

ワインの分析

(5) FT-IR ATR を用いた白色析出物の分析

サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社 SID 応用技術部
編集発行：マーケティング部



TE06005

Key Words

- ワイン
- 析出物
- 異物
- 酒石
- FT-IR
- ATR
- ICP-OES
- 元素分析

はじめに

食品や飲料の品質管理、クレーム品対応に赤外分光装置 (FT-IR) が利用できます。FT-IR を用いた分析例として、異物の同定、材料の定性・定量分析、組成の変化の解析などがあります。近年、FT-IR はサンプリングの簡便な ATR アクセサリを用い、スペクトルライブラリによる検索を利用することで、異物の分析に多用されています。ここでは、市販のワインでクレームの対象となることが多い結晶状の異物を、FT-IR で同定した結果について、ICP-OES によるワイン中の無機元素のスクリーニング結果¹⁾とあわせて報告します。

分析装置

赤外スペクトルの測定には、フーリエ変換赤外分光装置 Nicolet™ 6700 FT-IR に、Smart Orbit™ 1 回反射型ダイヤモンド ATR (全反射) アクセサリを組み合わせたシステムを用いました (図1)。DLaTGS 検出器を用い、4,000-400cm⁻¹ の普通赤外領域で、分解能 8cm⁻¹、積算回数128回で測定しました。



図1 フーリエ変換赤外分光装置 Nicolet 6700 FT-IR + Smart Orbit 1 回反射型 ATR アクセサリ

FT-IR ATR による白色析出物の分析

市販のリースリングワイン (ドイツ・モーゼル産) を開栓すると、コルクに結晶状の白色析出物が付着していました。この白色物は、グラスに注いだワインの中にも浮遊物として認められました (図2)。ワインで見られる粉状の異物には、実際にはコルクのかけらや酒石、オリである場合が多いといわれます。特にリースリングワインでは、酒石が多く見られることが知られており、酸味成分である酒石酸 (Tartaric Acid) の金属塩で、人体には無害な物質です。

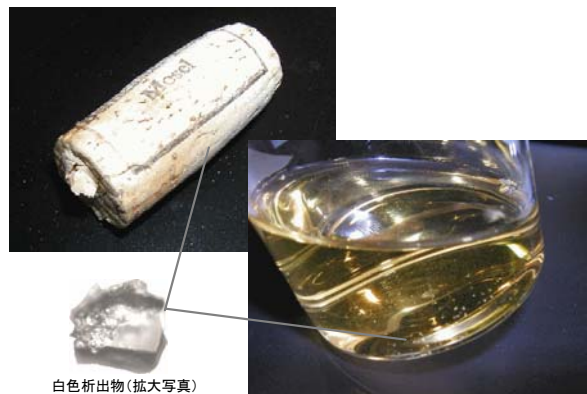


図2 リースリングワインの白色析出物

図3 に、ワイン内とボトル栓表面に付着した白色析出物の FT-IR ATR スペクトルを示します。1 回反射型 ATR では、少量の粉状の試料を、前処理なしにそのまま測定できます。ATR 法はとても便利なサンプリング手法ですが、スペクトルの解析には注意が必要となります。その理由は、ATR 法では波長によって分析深さが異なること、すなわちスペクトルの相対強度が変化することや、屈折率の異常分散の影響でスペクトル形状が部分的に変形するからです。市販のライブラリに含まれるスペクトルは、そのほとんどが透過法で測定されたものであるため、ATR スペクトルをライブラリ検索する場合、あらかじめ縦軸と横軸を補正²⁾する必要があります。

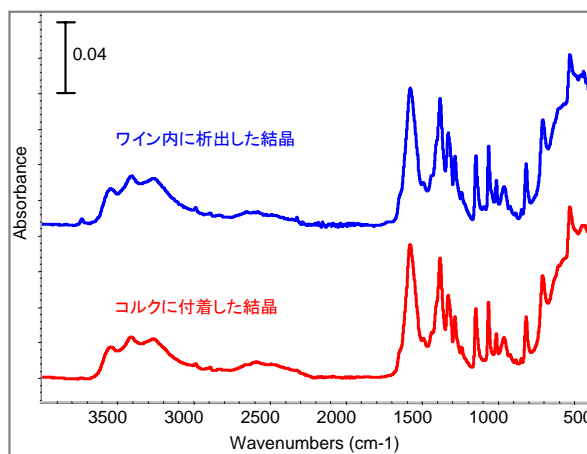


図3 白色析出物の FT-IR ATR スペクトル (未補正)

図4 に、ATR 補正後のスペクトルを、市販のライブラリで検索した結果を示します。その結果、高いヒット率で酒石酸カルシウム (酒石) であることが示されました。ライブラリのスペクトルには、3,400cm⁻¹ 付近と 500cm⁻¹ 付近にブロードなバンドが観察されますが、透過法で利用する KBr 錠剤による吸湿の影響であると考えられます。酒石には、カリウム塩やカルシウム塩などがありますが、予想される酒石酸塩の赤外

スペクトルをテキスト名で検索し、領域を拡大して白色析出物のスペクトルと比較してみました。その結果を図5に示します。各金属塩のスペクトルには、特長的なピークの位置と形状が確認できます。スペクトルの細部の比較においても、白色析出物がカルシウム塩であることが支持されました。

