, proizvajalca Enologica Vason, S.r.l.: AM HT (močno ožgane) in AM MT (srednje ožgane), priporočena množina 100–300 g/hl v vino, pri našem poskusu je bila količina dodatka 1, 2 in 3 g trsk/l vina.

3.2 Zasnova poskusa

Pripravili smo dve seriji po osemnajst 250 ml steklenic. V šest steklenic smo odtehtali 250 mg (koncentracija 1 g/l) AM MT trsk, v naslednjih šest steklenic smo odtehtali 250 mg AM HT trsk. V naslednji seriji smo v šest steklenic odtehtali 500 mg AM HT trsk (koncentracija 2 g/l) in v naslednjih šest steklenic 500 mg AM MT trsk. V zadnji seriji smo v šest steklenic odmerili 750 mg AM HT trsk in v šest steklenic 750 mg AM MT trsk (koncentracija 3 g/l). V vse steklenice smo odmerili po 250 ml vina. Posebej smo pripravili 12 vol. % alkoholno raztopino, v katero smo dodali toliko K-H-tartarata, da je

bila raztopina nasičena pri sobni temperaturi (≈ 20 °C). Po 250 ml nasičene raztopine smo odmerili v šest 250 ml steklenic, v katere smo predhodno odtehtali 250, 500 in 750 mg AM HT trsk in po 250 ml raztopine v šest 250 ml steklenic, v katere smo odmerili predhodno odtehtali 250, 500 in 750 mg AM MT trsk . Po odmeri vina in nasičene raztopine v steklenice, smo steklenice zaprli in jih postavili v kleti, kjer je bila temperatura 18 °C. Dvakrat tedensko smo od vsake serije odprli po eno steklenico in v vinu ter nasičeni alkoholni raztopini analizirali skupno koncentracijo fenolov, pH in prosti SO₂. Prosti SO₂ nismo določali v nasičenih alkoholnih raztopinah. Pred začetkom poskusa smo opravili tudi osnovno kemijsko analizo vina.

Pripravili smo tudi vzorce za senzorično analizo z odtehto 1, 2 in 3 g AM MT trsk v tri 1 l steklenice in z odtehto 1, 2 in 3 g AM HT trsk v druge tri 1 l steklenice. V vse steklenice smo odmerili 1 l vina. Steklenice smo postavili na pult v kleti in jih tam hranili do izvedbe senzorične analize. Z ostalimi steklenicami smo hranili tudi eno steklenico vina v katero nismo dodali trsk. To vino smo uporabili kot primerjalno vino pri senzorični analizi.

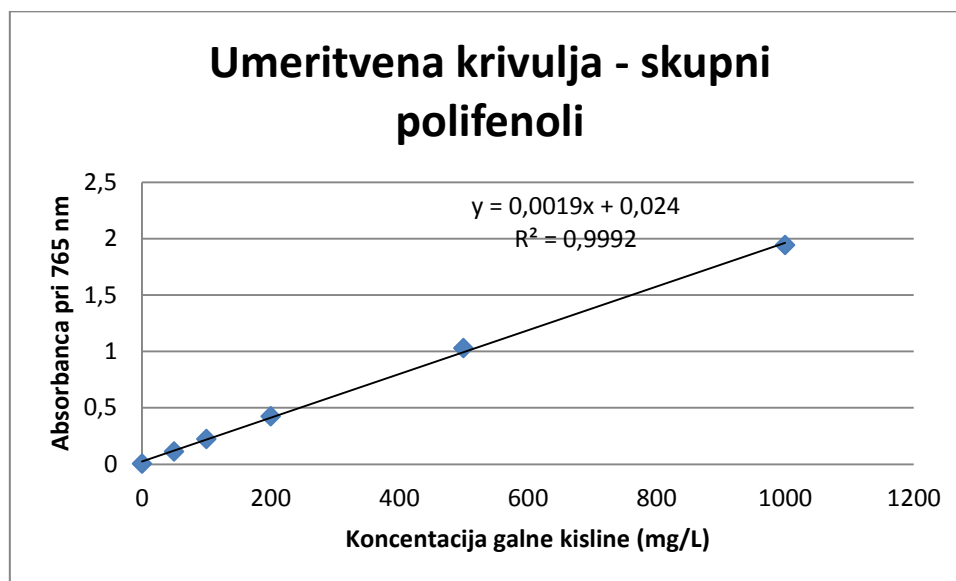
3.2.1 DOLOČANJE SKUPNIH FENOLOV S FOLIN-CIOCALTEU REAGENTOM

Fenolne spojine v alkalni raztopini reducirajo zmes fosformolibdenove in fosforvolframove kisline (Folin-Ciocalteu reagent). Delež zreagirane zmesi lahko ugotovimo iz spremembe absorbance pri 765 nm. Rezultate analize podamo kot masni procent, izražen kot procent galne kisline. Rezultate odčitamo iz umeritvene krivulje, ki jo pripravimo z merjenjem spremembe absorbance reagenta v odvisnosti od dodane množine galne kisline. Barva reducirane oblike reagenta je modra, nereducirane pa rumena (Zoecklein in sod., 1999).

3.2.1.1 Postopek

V 2 ml kiveto smo najprej odmerili 40 μ l slepega vzorca, standarda ali vzorca vina. Dodali smo 1,56 μ l vode in 100 μ l Folin-Ciocalteu reagenta. Dobro smo premešali ter dodali 300 μ l natrijevega karbonata in ponovno dobro premešali. Po dveh urah termostataranja pri sobni temperaturi smo izmerili absorbanco s spektrofotometrom. Po

enakem postopku smo z znanimi množinami galne kisline pripravili umeritveno krivuljo (Slika 5).



Slika 5: Umeritvena krivulja za skupne polifenole. R^2 je koeficient korelacije, ki nam pove delež ujemanja premice z eksperimentalno določenimi točkami.

3.2.2 TITRACIJA ŽVEPLOVEGA DIOKSIDA PO RIPPERJU

3.2.2.1 Določanje prostega SO_2

V 250 ml erlenmajerico odmerimo 25 ml vzorca vina, dodamo 5 ml raztopine škrobovice (kapalka) in 5 ml raztopine H_2SO_4 (1+3). Takoj po dodatku kisline titriramo s predhodno standardizirano raztopino joda do modre obarvanosti raztopine. Obstočnost modre barve mora biti časovno enaka kot pri standardizaciji, vendar ne manj kot 15 s (Zoecklein in sod., 1999).

3.2.2.2 Določanje skupnega SO_2

V 250 ml erlenmajerico, z obrusom in steklenim zamaškom, odmerimo 25 ml vzorca vina. Dodamo 25 ml raztopine NaOH (1mol/l), pokrijemo z zamaškom, dobro premešamo in počakamo točno 10 minut, da poteče hidroliza vezanega SO_2 . Dodamo 5 ml škrobovice (kapalka) ter dobro premešamo. Dodamo 10 ml raztopine H_2SO_4 (1+3) in takoj titriramo do modre obarvanosti raztopine. Obstočnost modre barve mora biti

časovno enaka kot pri standardizaciji, vendar ne manj kot 15 s (Zoecklein in sod., 1999).

3.2.3 MERJENJE pH MOŠTA IN VINA

3.2.3.1 Umerjanje kombinirane elektrode

Pred vsakim merjenjem moramo stekleno elektrodo, enotočkovno ali dvotočkovno, umeriti. Za umerjanje uporabimo pufru s pH vrednostima 4,00 in 7,00. Raztopino pufru prelijemo v merilno posodico in v raztopino pravilno pomočimo čutilo kombinirane elektrode. Na merilnem instrumentu uravnamo pH na vrednost pufru šele takrat, ko se merjena vrednost na kazalniku instrumenta ustali (Zoecklein in sod., 1999).

