

УДК 543.6

НОВЫЕ ПРЕЦИЗИОННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА НА СЛУЖБЕ КАЧЕСТВА И БЕЗОПАСНОСТИ ВИНОДЕЛЬЧЕСКОЙ ПРОДУКЦИИ

Гугучкина Т.И., д-р .с.-х. наук, Кушнерева Е.В., канд. техн. наук, Антоненко М.В., канд. техн. наук, Марковский М.Г., канд. техн. наук, Белякова Е.А., канд. с.-х. наук
Государственное научное учреждение Северо-Кавказский зональный научно-исследовательский институт садоводства и виноградарства Россельхозакадемии
(Краснодар)

Реферат. Разработаны методики определения мальвидин-3,5-дигликозида, охратоксина А, патулина, биогенных аминов.

Ключевые слова: капиллярный электрофорез, мальвидин-3,5-дигликозид, патулин, охратоксин А.

Summary. Were developed the methodology for determining the malvidin-3,5-diglikozida, ochratoxin A, patulin, biogenic amines.

Keywords: capillary electrophoresis, malvidin-3,5-diglikozid, patulin, ochratoxin A.

Введение. Научно-исследовательские аккредитованные лаборатории являются очень важным звеном в цепочке контроля качества всей пищевой продукции, в том числе и алкогольной. Издавна работая в отрасли, сталкиваясь с ее проблемами, хорошо разбираясь в вопросах химии и биотехнологии, на чем построена вся исследовательская деятельность испытательных лабораторий и имея высококвалифицированный штат инженеров-технологов, экспертов-дегустаторов, агрономов, биохимиков со степенью докторов и кандидатов наук – такая лаборатория представляет большую ценность для решения многих вопросов качества и безопасности продукции.

Имеющееся в арсенале лаборатории оборудование и приборы позволяют на новом, современном уровне определять ранее не выявленные или недостаточно известные компоненты. Так, предпосылками необходимости разработки методик определения мальвидин-3,5-дигликозида, охратоксина А, патулина и биогенных аминов в винодельческой продукции явилось:

- появление на рынке вина некачественной, небезопасной продукции;
- отсутствие в РФ перечня показателей безопасности винодельческой продукции, гармонизированного с международным;
- отсутствие утвержденных в законодательном порядке максимально- допустимых норм показателей безопасности винодельческой продукции;
- недостаточное внедрение в практику испытательных центров современных, экспрессных, высокоточных методик определения показателей безопасности вин и коньяков.

Разработка методов определения показателей безопасности винодельческой продукции необходима, в первую очередь, для применения и исполнения требований Регламента Таможенного союза, для гармонизации перечня современных, прецизионных методов определения показателей безопасности винодельческой продукции с международными, а также для утверждения российского перечня максимально допустимых норм показателей безопасности для вин, водок и коньяков. Немаловажен здесь и социальный эффект, заключающийся в заботе о здоровье потребителей и в предупреждении и сокращении появления на алкогольном рынке небезопасной продукции.

Основными целями при выполнении исследовательской работы являлись:

- разработка методов для применения и исполнения требований Технического Регламента Таможенного союза «О безопасности алкогольной продукции», обеспечение ответственности технического регулирования качества и безопасности пищевой продукции с

требованиями ВТО, гармонизация методик с требованиями МОВВ, Директивами и Регламентами Европейского Парламента и Совета Европейского Союза в сфере производства и оборота винодельческой продукции. Разработанные методики должны быть аттестованы и внесены в реестр Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений. Для отработки точности и воспроизводимости методик определения токсичных веществ анализировались вина и виноматериалы столовые сухие, полусухие, полусладкие белые и красные, вина ликерные, фруктовые (плодовые), напитки винные, вина насыщенные углекислотой, российские коньяки и напитки брожения слабоалкогольные.

Объекты и методы исследований. Испытания проводились на базе научного центра виноделия СКЗНИИСиВ, оснащенного системой капиллярного электрофореза «Капель 105» с кварцевым 50 см капилляром с внутренним диаметром капилляра 75 мкм; диапазоны длин волн фотометрического детектора 190-380 нм, программное обеспечение «Мульти-Хром» [1].

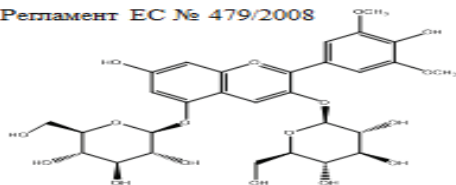
Преимуществом определения показателей безопасности винодельческой продукции с помощью этой системы является ее экспрессность, простота, прецизионность в условиях воспроизводимости.