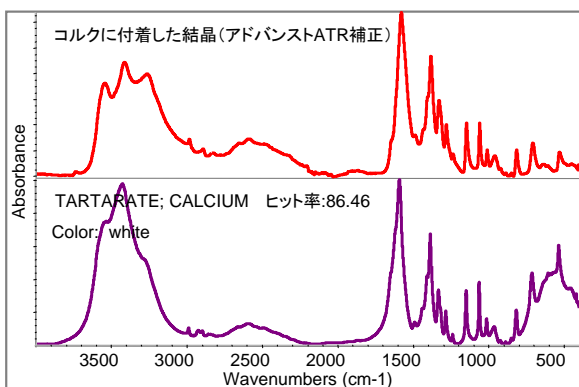


図4 白色析出物スペクトルのライブラリ検索結果

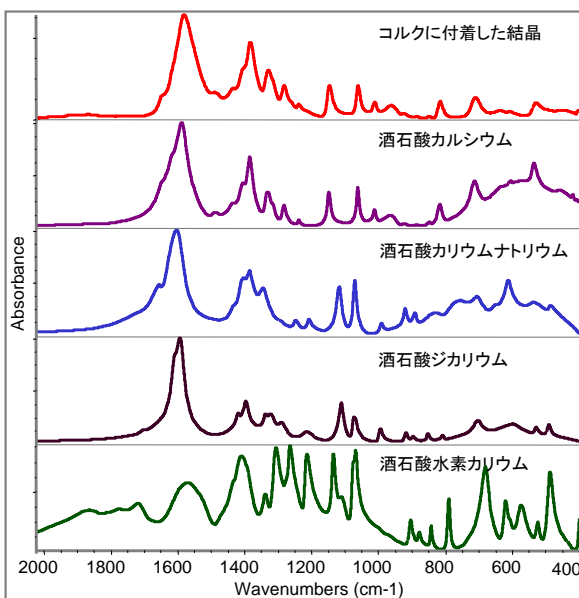


図5 酒石酸金属塩の赤外スペクトルの比較

ワイン中の無機元素の分析

アプリケーションノート「ワインの分析」(1)では、ICP発光分光分析装置(ICP-OES、図6)を用いて、ぶどう品種の異なる6種のワイン中の無機元素のスクリーニングを行い、産地別で比較しました。今回の分析に用いたリースリングワイン(Sample 3)は酒石酸を多く含み、経時変化でカルシウム塩となって結晶が析出したと考えられますが、ワインそのものに含まれるカルシウムやカリウムの比率が、他の産地のワインと比較してどのような差異があるかを図7にまとめました。カリウムの含有量には、ほとんど優位差はないものの、カルシウムについては、今回のリースリングワインが相対的に多く含まれることが見て取れます。



図6 iCAP™ 6000 シリーズ ICP 発光分光分析装置

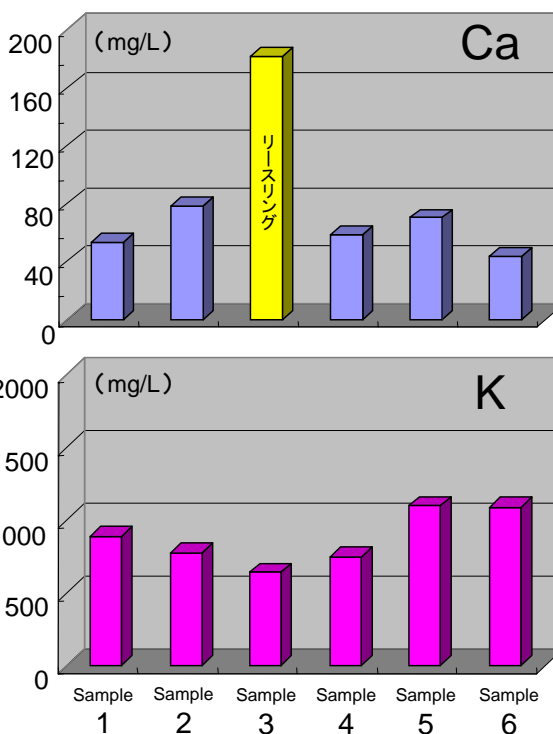


図7 ICP-OESによる市販ワイン中のCa, K含有量のスクリーニング結果

まとめ

FT-IRを用い、ワインに含まれる白色析出物の分析を行いました。ATRアクセサリを用いることで、サンプリングした異物をそのままの状態ですべてに測定することができました。スペクトルライブラリで析出した物質の定性を行い、酒石酸カルシウムであることがわかりました。

参考文献

- 1) サーモフィッシャー Application Note TE06001「ワインの分析 (1) ICP-OES, ICP-MS を用いた無機元素の分析」, 2006年
- 2) サーモフィッシャー Signal-to-News M05002「アドバンスATR補正」, 2005年

TE06005

サーモフィッシャー
サイエンティフィック株式会社

サイエンティフィック
インスツルメンツ事業本部

横浜本社
045-453-9100(代表)

大阪支店
06-6863-1550(代表)

E-mail
info-jp@thermo.com

www.thermofisher.co.jp
(日本)
www.thermo.com
(グローバル)

©2007 Thermo Fisher Scientific Inc. All rights reserved. All trademarks are the property of Thermo Fisher Scientific Inc. and its subsidiaries.

Specification, terms and pricing are subject to change. Not all products are available in all countries. Please consult your local sales representative for details.