

フレイム原子吸光分析法によるワイン中の鉄、銅、亜鉛の分析

サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社

キーワード

銅、重金属試験、鉄、ワイン、亜鉛

目的

このアプリケーションノートでは、フレイム原子吸光分析法による希釈したワイン中の重金属の分析について説明します。

はじめに

重金属は、公害など的人為的発生源により、生態系に自然に存在します。生物は、鉄、コバルト、銅、マンガン、モリブデン、亜鉛などの「重金属」を必要とし、その量は生物ごと、金属ごとに異なります。一方、過度のレベルの量に曝されると有害となる場合もあります¹。このような過剰摂取状態は、たとえばワインの飲酒など、日常的な食品の摂取によりしばしば起こります。ワインに含まれる金属元素の量は、多くの要因によって決まります。例えば、土壌、ブドウ畑の種類、ワインの製造工程（ブドウから完成品のワインになるまで）の各段階、ワインの製造装置、保存、瓶詰めなどのすべてが関与します²。

金属元素の中にはワインの質に影響するものもあります。特に、亜鉛、銅、鉄は瓶詰めワインが濁る原因となります。そのためワインメーカーには、これらの金属のスクリーニング試験を行ってから瓶詰めすることが推奨されています。また、清澄剤として使用する硫酸銅の量が増えているため、ワイン中の銅濃度は世界的に上昇しています³。欧州では、EU 指令 EC 606/2009 で定められている推奨最大量（銅は 0.5 mg/L、鉄と亜鉛は 30 mg/L）未満であることを、確認する必要があります。規定された分析方法はフレイム原子吸光分析法（FAAS）です⁴。



分析メソッド

装置

Thermo Scientific™ iCE™ 3300 原子吸光分析装置を使用して、各種のワイン試料中に含まれる鉄、銅、亜鉛を測定しました。Thermo Scientific SOLAAR™ ソフトウェアには、鉄、銅、亜鉛用の装置パラメーター設定が用意されており、それらを用いて試料を測定しました（図 1）。この機能により、メソッド開発が格段に簡単になります。各測定を 3 回実施し、「迅速な繰り返し分析」オプションを選択して分析しました。最終的に使用した装置パラメーターを表 1 に示します。

表1: メソッドパラメーター

パラメーター	Fe	Cu	Zn
波長 (nm)	248.3	324.8	213.9
バンドパス (nm)	0.2	0.5	0.2
バックグラウンド補正	重水素		
ランプ電流	75%		
信号測定	連続		
フレームの種類	空気-アセチレン		
燃料流量	0.9 L/min	1.1 L/min	1.2 L/min
測定時間 (秒)	4		
繰り返し測定回数	3		



図1: 鉄のフレームパラメーター設定の例

試料の調製

標準溶液

鉄、銅、亜鉛の 1000 mg/L ストック標準溶液を、純水と分析グレードの硝酸をあらかじめ混合した溶液で希釈し、HNO₃ 2% (w/v) の数点の標準溶液を調製しました。ブランク溶液は、2% HNO₃ 溶液としました。鉄および銅の標準溶液は 1 mg/L、2 mg/L、5 mg/L、亜鉛は 0.5 mg/L、1 mg/L、2 mg/L を用意しました。

試料

市場で入手可能な 3 種類のワインから、それぞれ 1 銘柄ずつ、3 銘柄の製品を分析試料としました。それぞれを正確に 10 mL 分取し、40 mL のフラスコに移しました。そこに分析グレードの HNO₃ を 0.8 mL 追加し、超純水を用いて最終的に 40 mL に定容しました。同様に、鉄および銅の 1000 mg/L 標準液 100 μL と亜鉛の 1000 mg/L 標準液 40 μL を用いて、添加試料を調製しました。添加後の濃度は鉄と銅が 2.5 mg/L、亜鉛が 1 mg/L となります。これらの重金属に対する FAAS の感度が異なるため、添加濃度も変えています。