3.2.3.2 Merjenje pH

V 150 ml čašo nalijemo prefiltriran vzorec mošta ali vina; elektrodo previdno potopimo v vzorec in ko se vrednost na kazalniku merilnega instrumenta ustali, odčitamo izmerjeno vrednost. Meritev dvakrat ponovimo (Zoecklein in sod., 1999).

3.2.3.3 Merjenje puferske kapacitete

- V 150 ml stekleno čašo odmerimo 50 ml vzorca vina; umerjeno elektrodo previdno potopimo v vzorec in odčitamo začetno vrednost pH. V raztopino vzorca iz birete dodajamo po 1 ml standardizirane raztopine NaOH. Po vsakem dodatku baze počakamo 30 s in odčitamo vrednost pH ter jo zabeležimo. Dodajanje reagenta prekinemo, ko je odčitana vrednost pH večja za eno enoto od začetne vrednosti (Zoecklein in sod., 1999).
- V 150 ml stekleno čašo odmerimo 50 ml vzorca in do predzadnjega dodatka NaOH delamo po prej opisanem postopku. Po tem dodatku naprej dodajamo v raztopino vzorca po 0,2 ml standardne raztopine NaOH. Po vsakem dodatku baze počakamo 30 s in zabeležimo odčitano vrednost pH. Dodajanje reagenta prekinemo, ko je odčitana vrednost pH večja za eno enoto od začetne vrednosti (Zoecklein in sod., 1999).

3.2.4 DOLOČANJE SKUPNIH (TITRABILNIH) KISLIN V VINU

- V erlenmajerico odmerimo 25 ml vzorca (mošt, vino), dodamo približno 50 ml deionizirane vode in erlenmajerico z raztopino postavimo na grelni ploščo ter segrejemo do vrenja. Erlenmajerico z raztopino ohladimo na sobno temperaturo, dodamo 2–3 kapljice fenolftaleina in titriramo z raztopino NaOH do rožnate obarvanosti raztopine (Zoecklein in sod., 1999).
- V stekleno čašo (150 ml) odmerimo 25 ml vzorca (mošt, vino), dodamo približno 50 ml deionizirane vode. Raztopino v čaši segrejemo na električni grelni plošči do vrenja. Ohlajeno čašo z raztopino postavimo na magnetno mešalo, previdno potopimo, predhodno umerjeno, kombinirano stekleno elektrodo in z raztopino NaOH titriramo do pH vrednosti 8,2 (Zoecklein in sod., 1999).
- Ponovimo postopek, opisan v 2. točki, le da reagent dodajamo po 0,5 ml. Po vsakem dodatku počakamo 30 s in odčitamo vrednost pH. Reagent dodajamo, dokler se odčitana vrednost pH ne razlikuje bistveno od predhodne vrednosti (približno 2 ml več, kot je bila poraba reagenta pri titraciji do pH vrednosti 8,2) (Zoecklein in sod., 1999).

3.2.5 DOLOČANJE REDUCIRAJOČIH SLADKORJEV

- V erlenmajerico (250 ml) odmerimo 10 ml raztopine R₁, 5 ml raztopine R₂ in 2 ml vzorca vina. Premešamo in v erlenmajerico dodamo še par vrelnih kamenčkov; postavimo na ogreto električno vrelni ploščo. Segrevamo do vrenja točno 1,5 minute. Erlenmajerico hitro ohladimo. Dodamo 10 ml raztopine R₃, 10 ml raztopine R₄ in 10 ml raztopine R₅, dobro premešamo in takoj titriramo s standardno raztopino Na₂S₂O₃. Titriramo do prehoda temnomodre barve raztopine v slamnato rumeno.
- Po enakem postopku titriramo tudi slepi vzorec. Kot slepi vzorec uporabimo 2 ml deionizirane vode.
- Tri različne koncentracije pripravljenih standardnih raztopin glukoze titriramo po prej opisanem postopku. Narišemo diagram odvisnosti porabe titrirne raztopine od standardnih koncentracij glukoze.

3.2.6 SENZORIČNA ANALIZA

Senzorično analizo vina smo opravili ob koncu poskusa v degustacijskem prostoru Visoke šole za vinogradništvo in vinarstvo v Ajdovščini. Temperatura v prostoru je bila v času ocenjevanja 20°C. Vzorce smo pred degustacijo počasi ohladili na 12°C. Dvanajst degustatorjev je iz degustacijskih kozarcev poskusilo šest vzorcev vina, v katerih so bile dodane različne koncentracije različno ožganih trsk in vzorec brez dodanih trsk. Degustatorji so vzorce ocenjevali po hedonski metodi senzoričnega ocenjevanja, pri kateri so izmed vzorcev morali izbrati najboljšega glede na parameter všečnosti barve, vonja, okusa, harmonije in splošnega vtisa, ter ga opisno primerjati z ostalimi vzorci.

3.2.6.1 Hedonska metoda senzoričnega ocenjevanja

Hedonska metoda senzoričnega ocenjevanja se uporablja v potrošniških raziskavah, pri katerih se vprašamo kako nam je vzorec všeč in kateri vzorec bi bil najbolj sprejemljiv. S to metodo ne analiziramo posameznih senzoričnih lastnosti izdelka, temveč le ocenimo všečnost izdelka z vidika potrošnika. Degustatorji pri tem preskusu so lahko nešolani (Golob in sod., 2005).

4 REZULTATI IN DISKUSIJA

Uporaba trsk v tehnologiji pridelave vin poleg pocenitve proizvodnje prispeva tudi k aromi in kakovosti vin. Izvor in vrsta lesa, ki se uporabi pri pripravi trsk, ima poleg temperature in časa sekundarnega žganja, odločilen vpliv na spremembo arome in kakovosti vin.

4.1 Površina lesa na volumen vina

V tehnologiji si želimo z množino uporabljenih trsk čim bolj približati razmerju stične površine lesa in volumna vina ali mošta v 225 l lesenem sodu. V literaturi za notranjo površino 225 l soda navajajo vrednost 2,04 m² (Garde – Cerdán in Azilicueta, 2006), kar pomeni 0,0091 m² površine lesa na liter vina.

Pri odmeri trsk proizvajalci vin običajno upoštevajo navodila proizvajalca trsk, ki priporočajo odmero različnih mas trsk v liter vina ali mošta. Proizvajalci vin tako ne poznajo razmerja površina lesa/volumen vina. Zato smo izmerili specifično aktivno površino pri poskusu uporabljenih trsk. Meritve so opravili na Fakulteti za kemijo in kemijsko tehnologijo Univerze v Ljubljani, z uporabo BET metode, na aparaturi ASAP 2020, firme Micromeritics. Pri BET metodi merimo adsorpcijo plinov ali par na trdne vzorce tako, da v evakuirano posodo z vzorcem dodamo znano množino plina ali pare in adsorbirano množino določimo s tehtanjem ali volumetrično. Iz množine adsorbiranega plina z BET (Brunauer, Emmett in Teller) enačbo izračunamo površinsko monoplastno sposobnost adsorpcije trdne snovi. Enačba je uporabna za izračun pri večplastni izotermnski fizisorpciji (Duncan J. Shaw, 1989).

Rezultati meritev so podani v Tabeli 1.

