目的

ワイン中の Na, K, Fe, Ca, Cu, Zn, Mn, Mg の測定

概要

連続光源フレーム原子吸光装置を用いた、主要、微量、超微量成分の１回の、一つの溶液のみでの測定

高分解能連続光源原子吸光分析装置を用いたワイン中の元素のフレーム測定

はじめに

食品と飲料では、元素の測定にどの分析法が適しているかが議論のテーマや 話題の中心となる事があります。 ワインは、多種多様な無機物や有機物だけでなく水、糖類、アルコールと、かなり複雑な成分を含んでいます。エタノールは特に、標準溶液と粘度と表面張力が大きく異なる為に、サンプルの送液と噴霧が測定結果に影響します。ワインの成分は、生産地に関連したブドウの種類, 土壌、気候, 栽培, ワインの製造方法, 輸送、保存などの様々なファクターに影響されます。 ワインには、10 mg/L以上の主要元素 (Na, K, Mg, Ca), 10 µg/L から 10 mg/Lの間の濃度の微量元素 (Fe, Cu, Zn, Mn, Pb)、10 µg/L以下の超微量元素 (Cr, As, Cd, Ni)が含まれています。銅や亜鉛の様ないくつかの元素は、必須微量元素といわれ、欠乏すると重大な疾患を起こす可能性がありますが、その他の元素は、たとえ微量レベルでも発がん性や有毒性があるものもあります。 消費者の健康問題の他にも、いくつかの元素は酒石酸塩や他の有機物の沈殿を起こす為にワインの安定性や貯蔵の為に管理が必要です。これらの理由から、常に一定の元素のレベルを監視する事は重要です。

analytikjena
An Endress+Hauser Company

原子吸光法は、ワイン中の金属分析に良く用いられます。実際のところ原子吸光法では、原子化時の高温により有機物による干渉がおきる傾向があります。 このアプリケーションノートでは、contrAA® 800によるワインの直接迅速測定について説明します。連続光源原子吸光分析装置は、185-900nmの間のすべての波長を使用できるので、元素全てを一つの前処理溶液で測定する事ができました。 いくつかの元素は、第2波長を測定に使用しましたが、その他は第１波長で測定を行いました。

装置

測定は、高分解能連続光源原子吸光分析装置, contrAA® 800で行いました。100 mmバーナー、インジェクションスイッチと自動希釈機能付きのオートサンプラーを使用しました。

表 1: 測定条件

項目	パラメーター
温度	20°C (室温)
バーナースリット幅	100 mm
フレーム種類	C_2H_2/空気
バーナー角度	0°
測定幅	200 ピクセル
遅延 / 洗浄時間	18 秒
積算時間	3 秒 (3 回繰り返し)
ピーク読み取り幅	3ピクセル
バックグラウンド補正	IBC (反復バックグラウンド補正 ＝iterative background correction)
オートサンプラー	AS-FD

表 2: 各元素の測定条件

元素	波長 [nm]	アセチレン [L/h]	バーナー高さ [mm]	ピーク測定幅 [nm]
Na	330.2370	65	4	0.45
K	404.7201	70	7	0.50
Fe	248.3270	80	6	0.31
Ca	422.6728	75	8	0.57
Cu	324.7540	50	6	0.39
Zn	213.8570	70	5	0.27
Mn	279.4817	70	4	0.34
Mg	202.5820	70	4	0.27

サンプルと試薬

サンプルは1.5 % HCl と 0.5 % CsCl/$LaCl_3$ になるように塩酸と塩化セシウム、塩化ランタンを添加し、10倍に希釈しました。サンプル中の炭酸ガスを除く為に超音波槽で処理しました。

結果と考察

ワイン中の全ての元素は、このメソッドで全て測定できました。一つのメソッドに多くの元素で感度の良い波長と悪い波長を組み合わせる事で一つのサンプル溶液で測定することが可能でした。もしサンプル濃度が測定範囲を超えた場合には、オートサンプラーで自動希釈と再測定が可能です。

ワインサンプルは測定前に、炭酸ガスを排除する為に超音波槽で処理をしました。

Na, K, Fe, Ca, Cu, Zn, Mn ,Mg は、干渉がなく測定できました。 カルシウムは原子化干渉の抑制の為に 0.5 % $CsCl/LaCl_3$の添加が必要でした。 回収率は、93.2から108 % の間で、マトリックスの影響はほとんどありませんでした。
インジェクションスイッチを使用し、チャンバーとバーナーを常に洗浄した為に、糖類などによる汚れやつまりは起こりませんでした。