検量線

上記で調製した標準溶液を用いて検量線を作成しました。最小二乗直線近似法を採用しました。検量線の例を図2に示します。

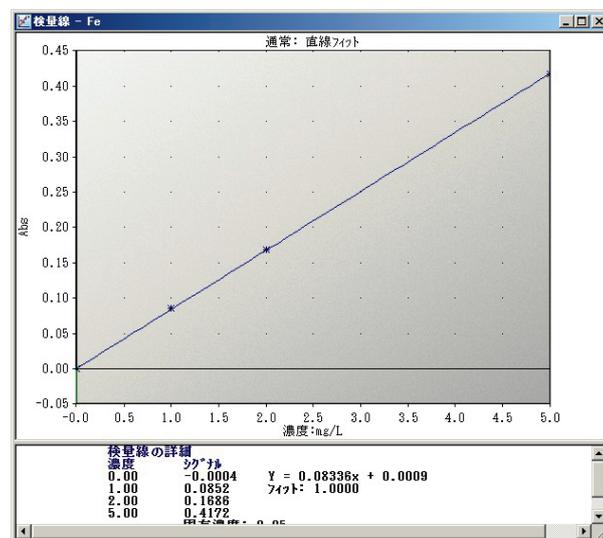


図2: 鉄の検量線の例

分析結果

表2に3試料の定量結果を示します。これらの試料は、銅の推奨範囲 (0.5 mg/L)、鉄と亜鉛の推奨範囲 (30 mg/L) 以内に収まっています。これらのワインの重金属レベルは低く、ガイドラインに適合していることが確認できます。

表2: ワイン試料中の鉄、銅、亜鉛の分析結果

試料	Fe (mg/L)	Cu (mg/L)	Zn (mg/L)
白ワイン*	1.165	0.027	0.988
ロゼワイン*	1.835	0.028	0.514
赤ワイン*	2.437	0.037	0.575

* データはすべて、各溶液の 3 回の繰り返し測定値を用いて算出しました。ワイン原液中の濃度は、希釈倍率を1:4として算出。

表3に、添加回収試験結果を示します。回収率の範囲は 93 ~ 101% でした。

これらの結果は、このメソッドと装置の信頼性が高いことを表しています。

表3: 3 種類のワイン試料における添加回収試験結果 (希釈試料中)

試料	添加試料予測値 (mg/L)			添加試料測定値 (mg/L)			添加回収率 (%)		
	Fe	Cu	Zn	Fe	Cu	Zn	Fe	Cu	Zn
白ワイン	2.789	2.507	1.247	2.616	2.429	1.202	93.8	96.9	96.4
ロゼワイン	2.965	2.507	1.129	2.995	2.463	1.056	101	98.3	93.5
赤ワイン	3.122	2.509	1.144	3.131	2.435	1.097	100.3	97.1	95.9

まとめ

iCE 3300 原子吸光分析装置は、希釈したワイン試料中の鉄、銅、亜鉛の測定に理想的なソリューションであることが実証されています。SOLAAR ソフトウェアの最適化ウィザードを使用することにより、メソッドを簡単に開発して、最適な条件で分析できます。

参考文献

1. “Heavy metals a meaningless term?” (IUPAC Technical Report) Pure and Applied Chemistry by John H. Duffus, 2002, Vol. 74, pp. 793–807.
2. “Atomic Absorption Spectrometry In Wine Analysis” Review by Trajce Stafilov, Irina Karadjova, Macedonian Journal of Chemistry and Chemical Engineering, Vol. 28, No. 1, pp. 17–31 (2009).
3. “Thaumatococcus-like Proteins and Chitinases, the Haze-Forming Proteins of Wine, Accumulate during Ripening of Grape (Vitisvinifera) Berries and Drought Stress Does Not Affect the Final Levels per Berry at Maturity” by Pocock, K. F.; Hayasaka, Y.; McCarthy, M. G.; Waters, E. J. (2000) . Journal of Agricultural and Food Chemistry 48 (5): 1637–1643.
4. Commission Regulation (EC) No 606/2009 Of 10 July 2009.

©2014 Thermo Fisher Scientific Inc. 無断複写・転載を禁じます。

ここに記載されている会社名、製品名は各社の商標、登録商標です。
ここに記載されている内容は、予告なく変更することがあります。

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

〒221-0022 横浜市神奈川区守屋町3-9

E-mail: Analyze.jp@thermofisher.com

www.thermoscientific.jp

E1409

Thermo
SCIENTIFIC

A Thermo Fisher Scientific Brand