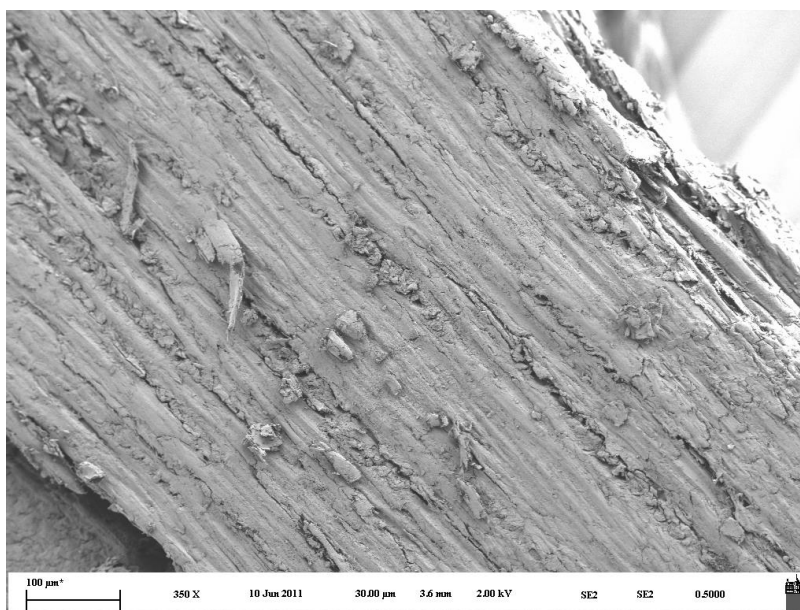
Oznaka vzorca	Specifična aktivna površina S_m (m ² /g)
AM MT	0,0987
AM HT	0,0995

Tabela 1: Specifična aktivna površina lesenih trsk

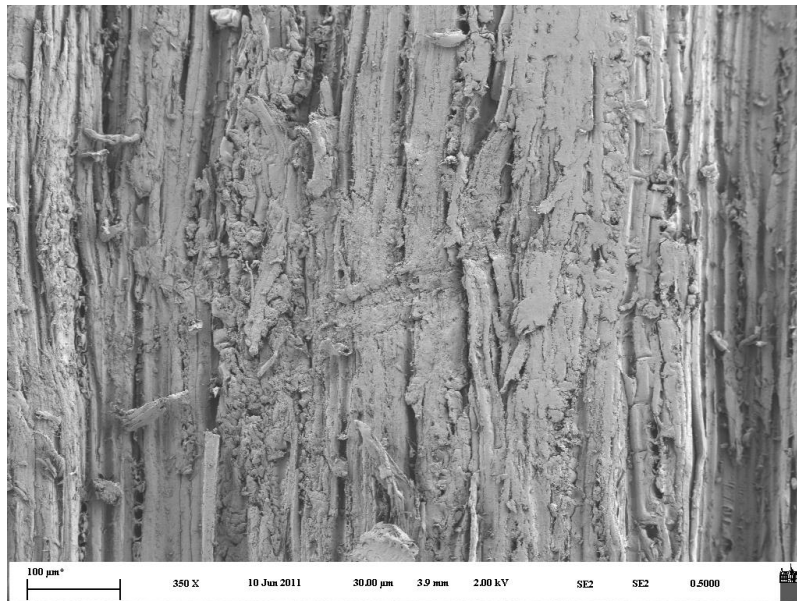
Pri oznakah vzorcev AM pomeni, da so bile trske izdelane iz lesa ameriškega hrasta, MT, da so bile trske srednje žgane, HT pa močno žgane. Iz rezultatov lahko sklepamo:

- stopnja žganja trsk vpliva na specifično aktivno površino trsk.
- Pri dodatku 1 g trsk na liter vina ali mošta pa že dosežemo želeno razmerje površina lesa/volumen vina ali mošta za 225 l lesen sod, ob predpostavki, da 2,04 m² ni geometrijska notranja površina, temveč specifična aktivna površina soda.

Za boljšo primerjavo površin bi morali za merjenje površin uporabiti druge metode (granulacijska analiza). Vpliv stopnje žganja trsk na njihovo površino je lepo opazen tudi na slikah 6 in 7, posnetih s SEM elektronskim mikroskopom ZEISS ULTRA PLUS na Fakulteti za kemijo in kemijsko tehnologijo. Za snemanje smo izbrali podobni trski HT in MT ter pod mikroskopom poiskali podobni površini na vsaki trski.



Slika 6: Posnetek površine AM MT trske



Slika 7: Posnetek površine AM HT trske

4.2 Rezultati kemijskih analiz

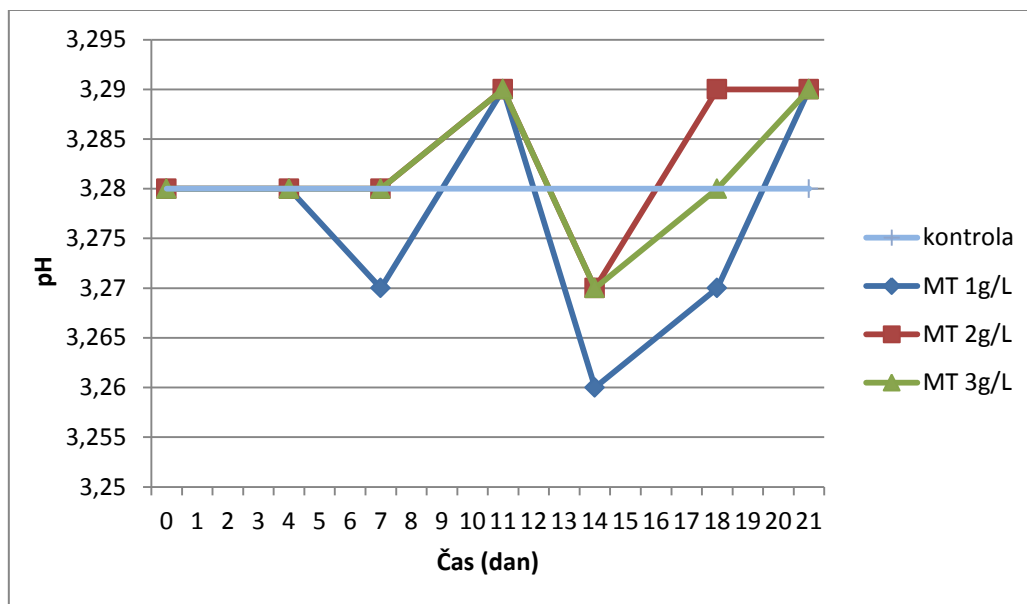
Med enomesečnim poskusom smo hitrost izluževanja fenolov iz trsk v vino zasledovali s spektrofotometričnim merjenjem časovne spremembe koncentracije skupnih polifenolov v vinu. Merili smo tudi časovne spremembe pH in koncentracije prostega SO₂. Rezultati kemijske analize začetnega vzorca vina so podani v tabeli 2.

skupna kislina	5,91 g/l
reducirajoči sladkor	2,7 g/l
alkohol	12,30 vol. %
pH	3,31
prosto žveplo	40 mg/l
puferska kapaciteta	36 mmol/LpH

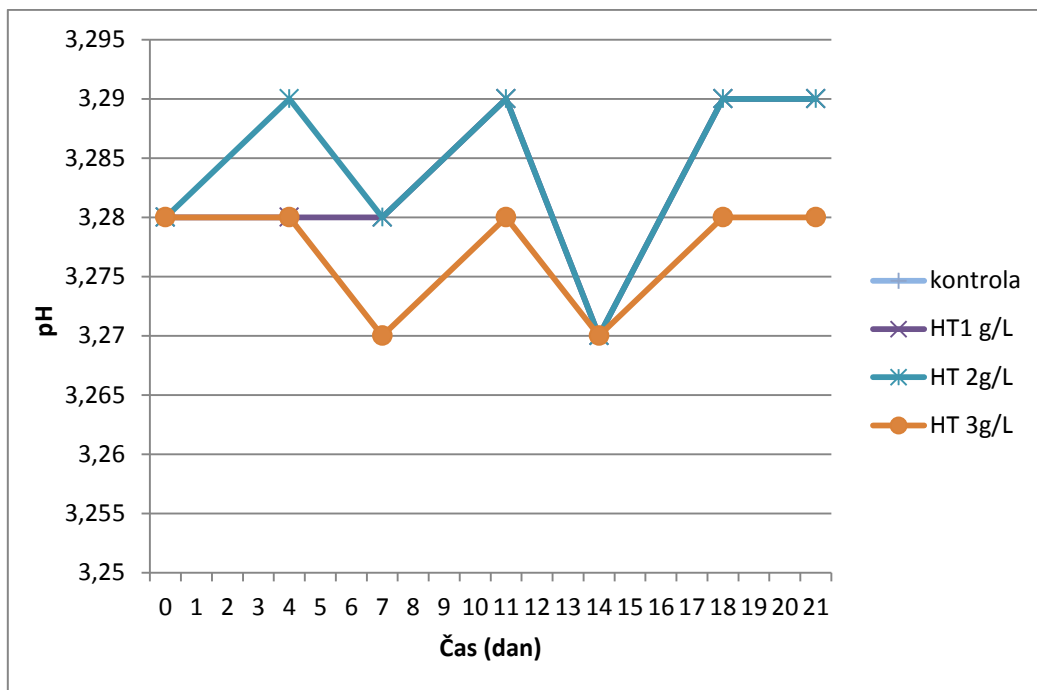
Tabela 2: Kemijska analiza začetnega vzorca vina

