

УДК 663.252.9 (253.3)

**ЭКСПРЕСС-МЕТОД
СКАНИРУЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ
МИКРОСКОПИИ ДЛЯ
ИДЕНТИФИКАЦИИ ВЕЩЕСТВ,
ВЫЗЫВАЮЩИХ КОЛЛОИДНЫЕ
ПОМУТНЕНИЯ ВИН**

Агеева Наталья Михайловна
д-р техн. наук, профессор

*Государственное научное учреждение
Северо-Кавказский зональный научно-
исследовательский институт
садоводства и виноградарства
Россельхозакадемии,
Краснодар, Россия*

Андреева Вероника Евгеньевна

*Государственное образовательное
учреждение высшего профессионального
образования Южно-Российский
технический университет,
Новочеркасск, Россия*

С помощью сканирующей электронной микроскопии на рентгеновском энергодисперсионном микроанализаторе исследован состав осадков дубовых экстрактов до и после мадеризации. Применение нового метода позволяет проанализировать структуру и оценить элементный состав осадков.

Ключевые слова: МАДЕРА,
ЭКСТРАКТ ИЗ ДРЕВЕСИНЫ ДУБА,
СКАНИРУЮЩАЯ ЭЛЕКТРОННАЯ
МИКРОСКОПИЯ, СТРУКТУРА
ОСАДКА ВИН

UDC 663.252.9 (253.3)

**EXPRESS METHOD OF SCANNING
ELECTRON MICROSCOPY FOR
IDENTIFICATION OF SUBSTANCES
THAT CAUSE COLLOIDAL
TURBIDITY OF WINE**

Ageeva Natalia
Dr. Sci. Tech., Professor

*State Scientific Organization North
Caucasian Regional Research Institute of
Horticulture and Viticulture of the Russian
Academy of Agricultural Sciences,
Krasnodar, Russia*

Andreeva Veronika

*State Educational Institution for Higher
Professional Education South Russian State
Technical University
Novocherkassk, Russia*

Composition of sediments of oak extracts before and after maderization is studied using of scanning electron microscopy on X-ray energy dispersive microanalyzer. Application of new method allows to analyze the structure and to estimate the elemental composition of sediments.

Keywords: MADERA,
EXTRACT OF OAK WOOD,
SCANNING ELECTRON MICROSCOPY,
WINE SEDIMENT STRUCTURE

Введение. Идентификация помутнений, вызывающих выпадение осадка и нарушение товарного вида вина, является одной из основных задач энологии. Для этого применяют современные микроскопические методы, позволяющие определить тип помутнения и предложить возможные пути его устранения. Эти методы основаны на идентификации осадков при

действии на них химических реагентов. Однако с помощью такого тестирования не всегда удается установить наличие ионов металлов (калия, кальция, меди, железа) и анионов – хлоридов, сульфатов и фосфатов, образующих помутнения вин, и нет единой схемы анализа, охватывающей важнейшие факторы формирования помутнений.

Целью исследования является разработка и применение нового экспресс-метода установления элементного состава осадков вин и прогнозирования розливостойкости продукции с помощью сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) на рентгеновском энергодисперсионном микроанализаторе EDAX Genesis для возможности объективной оценки стабильности вин к помутнениям.

Объекты и методы исследований. Объектами исследования были специальное вино типа мадеры и экстракты из древесины дуба.

Для проведения экспериментов мадерные виноматериалы готовили по классической и ускоренной технологиям. Ускорение технологии достигается путем внесения экстрактов. Для оклейки с целью достижения розливостойкости вина применяли активированный кислотой бентонит Тарасовского месторождения (Ростовская область).

Структура и состав осадков, выделяемых при мадеризации из необработанного и оклеенного вина, а также из готовых экстрактов были изучены с применением методов сканирующей электронной микроскопии (СЭМ)* с исследованием элементного состава на рентгеновском энергодисперсионном микроанализаторе EDAX Genesis, в сравнении с традиционными методиками.

Тестирование на склонность к помутнениям и дозировку бентонита проводили по методике [1], применяя традиционную технику микроскопирования и пробной оклейки. При подготовке к современным физико-

* Исследование выполнено с применением оборудования ЦКП «Нанотехнологии ЮРГТУ (НПИ)» сканирующий электронный микроскоп Quanta 200.

химическим методам анализа на сканирующем электронном микроскопе Quanta 200 образцы осадков были отделены центрифугированием при 3,0 об/мин. в течение 10 мин., промыты раствором спирта и высушены при $T = 30^{\circ}\text{C}$.

