

ワインの分析 (3)

FT-NIRを用いたアルコール度数の定量

はじめに

ワインのアルコール分は、ぶどうに含まれる糖分が、酵母の働きにより発酵する工程で生まれます。市販ワインには、アルコールが10~14%程度含まれており、種類によってその濃度が若干異なります。地中海沿岸の温暖な地域ではぶどうの糖分が高く、15%程度のアルコール度数となります。

ワインは、アルコール度数によって、非発泡性（スティル）ワインと15~20%の酒精強化（フォーティファイド）ワインに大別されます。アルコール度数が直接酒税に反映される国もあり、アメリカでは14%を境に税率が変わるので、製造工場においてアルコール度数を精度よく分析する手法が必要となります。今回は赤外分光装置（FT-IR）を用い、測定領域を近赤外領域に拡張して迅速なアルコール度数の定量を試みました。近赤外分光法は、水分やアルコール分など、OH基を含む物質に対して非常に高感度であり、しかも非破壊で分析することが可能です。試薬を使わず、特別な前処理も不要で、ガラス容器を通してそのまま分析できるなどの長所を併せ持っています。

実験

近赤外スペクトルの測定には、フーリエ変換赤外分光装置 Thermo Scientific™ Nicolet™ iS50 FT-IR分光光度計（図1）を用いました。光源やビームスプリッターなどの光学部品を切り替えて、測定領域を近赤外領域に拡張しました。

FT-IR/NIRを用いた定量分析では、まず標準サンプルを用いて検量線を作成する必要があります。アルコール度数は「原容量100分中に含有するエタノール容量」と規定されています。ワインのアルコール度数をカバーする範囲で、エタノール濃度 5、

10、15、20%の標準溶液を準備し、光路長固定の石英セルに入れて、検量線作成のためのリファレンススペクトルを測定しました。測定条件は以下の通りです。

<サンプル詳細>

検量線作成用標準サンプル：4種

（エタノール濃度 5%、10%、15%、20%）

定量用サンプル：赤・白ワイン 6種（Sample 1~6）

<測定手法>

近赤外領域の透過測定、光路長1 mmの石英セル使用

<測定条件>

分解能：8 cm⁻¹、積算回数：32回（約20秒）

CaF₂ビームスプリッター、DLA-TGS検出器、白色光源使用

検量線の作成

図2に各濃度の近赤外スペクトルを示します。エタノール標準溶液を入れ換えながら、それぞれ10回ずつ測定を行いました。同一スケールで5本ずつスペクトルを重ね書きしてありますが、再現性が非常に良いことが見て取れます。

7,300~6,200 cm⁻¹ にかけて、水に由来するOH基の倍音振動によるピークが観察され、6,000~5,750 cm⁻¹ の領域にはエタノール濃度の違いに由来するOH基のピークの変化が観察されます。

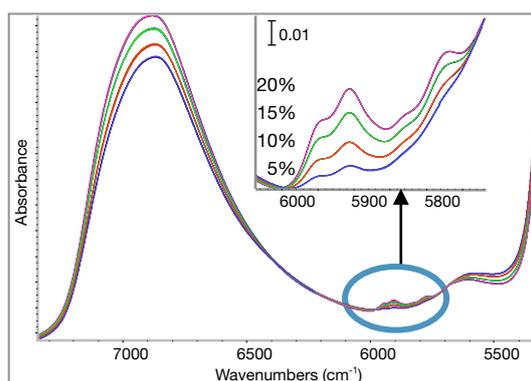


図2. エタノール濃度5、10、15、20%の標準溶液のスペクトル（同一スケール、各5本重ね書き）

検量線の作成には、Thermo Scientific™ TQ Analyst™ ケモトリックスソフトウェアを利用しました。二次微分スペクトルを用いたPLS法で、図3に示すように、相関係数0.99971の検量線が得られました。



図1. フーリエ変換赤外分光装置 Nicolet iS50 FT-IR分光光度計

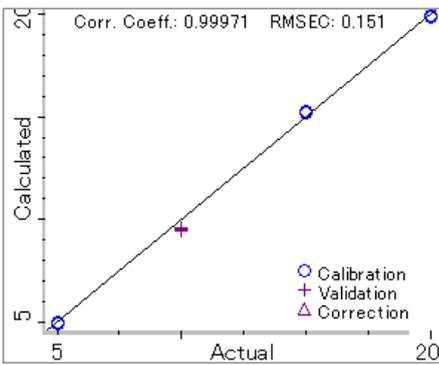


図3. 標準溶液によるエタノール濃度の検量線

ワインのアルコール度数の定量

赤・白各3種類、計6種類のワインの透過測定を行い、図3の検量線を用いて定量分析を行いました。再現性の確認のためワインを3回ずつ入れ換えて測定し、平均値を求めました。