4.2.1 REZULTATI MERJENJA pH

Na slikah 8 in 9 so podane spremembe pH med poskusom. Opazimo, da vrednost pH niha in to za $\approx 0,03$ enote pH. Nihanja so v mejah ponovljivosti merjenj pH, zato lahko sklepamo, da se pH vzorcev med poskusom ne spreminja. Rezultati se ujemajo s pričakovanji, saj je vino tudi puferska raztopina, ker vsebuje kalijev hidrogen tartarat in vinsko kislino, ki tvorita osnovni par pufra (sol šibke kisline in močne baze ter šibka kislina) (Margalit, 2004). V času stika trsk z vinom se iz trsk v vino izlužijo tudi organske kisline (galna, ferulna, vanilinska, kumarna, hidroksicimetna, kofeinska, očetna), ki pa so vse šibke kisline (majhna konstanta disociacije) in tudi njihova koncentracija v vinu je nizka in zato ni presežena puferska kapaciteta vina. Iz slik je tudi opazno, da se začetni in končni pH vzorcev ne razlikujejo, čeprav smo v vino dodali različne koncentracija trsk (različna površina). Rezultati potrjujejo pomembno vlogo puferske kapacitete v pridelavi vin. V literaturi navajajo (Margalit, 2004), da pH vin po daljšem času zorenja rahlo pade zaradi reakcij, ki potekajo v vinih (nastanek estrov, izločanje kamna).



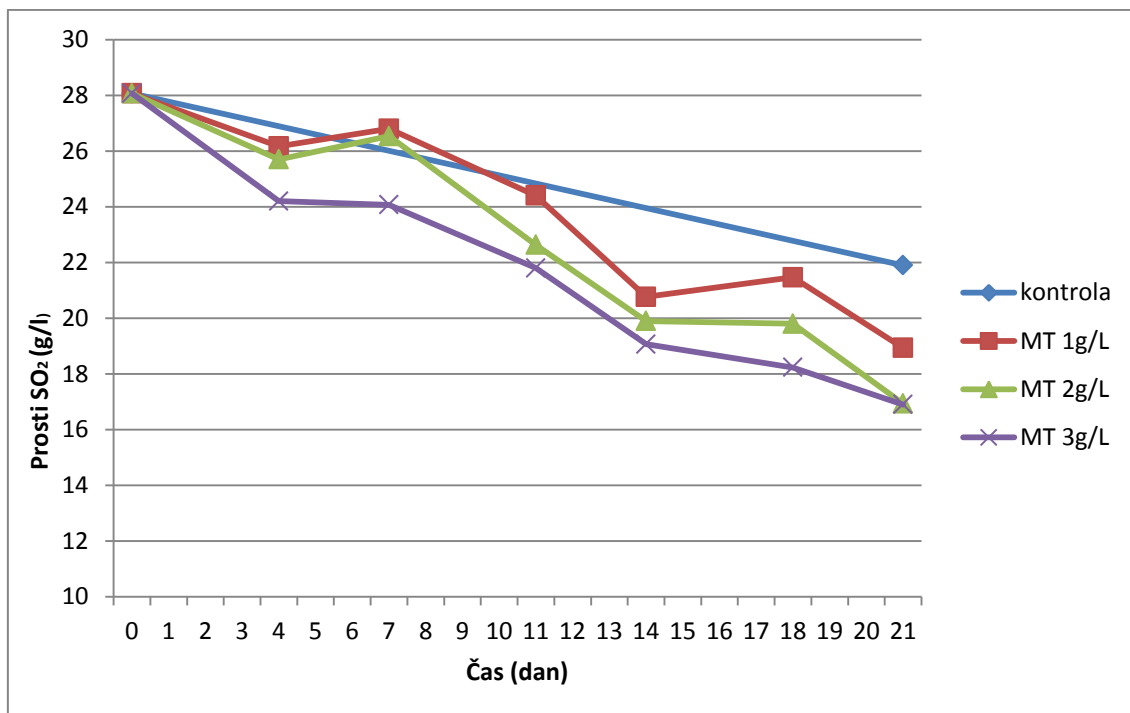
Slika 8: Časovna sprememba pH kot funkcija koncentracije AM MT trsk



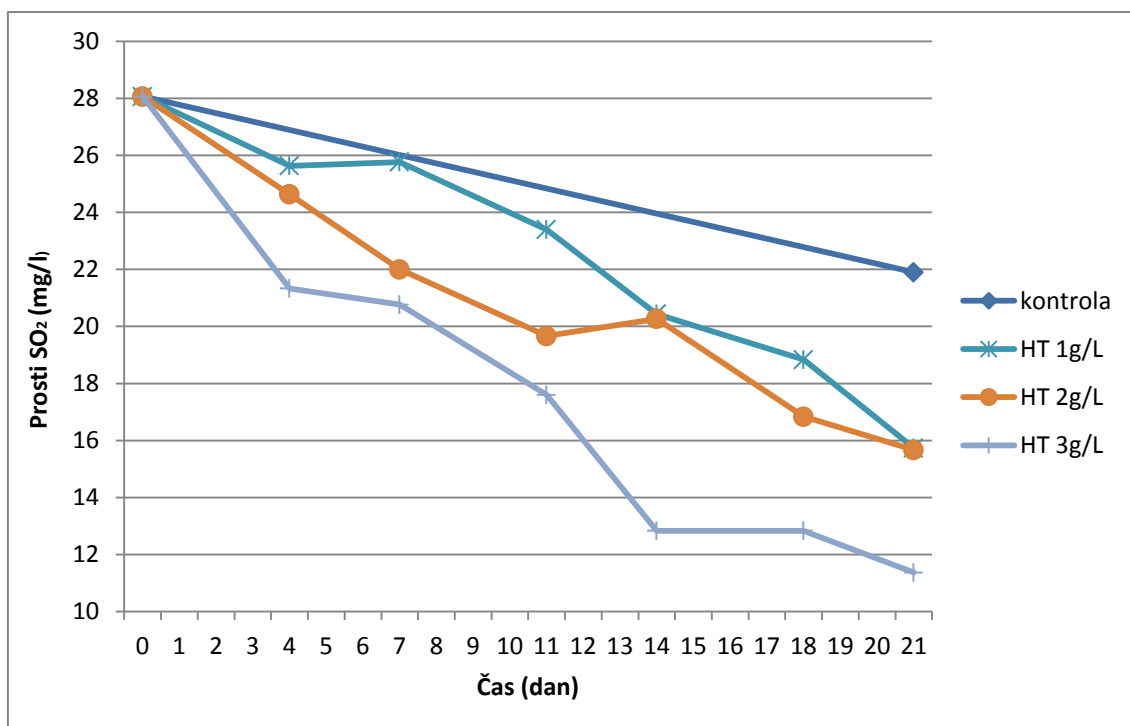
Slika 9: Časovna sprememba pH kot funkcija koncentracije AM HT trsk