Обсуждение результатов. При производстве специальных вин для повышения типичности и полноты их вкуса применяют экстракты из древесины дуба, семян винограда, виноградных гребней. Их внесение в вино вызывает дополнительный риск образования коллоидных помутнений. Оклейка сорбентами, например природным или активированным бентонитом в сочетании с желатином или поливинилпирролидоном, позволяет достичь стабильной устойчивости вин к помутнениям [2]. Однако сложный состав вина и сорбентов заставляет кропотливо подбирать тип сорбента, схему обработки и дозировки препаратов.

Для вин типа мадеры внесение вспомогательных экстрактивных материалов положительно влияет на вкус и аромат, позволяет сократить сроки производства и достижения типичности без ущерба для качества. Происходящая интенсификация физико-химических процессов за счет внесения экстрактов приводит к обогащению вина сложными ароматическими продуктами, имеющими характерный вкус с эфирно-альдегидными тонами, оттенками ржаной корочки и каленого ореха.

Применение современных физико-химических методов анализа СЭМ с исследованием элементного состава на рентгеновском энергодисперсионном микроанализаторе EDAX Genesis позволило идентифицировать катионы металлов в винах, а также изучить структуру осадков.

Традиционные методы микроскопирования с применением растворителей щелочной природы позволили выявить наличие в осадке экстрактов и вин после мадеризации точечных частиц темно-коричневого цвета, представляющих собой окисленные формы фенольных соединений.

Для изучения элементного состава и идентификации частиц в осадках из мадеры и экстрактов древесины дуба применен метод энергодисперсионного анализа (рис. 1 и 2).

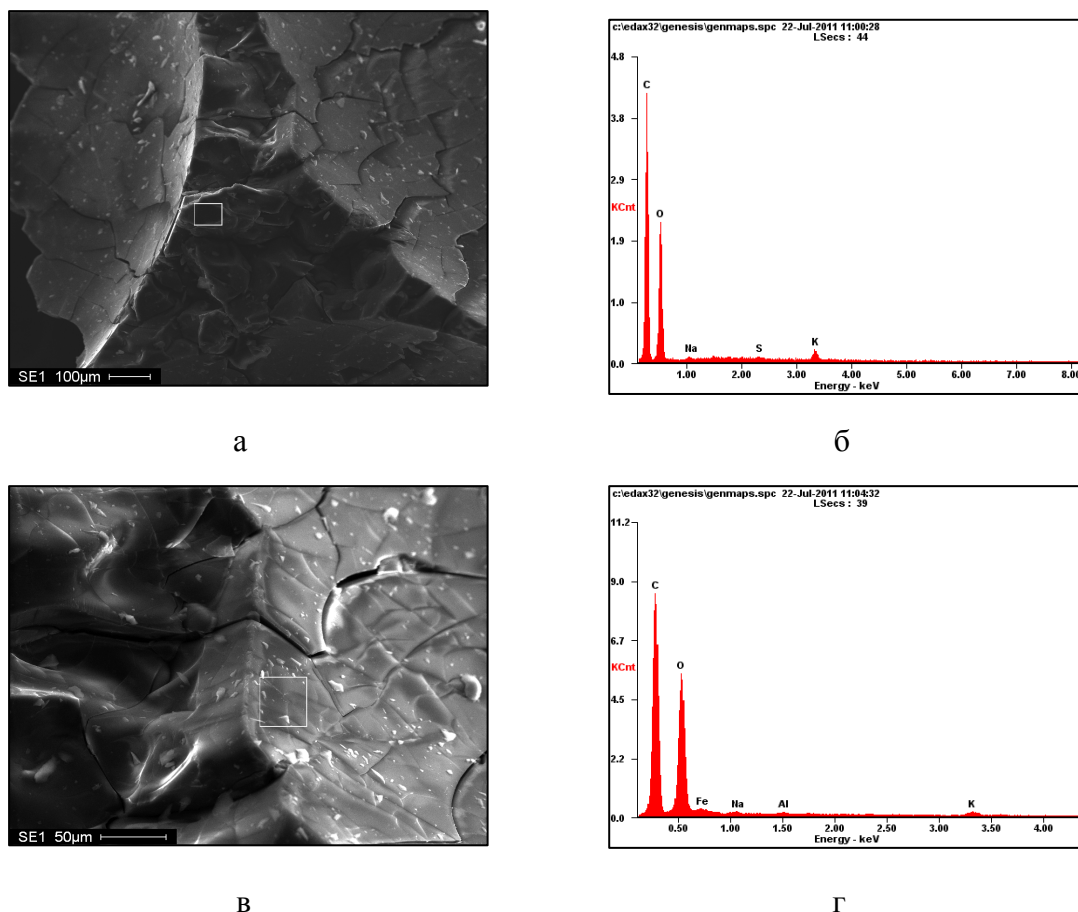


Рис. 1. СЭМ-изображения осадков экстрактов древесины дуба (а, в), и микроанализ их соответственно (б, г)

Микроанализ позволил установить, что состав осадков неоднороден и включает в себя углерод, кислород, натрий и калий, в небольших количествах – железо, а в следах – алюминий и серу. Предположительно, что железо выделяется в виде сульфатов, образующих на снимках белые вкрапления (рис. 1в).