TQ Analystケモメトリックスソフトウェアは、装置の測定・解析用ソフトウェアであるThermo Scientific™ OMNIC™ ソフトウェアとリンクしています。スペクトルの測定後、図4、5に示すように、ごく簡単な操作で定量結果を得ることができます。

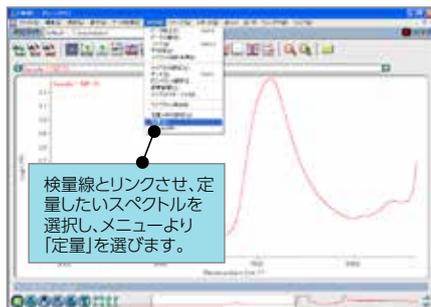


図4. 定量する場合の実際のソフトウェア画面 (1)

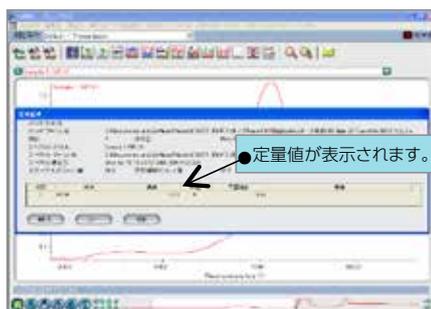


図5. 定量する場合の実際のソフトウェア画面 (2)

研究用のみ使用できます。診断用には使用いただけません。
© 2020, 2022 Thermo Fisher Scientific Inc. All rights reserved.
All trademarks are the property of Thermo Fisher Scientific and its subsidiaries unless otherwise specified.
実際の価格は、弊社販売代理店までお問い合わせください。
価格、製品の仕様、外観、記載内容は予告なしに変更する場合がありますのであらかじめご了承ください。
標準販売条件はこちらをご覧ください。thermofisher.com/jp-tc FTIR098-B2208CE

サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社

分析機器に関するお問い合わせはこちら

TEL: 0120-753-670 FAX: 0120-753-671

Analyze.jp@thermofisher.com

facebook.com/ThermoFisherJapan

@ThermoFisherJP

thermofisher.com

表1に、Sample 1~6のアルコール度数の定量結果と、ラベルに記載されたアルコール度数の比較を示します。赤・白ワインとも、測定スペクトルの再現性が良好で、かつラベルに記載されたアルコール度数とよい一致を示すことがわかります。Sample 6は米国カリフォルニア産の赤ワイン（メルロー種）ですが、米国ではアルコール度数表示の許容誤差が1.5%以内と厳格に規定されています。今回の測定結果は、ラベル表示の度数の許容誤差内に入っており、出荷元の記載に極めて近い数値であることがわかりました。

表1. ワインのアルコール度数の定量値一覧

Sample	エタノール濃度 (%)		ラベルに記載されたアルコール度数 (%)
	1	平均	
Sample 1	1	13.2	12.5
	2	13.2	
	3	13.1	
Sample 2	1	12.5	13.0
	2	12.4	
	3	12.4	
Sample 3	1	11.6	11.0
	2	11.5	
	3	11.4	
Sample 4	1	12.8	12.5
	2	12.7	
	3	12.7	
Sample 5	1	12.9	13.0
	2	12.9	
	3	12.9	
Sample 6	1	13.4	13.5
	2	13.4	
	3	13.4	

まとめ

FT-IRを用いてワインのアルコール度数の定量を行った結果、非常に良好な結果が得られました。FT-IR/NIRは、検量線を用い、1検体あたり1分以内で迅速に定量結果が得られるという特長を持っています。加えて、各成分に対応するピークが異なる波数領域に出現することを利用し、一度に多成分の定量分析を行えます。このような長所に注目し、食品工場などでの迅速な品質管理を目的とした専用システムThermo Scientific™ Nicolet™ Antaris™ 近赤外アナライザー (図6) が開発され、原材料の受け入れ検査から出荷前検査などに利用されつつあります。



図6. Nicolet Antaris近赤外アナライザー