Результаты и обсуждение. В результате патентного поиска выявлено, что предлагаемые к разработке методы определения мальвидин-3,5-дигликозида, биогенных аминов, охратоксина А и патулина в винодельческой продукции с помощью капиллярного электрофореза обладают патентной чистотой и могут быть свободно использованы на территории Российской Федерации.

Необходимость определения мальвидин-3,5-дигликозида связана с тем, что международные требования, изложенные в Регламенте ЕС № 479/2008, предъявляют требования к сортам винограда для приготовления вин [2]. Эти сорта должны принадлежать к виду *Vitisvinifera* или происходить от скрещивания между этим и другими видами рода *Vitis*. В эту классификацию не должны быть включены следующие американские сорта: Ноа, Фрага албэ, Отелло, Изабелла, Одесса, Жакез, Клинтон, Плант дес Камес, План Позин, Гербермонт. Все вина, ввозимые на территорию стран ЕС с целью реализации, должны быть проверены на наличие в их составе мальвидин-3,5-дигликозида, концентрация которого не должна превышать 15 мг/дм³. Разработанный нами метод измерений мальвидин-3,5-дигликозида основан на разделении и количественном определении массовой концентрации этого вещества посредством капиллярного электрофореза под действием электрического тока в капилляре, регистрируя поглощение при длине волны 254 нм. Диапазон измерений – от 1 до 100 мг/дм³ (рис. 1).

Мальвидин-3,5-дигликозид

Регламент ЕС № 479/2008



Является маркером генетической принадлежности используемых при производстве вина сортов винограда. По его содержанию возможно определение чистосортности красного виноградного вина.

Относится к группе антоцианов и содержится в различных продуктах растительного происхождения.

Название сорта	Синонимы названия сорта
Ноа (Noah)	Ной (Noy), Фрага албэ (Fraga Albe)
Отелло (Othello)	Гибрид Арнольда (F1 Arnolda), Канадский гибрид (F1 Kanadskiy)
Изабелла (Isabella)	Вьющийся (Vjushchijsya), Кэшлуна (Keshluna), Одесса (Odessa)
Клинтон (Clinton)	Вортингтон (Vortington), Плант дес Камес (Plant des Carmes), Плант Позин (Plant Pouzin)
Жакез (Jacquez)	отсутствуют
Гербермонт (Herbermont)	отсутствуют

Рис. 1. Структурная формула мальвидин-3,5-дигликозида

Охратоксин А, структурная формула которого представлена на рис. 2, является очень токсичным веществом, обнаружению которого уделяется серьезное внимание из-за его нефратоксического, тератогенного, иммунодепрессивного и канцерогенного действия.

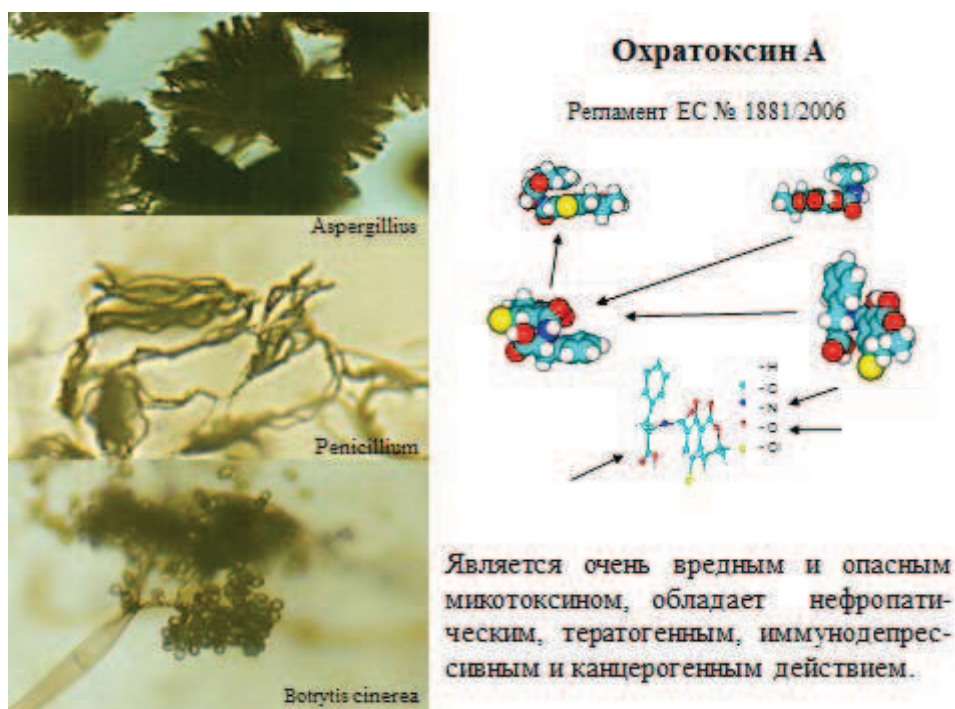


Рис. 2. Структурная формула охратоксина А

Патулин, структурная формула которого представлена на рисунке 3, как и охратоксин является метаболитом плесневых грибов, размножающихся на плодах яблок, груш, винограда. Патулин оказывает генотоксическое действие на организм человека.