4.2.1 REZULTATI MERJENJA PROSTEGA ŽVEPLOVEGA DIOKSIDA

Na slikah 10 in 11 so diagrami sprememb koncentracije prostega SO_2 kot funkcija koncentracije in žganja uporabljenih trsk. Rezultati titracij podajajo skupno koncentracijo zvrsti raztopljenega SO_2 . V vinu titriramo prosti SO_2 dveh zvrsti, raztopljen plin $\text{SO}_{2(\text{aq})}$ in anion $\text{HSO}_{3(\text{aq})}^-$. Razmerje med zvrstema je odvisno od pH vina. Pri nižjem pH je več $\text{SO}_{2(\text{aq})}$. Na diagramih je opazen trend zmanjševanja koncentracije prostega SO_2 . Trend je izrazitejši pri AM HT trskah in se pri obeh vrstah trsk povečuje s koncentracijo trsk (večja površina trsk). Opažanja nas napeljujejo k sklepu, da je padec koncentracije prostega SO_2 povezan z množino absorbiranega zraka na aktivno površino trsk (trditev zahteva dodatne meritve). Zmanjšanje koncentracije je lahko povezano tudi s kemijskimi reakcijami $\text{SO}_{2(\text{aq})}$ z izluženimi spojinami iz trsk ali spojinami v vinu, posebej, če je bilo grozdje ob trgatvi slabše kakovosti. Prav tako ne smemo zanemariti tudi difuzije zraka skozi zamaške ob nepazljivem zapiranju steklenic z vzorci.



Slika 10: Spremembe koncentracij prostega SO₂ kot funkcija koncentracije AM MT trsk



Slika 11: Spremembe koncentracij prostega SO₂ kot funkcija koncentracije AM HT trsk

4.2.3 REZULTATI MERJENJA VSEBNOSTI SKUPNIH FENOLOV

Na slikah 12 in 13 so v diagramih rezultati časovnih sprememb skupne koncentracije polifenolov. Izstopajoča posebnost v diagramih je izrazit porast koncentracije polifenolov po enajstih dneh stika trske/vino. Ker je ta izrazit porast pri vseh koncentracijah in vrstah trsk podoben, sklepamo, da smo pri teh meritvah (v tem dnevu) naredili slučajno napako. Navkljub temu pa lahko iz meritev razberemo, da pri vseh vzorcih koncentracije polifenolov v prvih enajstih dneh naraščajo in potem padajo. Po enaindvajsetih dneh, ko smo zaključili poskuse, pa so koncentracije rahlo večje kot na začetku. Majhen porast koncentracij polifenolov enaindvajseti dan ne moremo razložiti, ker je možnih vzrokov več. Z nadaljnimi meritvami pa bi lahko ugotovili trende sprememb. Druga zanimivost je, da so koncentracije polifenolov pri bolj žganih trskah nižje kot pri manj žganih. Vzrok tiči v višji temperaturi žganja trsk, ki povzroča večji termični razpad kemijskih spojin, tudi polifenolov. V literaturi zasledimo le malo podatkov o spremembah koncentracij polifenolov pri uporabi trsk pri pridelavi belih vin, saj trske največ uporabljajo pri pridelavi rdečih vin. Meritve izluževanja neflavonoidov v Sauvignon vinu, zorjenemu v lesenih sodih, potrjujejo porast koncentracije teh spojin s časom zorenja (Margalit, 2004).

Žal so prve meritve koncentracije neflavonoidov avtorji opravili šele po štirinajstih dneh stika lesa z vinom, prav tako niso navedli točnih podatkov o lesenih sodih, kar onemogoča primerjavo rezultatov. Pri nekaterih časovnih meritvah sprememb koncentracij polifenolov v rdečih vinih pa so raziskovalci ugotovili, da se po prvem mesecu koncentracija polifenolov pada (Del Alamo Sanza in sod., 2004).

Isti avtor je tudi ugotovil, da se koncentracije različnih nizkomolekularnih fenolov različno časovno spreminjajo (Del Alamo Sanza in sod., 2006).

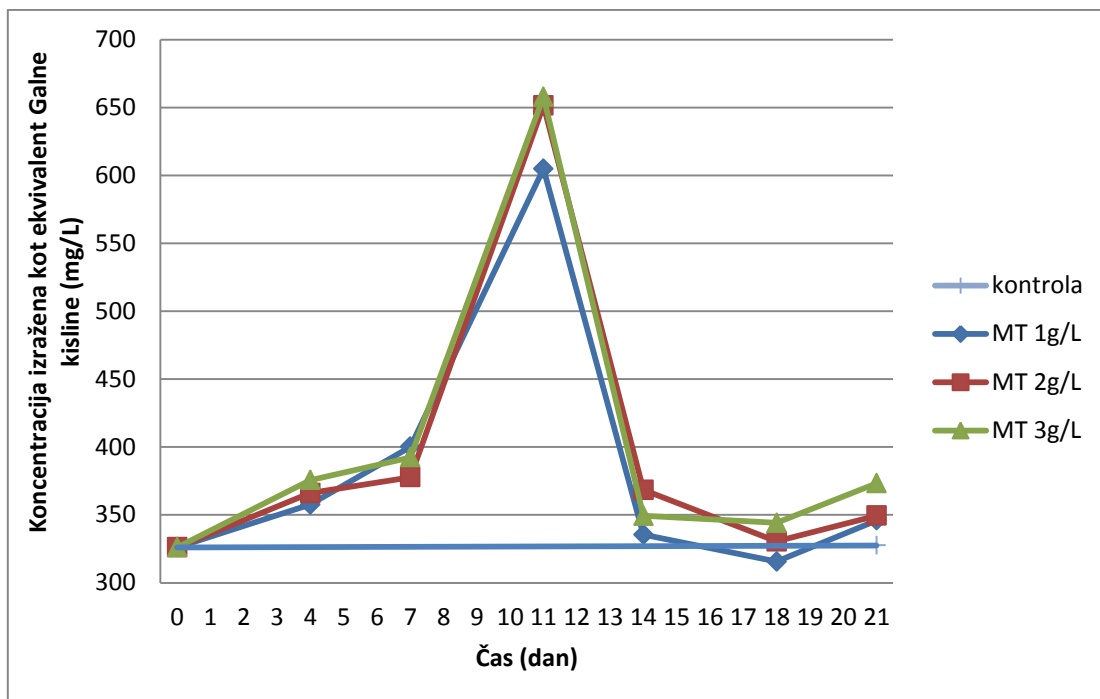
Potek izluževanja spojin iz trsk, dodanih v steklenice, so raziskovalci zasledovali z merjenjem sprememb koncentracij furfuralov, guajakola, eugenola, laktonov, vanilina in siringaldehida (Arapistas in sod., 2004).

