



キーワード

ワイン中の硫黄の迅速で容易な測定

概要

contrAA 800 の連続光源による分子バンドを用いたワイン中の全硫黄の定量

分子吸光分析 (MAS) によるワイン中の全硫黄の定量

はじめに

ワインにはもともと低濃度の亜硫酸塩が含まれています。しかし、抗菌作用や抗酸化作用があることから、製造過程で添加されることもあります。ワインに 10 mg/L 以上の SO_2 が含まれている場合には、亜硫酸に関する表示が必要です。ワインの種類に応じて、総 SO_2 の上限が 150~400 mg/L と定められており、これは全硫黄濃度 75~200 mg/L に相当します。

contrAA 800 は全硫黄と亜硫酸塩の限界値をモニターすることができ、重金属やミネラル成分の含有量のモニタリングに使用することもできます。この目的には、迅速で堅牢なフレーム技術と組み合わせた高分解能連続光源分子吸光分析 (HR-CS MAS) を使用することができます。連続光源としてのキセノンショートアークランプと CCD 検出器を備えた高分解能分光器により、185~900 nm のスペクトル範囲の全ての吸収線を分析に使用することができます。さらに、257.8 nm の CS バンドのような分子吸収バンドを見ることができるので、このアプリケーション例の硫黄の定量のように、非金属の定量も行うことができます。

赤ワインと白ワインの 2 種類のワインについて、contrAA 800 のフレーム法を使用して全硫黄含有量を分析しました。サンプルの酸化前処理を行った後で、硫黄は亜酸化窒素フレームで CS 分子バンドによって定量化しました。サンプル前処理での分析対象物の損失やマトリックスの影響による信号強度の変化を観察するためにそれぞれの種類のワインの一部に規定の硫黄濃度を添加しました。100% 近い回収率は、信頼性の高い前処理と測定方法であることを示しています。

サンプルと測定条件

サンプルと試薬

- HNO₃ (65%、分析用、カールルース)
- H₂O₂ (30%、超高純度試薬、シグマアルドリッチ)
- H₂SO₄ (96%、分析用、メルク)
- 南アフリカ産 赤ワイン
- ニュージーランド産 白ワイン

サンプル前処理

ワインサンプルはヒートブロックで酸性化処理しました。この目的のために、2 mL の HNO₃ および 2 mL の H₂O₂ をそれぞれのワインサンプル 25 mL に添加しました。95°C で約 1 時間加熱した後、溶液を室温まで冷却し、メスフラスコを用いて脱イオン水で 30 mL に定容しました (希釈倍率 1.2 倍)。これらの溶液を測定に使用しました。

各サンプルタイプ (赤ワインと白ワイン) について、シグナル強度や測定元素の損失に対するマトリックスの影響を確認するために、サンプル前処理前に一定量の硫黄を添加しました。

装置

以下の表に使用した装置、アクセサリ、メソッド設定を示します。

表 1: 装置の設定とアクセサリ

パラメーター	仕様
装置	contrAA 800 F
バーナー種類	50 mm
バーナー角度	0°
スクレーパー	Yes
オートサンプラー	AS-F
インジェクションスイッチ	SFS 6.0

表 2: 装置と測定パラメーター

パラメーター	仕様
元素	S
波長 [nm]	257.9583
測定時間 [s]	3.0
フレーム種類	N ₂ O/C ₂ H ₂
バーナー高さ [mm]	5
アセチレン流量 [L/h]	235
ベースライン補正	IBC-m

IBC-m: 分子吸収測定のための反復ベースライン補正

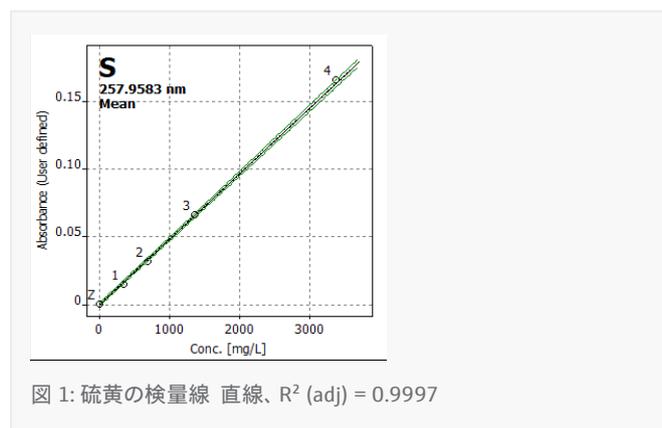
検量線

硫酸を脱イオン水に添加して 33.7 g/L の硫黄のストック溶液を調製しました。適用した検量線標準はこのストック溶液を脱イオン水で希釈することで最終的に調製されます。

表 3 は検量線標準の濃度を示しており、図 1 は作成された検量線です。

表 3: 検量線標準の濃度

標準液	硫黄濃度 [mg/L]
Cal. std. 0	0
Cal. std. 1	337.3
Cal. std. 2	674.6
Cal. std. 3	1349
Cal. std. 4	3373