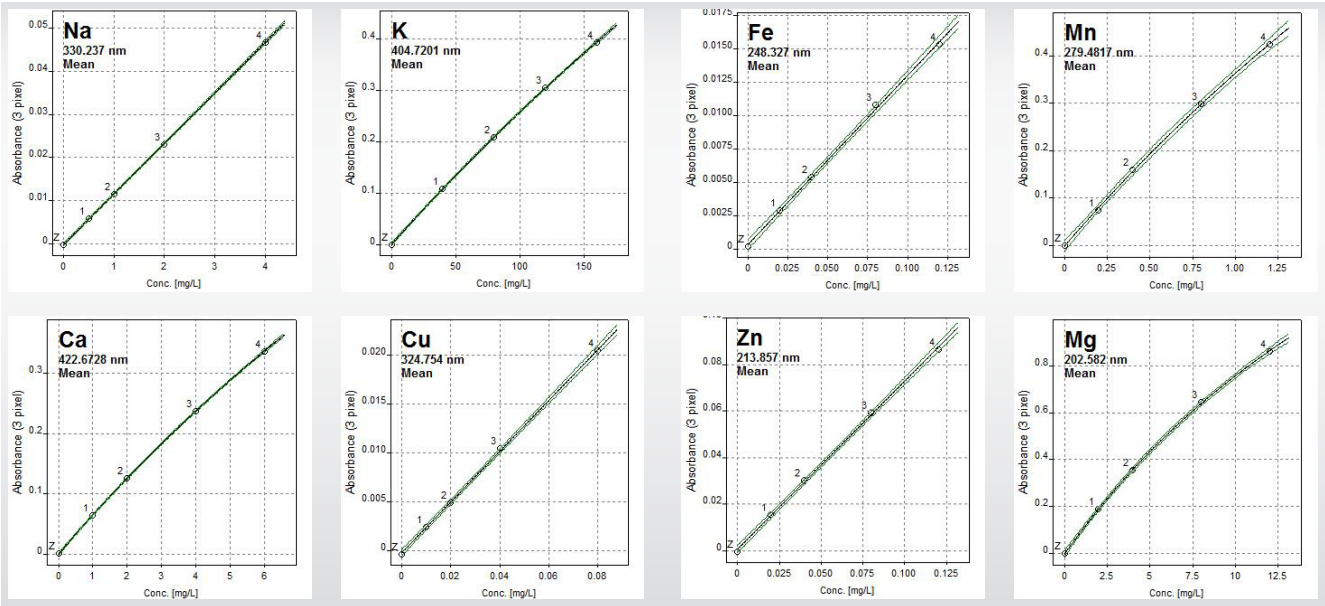

図 1: 検量線

表 3: ワインサンプルの測定結果

サンプル	元素/ 波長	予備希釈	濃度 [mg/L]	RSD [%]	添加濃度 [mg/L]	回収率 [%]
V1	Na 330.237 nm	10	7.99 ± 0.25	0.3		
	K 404.7201 nm	10	826 ± 10.8	0.8		
	Fe 248.327 nm	10	0.71 ± 0.03	1.3		
	Ca 422.6728 nm	10	50.3 ± 0.35	1.1		
	Cu 324.754 nm	10	0.07 ± 0.01	4.8		
	Zn 213.857 nm	10	0.28 ± 0.02	0.7		
	Mn 279.4817 nm	10	2.32 ± 0.13	0.7		
	Mg 202.582 nm	10	130 ± 1.20	0.7		

サンプル	元素 / 波長	予備希釈	濃度 [mg/L]	RSD [%]	添加濃度 [mg/L]	回収率 [%]
V2	Na 330.237 nm	10	7.53 ± 0.25	1.2		
	K 404.7201 nm	10	579 ± 10.6	0.7		
	Fe 248.327 nm	10	0.61 ± 0.03	1.5		
	Ca 422.6728 nm	10	62.8 ± 0.49	0.9		
	Cu 324.754 nm	10	0.18 ± 0.01	4.7		
	Zn 213.857 nm	10	0.58 ± 0.02	0.3		
	Mn 279.4817 nm	10	1.68 ± 0.13	1.0		
	Mg 202.582 nm	10	160 ± 5.11	1.4		
V3	Na 330.237 nm	10	23.9 ± 0.26	0.6		
	K 404.7201 nm	10	599 ± 10.7	1.0		
	Fe 248.327 nm	10	1.93 ± 0.18	0.5		
	Ca 422.6728 nm	10	51.3 ± 0.35	1.3		
	Cu 324.754 nm	10	0.61 ± 0.01	0.6		
	Zn 213.857 nm	10	1.38 ± 0.14	1.4		
	Mn 279.4817 nm	10	2.58 ± 0.13	0.9		
	Mg 202.582 nm	10	129 ± 4.54	0.9		
V4	Na 330.237 nm	10	12.6 ± 0.24	0.6	1	93.2
	K 404.7201 nm	10	469 ± 10.3	0.8	40	108
	Fe 248.327 nm	10	1.15 ± 0.04	1.3	0.04	103
	Ca 422.6728 nm	10	36.8 ± 0.36	1.5	1	103
	Cu 324.754 nm	10	0.63 ± 0.01	1.3	0.04	96.5
	Zn 213.857 nm	10	0.28 ± 0.02	1.2	0.04	101
	Mn 279.4817 nm	10	1.42 ± 0.13	0.1	0.2	101
	Mg 202.582 nm	10	77.6 ± 0.80	0.5	2	98.3

結論

この結果からcontrAA® 800 は、ワイン中の元素測定を迅速で簡単に行える測定装置であると言えます。
高分解能連続光源フレーム原子吸光法は１回の測定での様々な濃度範囲の元素の迅速測定が可能なので、このような種類のサンプル測定に最適な方法です。

Headquarters
Analytik Jena AG
Konrad-Zuse-Strasse 1
07745 Jena · Germany

Phone +49 3641 77 70
Fax +49 3641 77 9279

info@analytik-jena.com
www.analytik-jena.com

jp · 11/2016
© Analytik Jena AG | Pictures ©: pixabay/alohamalakhov