Ugotovili so, da koncentracije vseh merjenih spojin rastejo v prvih štirinajstih dneh. Zanimivo je, da so tudi ti avtorji opazili nenaden porast koncentracij nekaterih spojin in to po šestih dneh in potem nadaljnji padec. Porast sicer ni bil tako izrazit kot pri naših

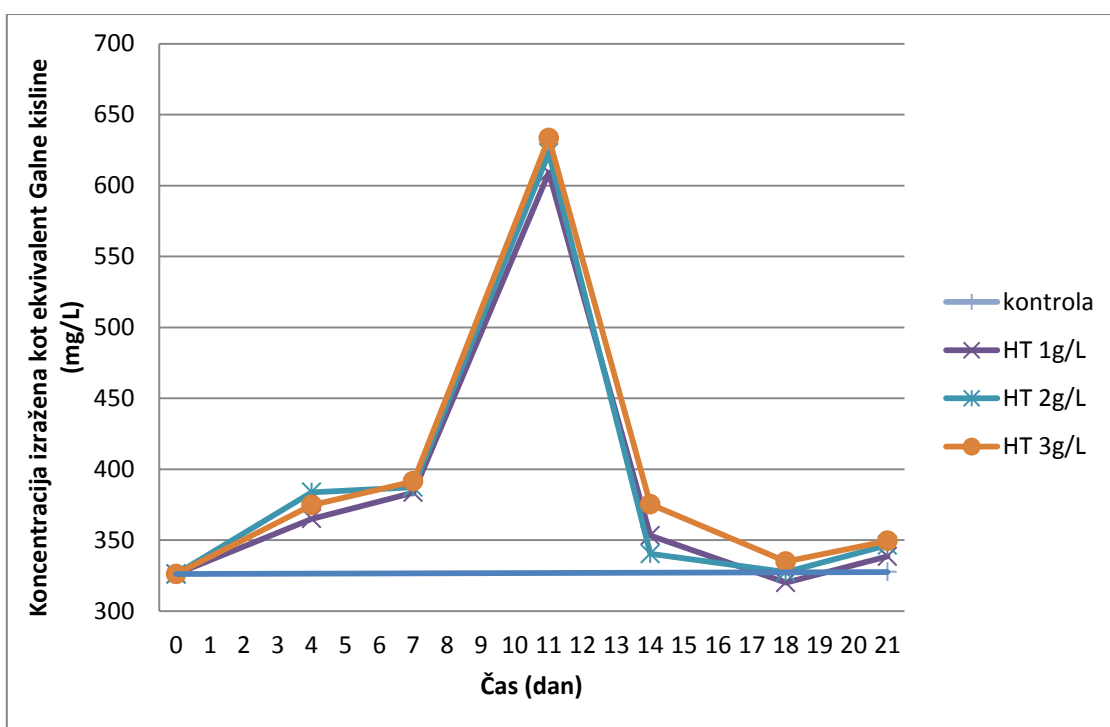
meritvah. Zanimive so tudi primerjave hitrosti izluževanja C-glukozidnih elagitaninov iz lesa v sodih in ob uporabi trsk (Jourdes in sod., 2011).

Avtorji so ugotovili, da je izluževanje hitrejše v primeru uporabe trsk neodvisno od vrste rdečega vina. To pojasnjujejo z večjo možnostjo pronicanja vina v notranjost trsk, kot to poteka v lesene doge soda. V obeh primerih pa koncentracija zasledovanih spojin pada pri daljšem času zorenja (3–12) mesecev. Naši poskusi so potekali znatno krajši čas, pa je vseeno opazen padec koncentracije polifenolov. Za primerjavo z našimi rezultati so zanimivi tudi rezultati merjenja časovne spremembe koncentracij isoeugenolov, eugenolov in guajakola pri uporabi različnih vrst hrastovih trsk (Rodríguez – Bencomo in sod., 2008).

Raziskovalci so ugotovili časovno porast koncentracij vseh zasledovanih spojin v trideset dnevem vodenju poskusov. Tudi pri teh poskusih so po petnajstih dneh opazili koncentracijski maksimum guajakola.



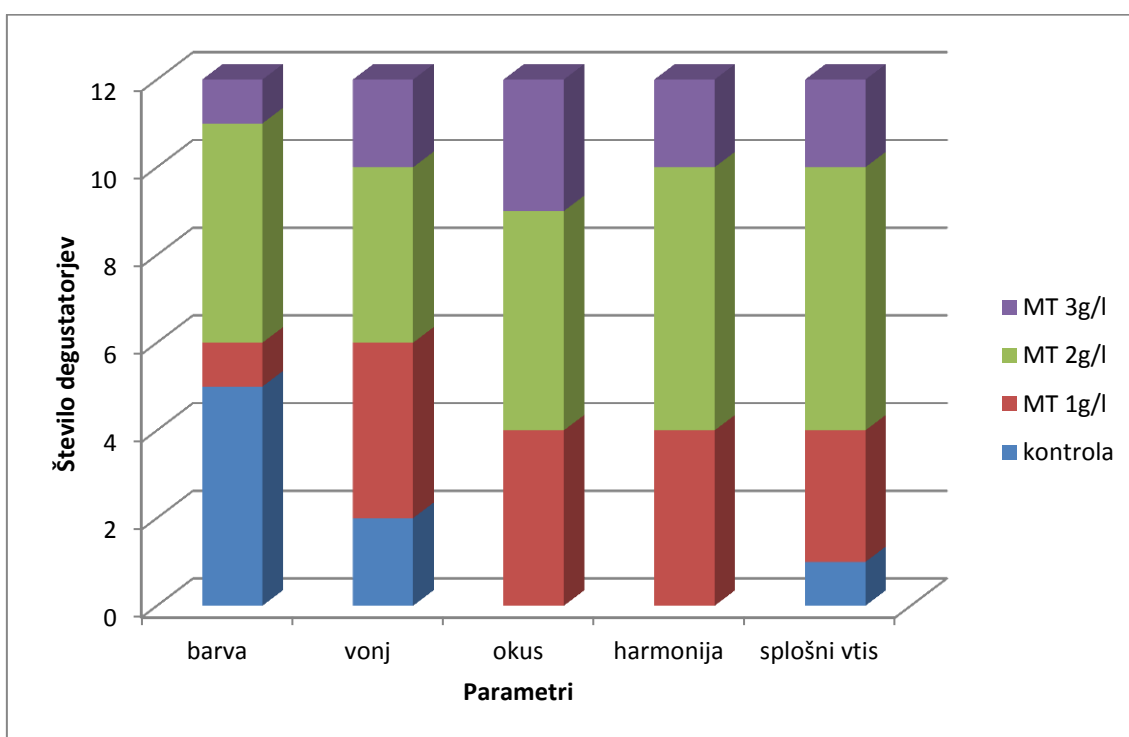
Slika 12: Časovne spremembe skupnih fenolov kot funkcija koncentracije AM MT trsk



Slika 13: Časovne spremembe skupnih polifenolov kot funkcija koncentracije AM HT trsk