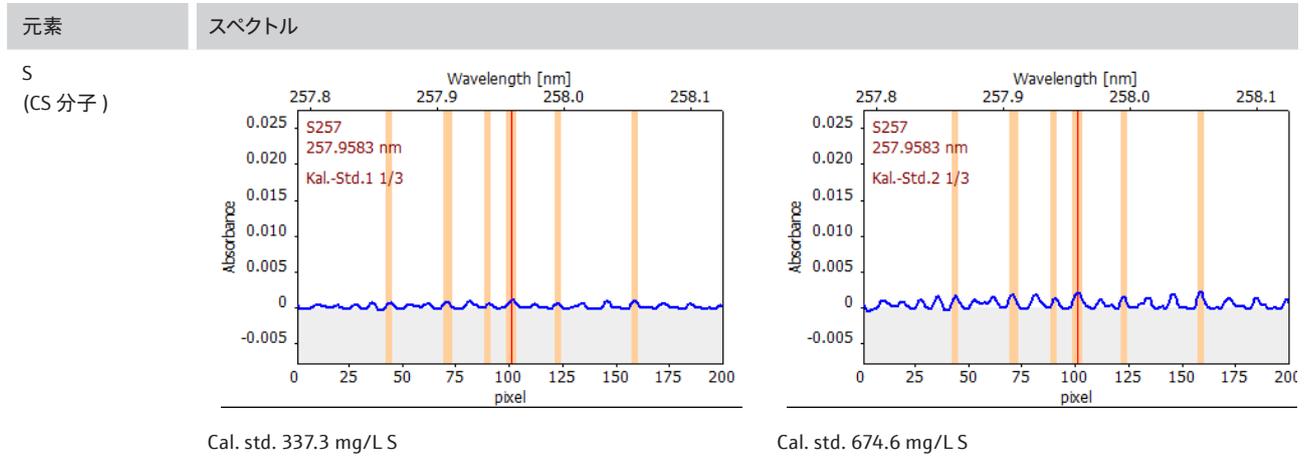


結果と考察

典型的なスペクトルとスペクトル近傍

表 4 は例として検量線標準を使用した CS 分子吸収の典型的なスペクトルを示しています。

表 4: CS 分子吸収の特異的なスペクトル



測定結果

分析したワインサンプルの硫黄濃度と SO₂ に変換した測定結果を表 5 に示します。それぞれのサンプルを 2 つ調製し、測定しました。シグナル強度に対するマトリックスの影響やサンプル前処理中の分析種の損失の可能性を確認するために、それぞれのサンプルタイプに 674.6 mg/L の硫黄を添加しました。得られた添加回収率も表に記載しました。

表 5: 測定結果と添加回収率

サンプル	希釈倍率	濃度 [mg/L]		RSD _(n=3) [%]	添加回収率 [%]
		S	SO ₂		
赤ワイン (南アフリカ) - 1	1.2	158.8	317.5	0.4	102
赤ワイン (南アフリカ) - 2	1.2	158.9	317.6	0.6	
白ワイン (ニュージーランド) - 1	1.2	112.2	224.3	0.7	98.5
白ワイン (ニュージーランド) - 2	1.2	119.1	238.1	2.0	

DF: マニュアル希釈倍率 (サンプル前処理時)

RSD_(n=3): 3 回繰り返し測定の相対標準偏差

表 6 にブランクメソッドを使用して求めた検出限界 (LOD) と定量限界 (LOQ) を示しました。値はサンプル前処理による希釈係数で補正された値です。

表 6: 検出限界と定量限界

分析種	LOD [mg/L]	LOQ [mg/L]
S	4.3	13.0
SO ₂	8.6	26.0

LOD: 検出限界

LOQ: 定量限界

結論

CS 分子吸収を評価することにより、contrAA 800 フレーム測定でワイン中の硫黄や亜硫酸塩の濃度を簡単に測定することができます。contrAA 800 では、連続光源のキセノンショートアークランプと CCD 検出器を備えた高分解能分光器により、185-900 nm のスペクトル範囲で金属の全ての吸収線だけでなく非金属の分子バンド吸収も定量的に評価することができます。さらに、スペクトルバックグラウンドは、使用している波長と同時に直接補正されます。硫黄の測定に使用した亜酸化窒素を使用した高温フレームによる測定では、自動バーナーヘッドクリーナー“スクレーパー”の使用を推奨します。バーナースリットに堆積したすすを自動的に除去し、再現性良く測定できる状態に保ちます。サンプル前処理工程での分析対象物の損失やマトリックスによるシグナル強度への影響を確認するために、各サンプル溶液に一定濃度の硫黄を添加しました。その結果、添加回収率は 98.5-102% で、本法の信頼性を実証しました。

contrAA 800 は重金属のモニタリングやミネラルの定量など、ルーチン測定にも使用できます。自動検量線作成や希釈機能を備えた AS-FD のようなオートサンプラーと組み合わせることで、日常的なアプリケーションをさらに容易にすることができます。

この文書は、発行時の情報とデータに基づき作成しており、情報は変更される可能性があります。技術的な変更や修正など、他の文書がこの文書より優先される場合があります。