Рис. 3. Структурная формула патулина

Биогенные амины относятся к веществам органической природы, содержатся в ферментированных продуктах питания и могут оказывать отрицательное воздействие на ор-

ганизм человека. Их накопление в вине ведет к нарушению физико-химических свойств продукции и оказывает токсичное действие на организм человека. Биогенные амины (рисунок 4) образуются и накапливаются под действием ферментных систем (во время спиртового брожения) или бактерий (яблочно-молочное брожение), или других микроорганизмов, ответственных за изменение биохимического состава вина. Основными биогенными аминами, наиболее часто идентифицируемыми в вине, являются путресцин, кадаверин, гистамин, 2-фенилэтиламин, тирамин и триптамин. Диапазоны измеряемых значений массовых концентраций биогенных аминов – от 0,1 до 50 мг/дм³. Пробоподготовка согласно разработанной методики включает сорбцию биогенных аминов на поверхности специального патрона с последующим элюированием абсорбированных аминов.


Биогенные амины		<u>Характеристика</u>
Путресцин		<p><i>Образуются в результате биологического декарбоксилирования аминокислот.</i></p> <p><i>Являются продуктом жизнедеятельности дрожжей и бактерий, ответственных за изменение биохимического состава вин.</i></p> <p><i>Относятся к токсичным веществам биогенной природы и оказывают отрицательное влияние на организм человека.</i></p>
Кадаверин		
Гистамин		
2-фенилэтиламин		
Тирамин		
Триптамин		

Рис. 4. Структурные формулы биогенных аминов

Метод измерений и охратоксина А и патулина предусматривает экстракцию этих микотоксинов органическими растворителями, разделении и количественном определении этих компонентов при длине волн 214 и 276 нм. Время анализа составляет 12 минут.

С помощью разработанных методик были проанализированы образцы винодельческой продукции, находящейся на рынке Российской Федерации. Нашими исследованиями установлено, что пределы допустимых норм содержания мальвидин-3,5-дигликозида, охратоксина А и патулина аналогичны европейским и они рекомендованы к включению в Технический регламент Таможенного Союза.

Максимально допустимой нормой содержания биогенных аминов в винодельческой продукции в законодательных документах Европейского Союза нет, она была установлена путем анализа более 500 наименований вин, находящихся на рынке для гистамина и составляет 10 мг/дм³.

Все разработанные методики прошли метрологическую аттестацию. На основе аттестованных методов установлены максимально допустимые нормы массовой концентрации мальвидин-3,5-дигликозида (15 мг/дм³), биогенных аминов, охратоксина А (0,002 мг/дм³) и патулина (0,05 мг/дм³) в винодельческой продукции, которые с принятием Таможенным союзом Технического регламента «О безопасности алкогольной продукции» [3] будут ис-

пользоваться центрами, аккредитованными испытательными лабораториями, производственными лабораториями для выявления опасной продукции.

Выводы. Показана целесообразность использования метода капиллярного электрофореза при разработке МВИ, основным достоинством которого является экспрессность и прецизионность.

Установлены и рекомендованы максимально допустимые нормы мальвидин-3,5-дигликозида, охратоксина А, патулина и биогенных аминов в винодельческой продукции.

Осуществлена апробация разработанных инструментальных методов анализа с использованием промышленных образцов винодельческой продукции, находящейся в обращении на рынке.

Разработанные методики определения мальвидин-3,5-дигликозида, охратоксина А, патулина, биогенных аминов аттестованы в установленном законодательном порядке и осуществлена их регистрация в реестре Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений. На основе аттестованных методов и установленных максимально допустимых норм токсичных веществ разработаны инструкции по выполнению измерений и определений массовых концентраций мальвидин-3,5-дигликозида, охратоксина А и патулина, а также биогенных аминов в винодельческой продукции.

Литература

1. Системы капиллярного электрофореза «капель®-105/105m» // Группа компаний «Люмекс» [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://www.lumex.ru/>
2. Регламент комиссии ЕС № 479/2008 от 29 апреля 2008 по общей организации рынка вина [Электронный ресурс]. Режим доступа: <http://www.wipo.int/wipolex/en/details.jsp?id=5422>
3. ТР ТС «О безопасности алкогольной продукции» (проект) [Электронный ресурс]. Режим доступа: <http://fsrar.ru/>