4.2.4 REZULTATI ORGANOLEPTIČNE PRIMERJAVE

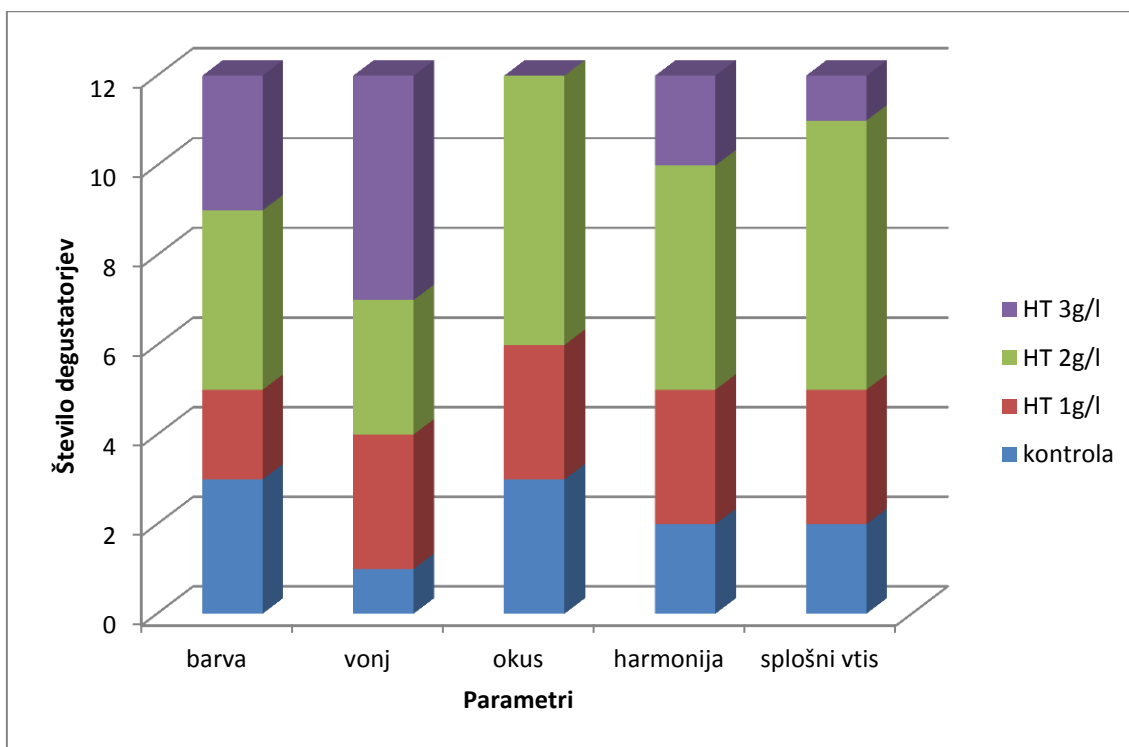
Iz opravljenih meritev ne morem direktno sklepati na prednosti ali slabosti uporabe trsk pri pridelavi belih vin. Tudi podatki iz literature ne podajo enoznačnega odgovora. O primernosti uporabe, poleg tehnoloških zahtev, imajo pomembno vlogo kupci. Če je pridelano vino kupcem všeč, potem je tudi uporaba trsk opravičljiva. Zato smo na koncu poskusa pripravili organoleptično primerjavo vzorcev vin. Rezultati primerjave so prikazani na slikah 14 in 15.



Slika 14: Všečnost vzorcev po različnih parametrih (trske AM – MT)

Slika 13 prikazuje rezultate organoleptične primerjave vzorcev Sivega pinota, v katerega so bile dodane srednje ožgane hrastove trske (AM MT). Med vzorci so degustatorji primerjali barvo, vonj, okus, harmonijo in ocenili njihov splošni vtis. Pri barvi je bila petim ocenjevalcem najbolj všeč barva vzorcev, v katere ni bilo dodanih hrastovih trsk, petim pa barva, v katere je bilo dodanih po 2g/l hrastovih trsk. Enemu ocenjevalcu je bila najbolj všeč barva vzorca, v katerega je bilo dodano 1g/l in enemu barva vzorca s 3 g/l dodatka hrastovih trsk. Pri vonju je bil štirim ocenjevalcem najbolj všeč vzorec z dodatkom 1 g/l in enemu vonj z 2 g/l hrastovih trsk. Dvema

ocenjevalcema je bil najbolj všeč vonj brez dodatka, dvema pa s 3 g/l dodatka hrastovih trsk. Okus, ki ga je pet ocenjevalcev ocenilo kot najboljšega, je bil z dodatkom 2g/l hrastovih trsk. Trem ocenjevalcem je bil najbolj všeč z dodatkom 1 g/l hrastovih trsk, trem pa z dodatkom 3 g/l hrastovih trsk. Nobenemu ocenjevalcu ni bil všeč vzorec brez hrastovih trsk. Najbolj harmonično vino se je polovici ocenjevalcev zdelo z dodatkom 2 g/l hrastovih trsk, trem z dodatkom 1 g/l hrastovih trsk, dvema pa z dodatkom 3 g/l hrastovih trsk. Nobenemu ocenjevalcu ni bilo najbolj harmonično vino brez dodatka hrastovih trsk. Najboljši splošni vtis je polovici ocenjevalcev pustilo vino z 2 g/l hrastovih trsk, trem z dodatkom 1 g/l hrastovih trsk, dvema z dodatkom 3 g/l hrastovih trsk, enemu pa brez dodatka hrastovih trsk.



Slika 15: Všečnost vzorcev po različnih parametrih (trske AM – HT)

Slika 14 prikazuje rezultate organoleptične primerjave vzorcev Sivi pinot, v katerega so bile dodane močno ožgane hrastove trske. Med vzorci so degustatorji primerjali barvo, vonj, okus, harmonijo in ocenili splošni vtis. Barva, ki je bila najbolj všeč štirim ocenjevalcem, je bila z dodatkom 2 g/l hrastovih trsk. Trem ocenjevalcem je bila najbolj všeč barva brez dodatka trsk, trem pa z dodatkom 3 g/l hrastovih trsk. Dvema

ocenjevalcema je bil najbolj všeč vzorec z dodatkom 1 g/l hrastovih trsk. Pri vonju je bil petim ocenjevalcem najbolj všeč vzorec z dodatkom 3 g/l hrastovih trsk. Trem ocenjevalcem je bil najboljši vzorec z dodatkom 1 g/l in trem z 2 g/l hrastovih trsk. Enemu ocenjevalcu je bil najboljši vonj pri vzorcu brez dodatka hrastovih trsk. Okus, ki se je polovici ocenjevalcev zdel najboljši, je bil z dodatkom 2g/l hrastovih trsk. Trem ocenjevalcem je bil najbolj všeč vzorec brez dodatka in trem z dodatkom 1g/l hrastovih trsk. Nobenemu ocenjevalcu ni bil najbolj všeč vzorec z dodatkom 3 g/l hrastovih trsk. Najbolj harmonično vino se je petim ocenjevalcem zdelo z dodatkom 2 g/l hrastovih trsk, trem z dodatkom 1 g/l hrastovih trsk, po dvema pa brez in z dodatkom 3 g/l hrastovih trsk. Najboljši splošni vtis je polovici ocenjevalcem pustilo vino z 2 g/l hrastovih trsk, trem z dodatkom 1 g/l hrastovih trsk, dvema brez dodatka hrastovih trsk, enemu pa z dodatkom 3 g/l hrastovih trsk.

5. ZAKLJUČEK

Zorenje vin v sodih ali z dodatkom trsk je kompliciran proces, ki zavisi od različnih faktorjev, nekateri od teh zahtevajo še mnogo dodatnih raziskav. Pomembno je, da razumemo medsebojni vpliv kemijske sestave vina in kemijske sestave lesa na procese izluževanja spojin iz lesa. Iz rezultatov enomesečnih poskusov, pri katerih smo zasledovali časovne spremembe pH, koncentracije prostega SO₂ in skupne koncentracije polifenolov v vzorcih vin in to v odvisnosti od moči žganja in koncentracije v vino dodanih trsk, lahko povzamemo naslednje zaključke.

Dodatek trsk v vino ni vplival na časovno spremembo pH, kar je posledica dovolj visoke puferske kapacitete vina.

Koncentracija prostega SO₂ je časovno padala. Zmanjšanje koncentracije je odvisno od koncentracije in moči žganja dodanih trsk. Padec koncentracije je verjetno povezan z absorbiranim zrakom na površino trsk, vendar so za potrditev hipoteze nujni še dodatni poskusi.

Skupna koncentracija polifenolov raste prvih enajst dni, potem pa pada in je po enaindvajsetih dneh le malo višja kot na začetku poskusov.

Rezultatov nismo mogli primerjati s podatki iz literature, ker je le-teh za bela vina malo, in zaradi uporabe različnih trsk in načina poskusov niso medsebojno primerljivi. Pri belih vinih se namreč trske največ uporabljajo med fermentacijo in ne za zorenje vin.

Z organoleptično primerjavo je degustatorjem bilo najbolj všečno vino z dodatkom 2 g/l srednje žganih trsk iz ameriškega hrasta.

Z uporabo trsk pri tehnologiji pridelave belih vin lahko izboljšamo okus in aromo teh vin. Svetujemo pa, da vinarji ne uporabijo največje proizvajalčeve priporočljive koncentracije trsk. Najbolje pa je, da pred uporabo trsk s poskusi ugotovijo optimalno koncentracijo in vrsto trsk.

