

ワインの分析 (5)

FT-IR ATR を用いた白色析出物の分析

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ー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と併せて報告します。

分析装置

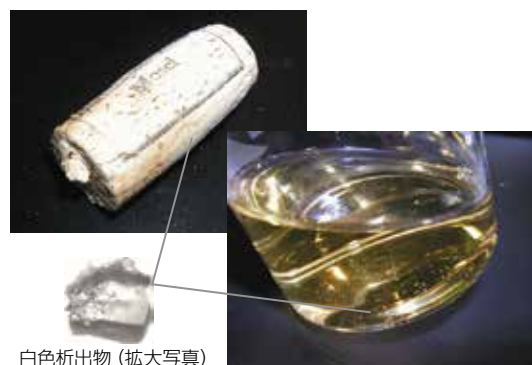
赤外スペクトルの測定には、フーリエ変換赤外分光装置である Thermo Scientific™ Nicolet™ iS50 FT-IR 分光光度計に、1回反射型ダイヤモンドATR (全反射) アクセサリを組み合わせたシステムを用いました (図1)。DLatGS検出器を用い、4,000~400 cm^{-1} の領域を、分解能8 cm^{-1} 、積算回数128回で測定しました。



図1. フーリエ変換赤外分光装置 Nicolet iS50 FT-IR +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言われます。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、これは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。



白色析出物 (拡大写真)

図2. リースリングワインの白色析出物

図3に、ワイン内とコルク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、すなわちスペクトルの相対強度が波長によって変化したり、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。市販のライブラリー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ー検索する場合、あらかじめ縦軸と横軸を補正する必要があります。

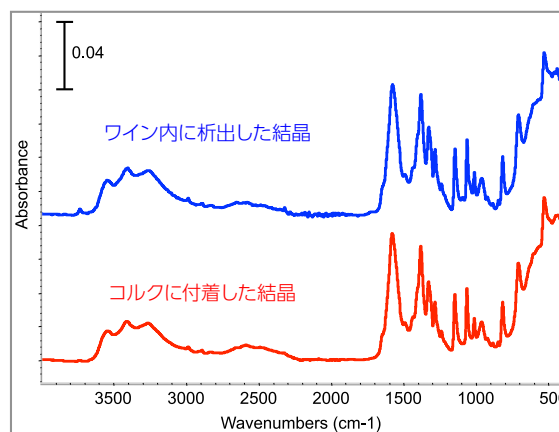


図3. 白色析出物のFT-IR ATRスペクトル (未補正)

図4に、ATR補正後のスペクトルを市販のライブラリー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。ライブラリーのスペクトルでは、 $3,400\text{ cm}^{-1}$ 付近と 500 cm^{-1} 付近にブロードなバンドが観察されますが、これは透過法で利用する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るため、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ました（図5）。各金属塩のスペクトルは、特徴的なピークの位置と形状が確認でき、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。

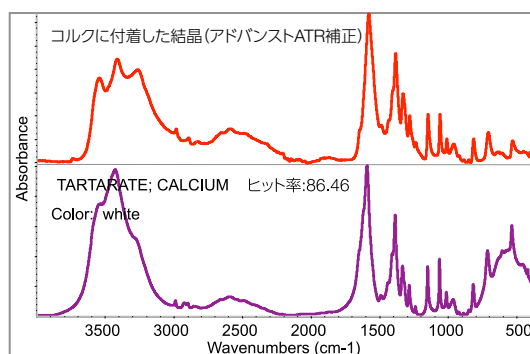


図4. 白色析出物スペクトルのライブラリー検索結果

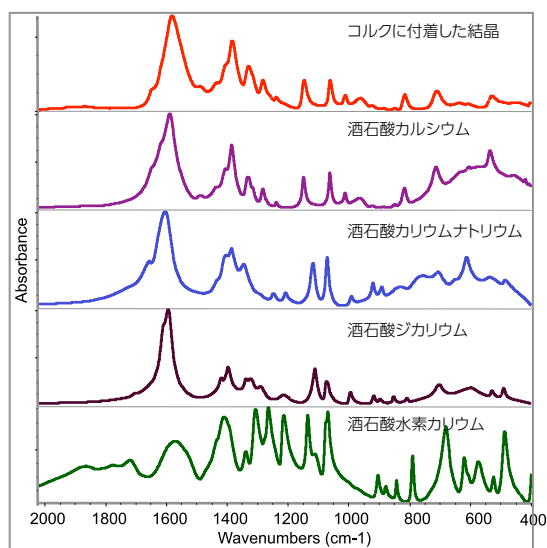


図5. 酒石酸金属塩の赤外スペクトルの比較

ワイン中の無機元素の分析

ICP発光分光分析装置を用いて、ブドウ品種の異なる6種類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（図6のSample 3）には酒石酸が多く含まれ、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。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に異なるかを図6にまとめました。カリウムの含有量には、ほとんど有意差はないものの、カルシウムについては、今回のリースリングワインに相対的に多く含まれることが見て取れます。

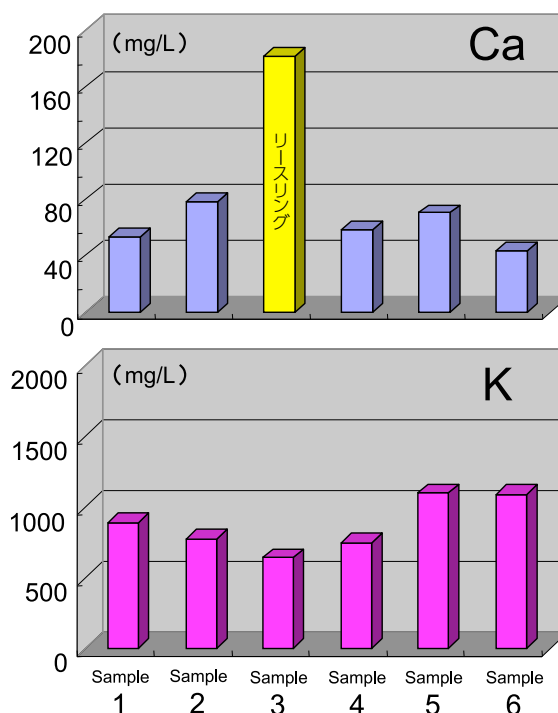


図6. ICP-OESによる市販ワイン中のCa、K含有量のスクリーニング結果

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アクセサリーを用いることで、サンプリングした異物をそのままの状態ですばやく測定することができました。スペクトルライブラリー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。

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 FTIR100-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