Данные табл. 1 об атомном содержании отдельных элементов подтверждают наличие катионов металлов, кислорода и серы в экстракте дре-

весины дуба и выпавшем в нем осадке. Обнаружение катионов металлов в осадках свидетельствует об их участии в формировании коллоидно-химической структуры экстракта и в образовании осадков.

Таблица 1 – Атомное содержание элементов в осадке экстракта древесины дуба в зависимости от степени увеличения

Увеличение	Атомное содержание элементов, %						
	С	О	Fe	Na	S	Al	K
100 μm	68,83	30,87	-	00,14	00,03	-	00,13
50 μm	67,69	30,72	01,36	00,11	-	00,05	00,06
10 μm	68,71	31,21	-	-	-	-	00,08

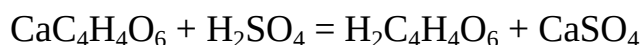
На рис. 2 приведены СЭМ-изображения осадков, выделенных из вина после мадеризации. Эти осадки представляют собой аморфную массу с включением кристаллов (рис. 2а, в, д, ж).

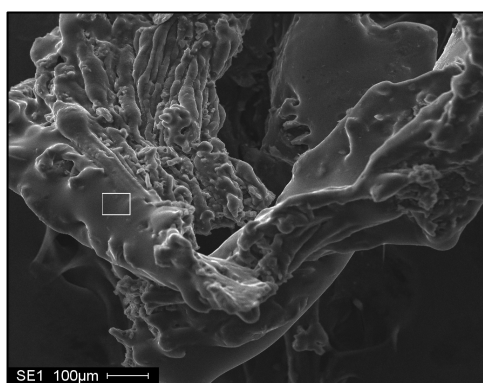
Идентификация состава аморфных осадков вин, содержащих элементы металлов, традиционными способами является довольно затруднительной, так как необходимо проанализировать разные участки осадка для установления средних значений.

Проведенный нами эксперимент с помощью сканирующей электронной микроскопии позволил при увеличении 5 μm установить зарождение частиц кристаллов, участвующих в формировании помутнений.

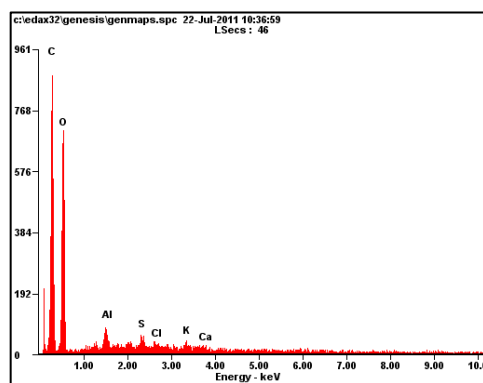
Анализ изображения (рис. 2ж) и данных об атомном составе (табл. 2) позволяет считать, что выделенный кристалл является осадком гипса CaSO_4 , образовавшегося при расщеплении виннокислой извести.

Высококислотная среда мадеры способствовала протеканию следующей реакции:

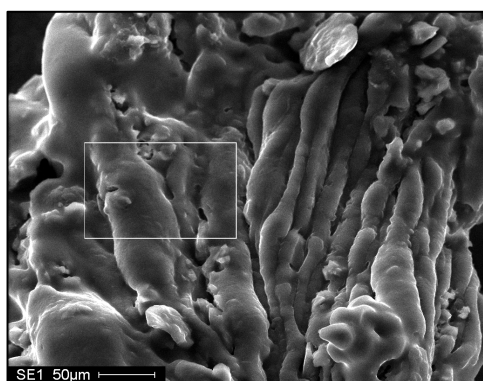




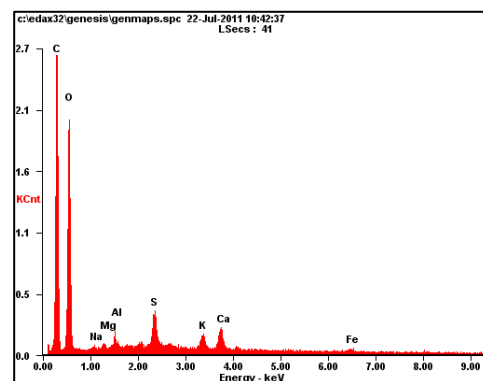
а



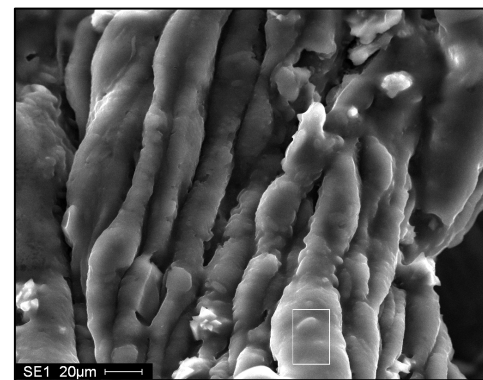
б



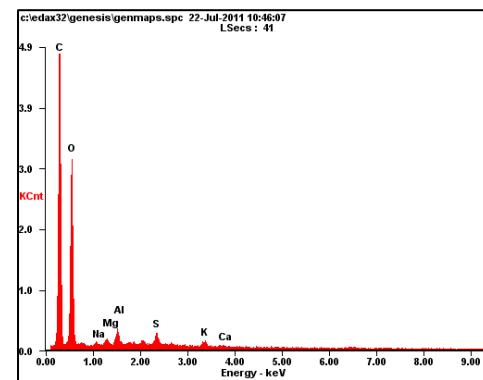
в



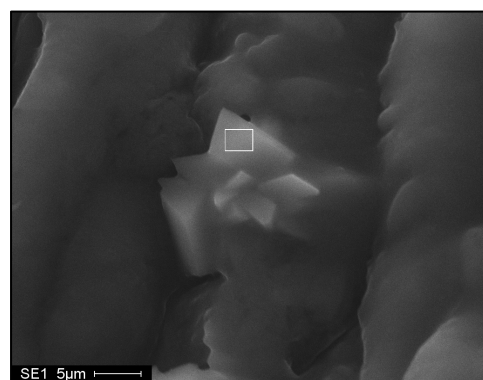
г



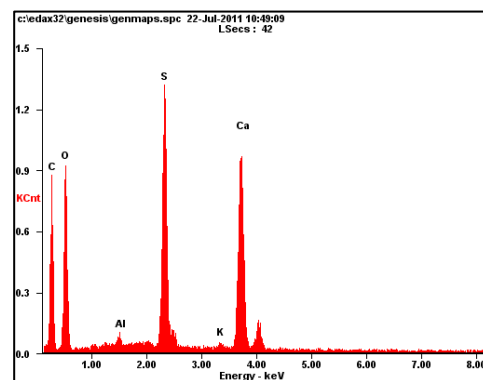
д



е



ж



з

Рис. 2. СЭМ-изображения осадков вин после мадеризации

В образце при увеличении 100 μm присутствуют соли KCl (атомное содержание примерно 1:1). Кроме того, в составе осадков идентифицированы соединения серы (скорее всего сульфаты), соли кальция, алюминия, магния. Основными же структурными элементами осадка являются углерод и кислород. Это свидетельствует об органической природе осадков с примесями минеральных соединений.

Таблица 2 – Атомное содержание элементов в осадке мадеры в зависимости от увеличения образца

Увеличение образца		Атомное содержание элементов, %									
		C	O	Fe	Na	Mg	S	Al	Cl	K	Ca
100 μm	а	63,93	35,18	-	-		0,19	0,43	0,09	0,11	0,07
50 μm	в	65,59	33,17	0,05	0,11	0,12	0,37	0,20	-	0,15	0,23
20 μm	д	67,94	31,26	-	0,13	0,17	0,12	0,27	-	0,07	0,03
5 μm	ж	60,65	33,48	-	-	-	2,98	-	-	0,07	2,63

Выводы. Таким образом, полученные данные показали, что на основании применения СЭМ возможна объективная оценка состава осадка и прогнозирование стабильности вин. Комплексный анализ жидкой и твердой фракций исследуемого образца позволит найти наилучший способ обработки его на данной технологической стадии. Подбор растворителей для подготовки образца и методики их введения, а также подготовка средней пробы являются предметом дальнейшего исследования.

Литература

1. Агеева, Н.М. Стабилизация виноградных вин: Теоретические аспекты и практические рекомендации. – Краснодар: Просвещение-Юг, 2007.– 251 с.
2. Агеева, Н.М. Контроль микробиологического состояния и розливостойкости винодельческой продукции. Методические указания / Н.М. Агеева, И.Е. Бойко. – Краснодар, 2009. – 116 с.