6. VIRI

Arapistas P., Antonopoulos A., Dourtoglou V.G. (2004). Artificial aging of wine using oak chips. *Food Chemistry*, let. 86, št. 4, str. 563–570.

Bautista – Ortín A.B., Lencina A. G., Cano – López M., Pardo – Mínguez F., López – Roca J. M., Gómez – Plaza E. (2008). The use oak chips during the ageing of a red wine in stainless steel tanks or used barrels: effect of the contact time and size of the oak chips on aroma compounds. *Australian Journal of Grape and Wine Research*, let. 14, št. 2, 63–70.

Bozalongo R., Carrillo J.D., Torroba M.Á.F., Tena M.T. (2007). Analysis of French and American oak chips with different toasting degrees by headspace – phase microextraction – gas chromatography – mass spectrometry. *Journal of Chromatography*, let. 1173, št. 1–2, str. 10–17.

Cadahía E., Fernández de Simon B., Jalocha J. (2010). Volatile Compounds in Spanish, French, and American Oak Woods after Natural Seasoning and Toasting. *Journal of Agricultural Food Chemistry*, let. 51, št. 20, str. 5923–5932.

Campbell J. I., Sykes M., Sefton M. A., Pollnitz A. P. (2005). The effects of size, temperature and air contact on the outcome of heating oak fragments, *Australian Journal of Grape and Wine Research*, let. 11, št. 3, 348–354.

De Simon B.F., Muiño I., Cadahia E. (2010). Characterization of Volatile Constituents in Commercial Oak Wood Chips. *Journal of Agricultural Food Chemistry*, let. 58, št. 17, str. 9587–9596.

Del Alamo Sanza M., Fernández Escudero J.A., Castro Torío R.DE. (2004). Changes in Phenolic Compounds and Colour Parameters of Red Wine Aged with Oak Chips and Oak Barrels. *Food Science and Technology International*, let. 10, št. 4, str. 233–241.

Del Alamo Sanza M., Nevares Domíguez I., Cárcel Cárcel L.M., Navas Gracia L. (2006). Analysis for low molecular weight phenolic compounds in a red wine aged in oak chips. *Analytica Chimica Acta*, let. 513, št. 1, str. 229–237.

Dinwoodie J.M., OBE. (2004). *Timber. Its nature and behaviour*, 2nd Edition, London, New York: E & FN SPON.

Duncan J. Shaw (1989). *Introduction to Colloid and Surface Chemistry*, 3rd Edition, Butterworth and Co.

Fernández de Simón B., Cadahía E., del Álamo M., Nevares I. (2010). Effect of size, seasoning and toasting in the volatile compounds in toasted oak wood and in a red wine treated with them. *Analytica Chimica Acta*, let. 660, št. 1–2, 211–220.

Garde – Cerdán T., Ancín – Azpilicueta C. (2006). Review of quality factors on wine ageing in oak barrels. *Trends in Food Science and Technology*, let. 17, št. 8, str. 438–447.

Golob T., Jamnik M., Bertonecelj J., Doberšek U., (2005). Senzorična analiza: metode in preskuševalci

Jourdes M., Michel J., Saucier C., Quideau S., Teissedre P.L. (2011). Identification, amounts, and kinetics of extraction of C – glucosidic ellagitannins during wine aging in oak barrels or in stainless steel tanks with oak chips. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, let. 401, št. 5, str. 1531–1539.

Margalit, Y. (2004). *Concepts in Wine Chemistry*, 2^{ed} Edition, San Francisco: The Wine Appreciation Guild.

Ribéreau – Gayon P., Glories Y., Maujean A., Dubourdieu D. (2006). *Handbook of Enology: The Chemistry of Wine Stabilization and Treatments*, Volume 2, 2nd Edition, Chichester, England: John Wiley & Sons, Ltd.

Rodríguez – Bencomo J. J., Ortega – Heras M., Pérez Magariño S., González – Huerta C., González – San Jose M. L. (2008). Importance of Chip Selection and Elaboration Process on the Aromatic Composition of Finished Wines. *Journal of Agricultural Food Chemistry*, let. 56, št. 13, str. 5102–5111.

Zoecklein, B.W., Fugelsang, K.C., Gump B.H., Nury F.S. (1999). *Wine Analysis and Production*, New York: Kluwer Academic/Plenum Publishers.

KAZALO PRILOG

- Priloga A: Tabela z rezultati spremljanja spremembe pH kot funkcija koncentracije MT HT trsk.
- Priloga B: Tabela z rezultati spremljanja spremembe prostega SO₂ kot funkcija koncentracije MT HT trsk.
- Priloga C: Tabela z rezultati spremljanja spremembe koncentracij skupnih fenolov kot funkcija koncentracije MT HT trsk.
- Priloga D: Tabela z rezultati vsečnosti vzorcev po različnih parametrih (trske AM MT, HT).

PRILOGA A

	8. 7. 2011	12. 7. 2011	15. 7. 2011	19. 7. 2011	22. 7. 2011	26. 7. 2011	29. 7. 2011
kontrola	3,28	3,28	3,28	3,28	3,28	3,28	3,28
MT25012711	3,28	3,28	3,27	3,29	3,26	3,27	3,29
MT50012731	3,28	3,28	3,28	3,29	3,27	3,29	3,29
MT75012731	3,28	3,28	3,28	3,29	3,27	3,28	3,29
HT25012731	3,28	3,28	3,28	3,29	3,27	3,29	3,29
HT50012731	3,28	3,29	3,28	3,29	3,27	3,29	3,29
HT75012731	3,28	3,28	3,27	3,28	3,27	3,28	3,28

PRILOGA B

	8. 7. 2011	12. 7. 2011	15. 7. 2011	19. 7. 2011	22. 7. 2011	26. 7. 2011	29. 7. 2011
kontrola	28,0666667						21,9
MT25012711	28,0666667	26,1666667	26,8	24,4	20,7666667	21,4666667	18,9333333
MT50012731	28,0666667	25,7	26,5333333	22,6333333	19,9	19,8	16,9333333
MT75012731	28,0666667	24,2	24,0666667	21,8	19,0666667	18,2333333	16,9
HT25012731	28,0666667	25,6333333	25,7666667	23,4	20,4333333	18,8333333	15,7333333
HT50012731	28,0666667	24,6333333	22	19,6666667	20,2666667	16,8333333	15,6666667
HT75012731	28,0666667	21,3333333	20,7666667	17,6	12,8333333	12,8333333	11,3666667

PRILOGA C

	8. 7. 2011	12. 7. 2011	15. 7. 2011	19. 7. 2011	22. 7. 2011	26. 7. 2011	29. 7. 2011
kontrola	326,060947						327,516747
MT25012711	326,060947	357,631973	400,112315	604,843913	335,420125	315,584517	345,9461
MT50012731	326,060947	366,061933	377,779615	651,463637	368,409447	330,481183	349,4246
MT75012731	326,060947	375,648947	392,29587	657,893943	349,34145	344,186117	373,3103
HT25012731	326,060947	364,90488	383,448685	609,228213	353,053803	319,90455	338,448
HT50012731	326,060947	383,74832	387,14217	622,965687	340,22931	327,427367	346,3326
HT75012731	326,060947	374,657187	391,351025	633,488007	375,243552	334,801217	349,4246

PRILOGA D

	barva	vonj	okus	harmonija	splošni vtis
kontrola	5	2	0	0	1
MT 1g/l	1	4	4	4	3
MT 2g/l	5	4	5	6	6
MT 3g/l	1	2	3	2	2
kontrola	3	1	3	2	2
HT 1g/l	2	3	3	3	3
HT 2g/l	4	3	6	5	6
HT 3g/l	3	5	0	2	1