

県産素材由来食品・芳香性商品開発支援に向けた新規分析法に関する研究

－水産物の多元素分析法の開発－

Development of novel analytical methods for foods and aromatic products by utilizing the natural resources of Aomori prefecture
 - Study of Multi-Element Analysis for Aquatic Products -

横澤 幸仁、一戸 聡子

平成 27 年 4 月 1 日から食品表示法が施行され、食品表示基準に規定された元素が増えており、これに対応することが必要であるため、弘前工業研究所でこれまでに県産農産物や加工品を対象として開発してきた分析技術を県産の水産物へ応用し、マイクロウェーブ装置や ICP 分析を用いた多元素分析法の開発を行った。

今年度は、貝類（しじみ、ホタテ）を対象として、迅速な前処理が可能であるマイクロウェーブ分解方法の条件を検討したところ、硝酸と過酸化水素を組み合わせ、230℃まで三段階の昇温工程とすることで分解可能であった。分解後の溶液は、ICP 発光分析装置を用いてナトリウム、カリウム、カルシウム、マグネシウム、クロム、銅、鉄、マンガン、亜鉛、リンを定量し、ICP 質量分析装置を用いてセレン、モリブデンを定量した。

ICP 発光分析装置を用いた測定結果

元素	測定波長 (nm)	内標準 (nm)	定量下限値 (mg/kg)	シジミ (mg/kg)	ホタテ貝柱 (mg/kg)	ホタテヒモ (mg/kg)	ホタテウロ (mg/kg)
Na	589.592	Y 360.073	1	100	170	470	400
K	766.490		1	87	410	210	220
Ca	393.366		0.001	98	12	82	59
Mg	279.553		0.001	21	41	69	50
Cr	267.716		0.01	0.2	<0.01	0.02	0.05
Cu	224.700		0.01	0.6	<0.01	<0.01	0.2
Fe	259.940		0.05	38	0.6	3.2	4.5
Mn	257.610		0.005	0.7	0.02	0.08	0.09
Zn	213.856		0.01	2.4	1.6	3.5	3.9
P	213.618		0.1	125	200	100	130

ICP 質量分析装置を用いた測定結果

元素	質量数	内標準 (質量)	定量下限値 (μg/kg)	シジミ (μg/kg)	ホタテ貝柱 (μg/kg)	ホタテヒモ (μg/kg)	ホタテウロ (μg/kg)
Se	82	Y (89)	2	4	10	14	100
Mo	98		0.1	10	5	40	250

1. はじめに

平成 27 年 4 月 1 日から食品表示法が施行され、食品表示基準に規定された元素が増えており、これに対応することが必要であるため、弘前工業研究所でこれまでに県産農産物や加工品を対象として開発してきた分析技術を県産の水産物へ応用し、マイクロウェーブ装置や ICP 分析を用いた多元素分析法の開発を行った。

今年度は、貝類（しじみ、ホタテ）を対象として、迅速な前処理が可能であるマイクロウェーブ分解方法の条件を検討したところ、硝酸と過酸化水素を組み合わせ、230℃まで三段階の昇温工程とすることで分解可能であった。分解後の溶液は、ICP 発光分析装置を用いてナトリウム、カリウム、カルシウム、マグネシウム、クロム、銅、鉄、マンガン、亜鉛、リンを定量し、ICP 質量分析装置を用いてセレン、モリブデンを定量した。

2. 試料と分解方法

試料は全て容器から葉さじで分取して分解容器に入れた。
試料の分解には、最大 8 本の分解容器を使用できるマイクロウェーブ分解装置を使用した。

3. 結果等

3. 1 マイクロウェーブ分解の条件

試料の分解には有機物の分解を促進させるため、硝酸と過酸化水素を組み合わせ使用した。図 1 に示すように、マイクロウェーブで分解後、内標準元素を添加して測定用試料とした。

なお、しじみについては、マイクロウェーブ分解後に、ケイ素を主成分とする沈殿が生じたため、フッ化水素酸による処理を行ってから ICP 分析用試料とした。

表 1 にマイクロウェーブ分解の昇温プログラムを示す。

表 1. マイクロウェーブの昇温プログラム

ステップ	温度 (℃)	昇温 (分)	保持 (分)	累積 (分)
酸添加			30	30
1	150	10	5	45
2	190	10	5	60
3	230	10	20	90

3. 2 ICP 発光分析装置による定量

分解後の試料について、ICP 発光分析装置を用いて ICP 発光分析装置を用いてナトリウム、カリウム、カルシウム、マグネシウム、クロム、銅、鉄、マンガン、亜鉛、リンを定量した結果を表 2 に示す。内標準にはイットリウム 360.073nm を用いた。

3. 3 ICP 質量分析装置による定量

分解後の試料について、ICP 質量分析装置を用いてセレン、モリブデンを定量した結果を表 3 に示す。内標準には質量数 89 のイットリウムを用いた。

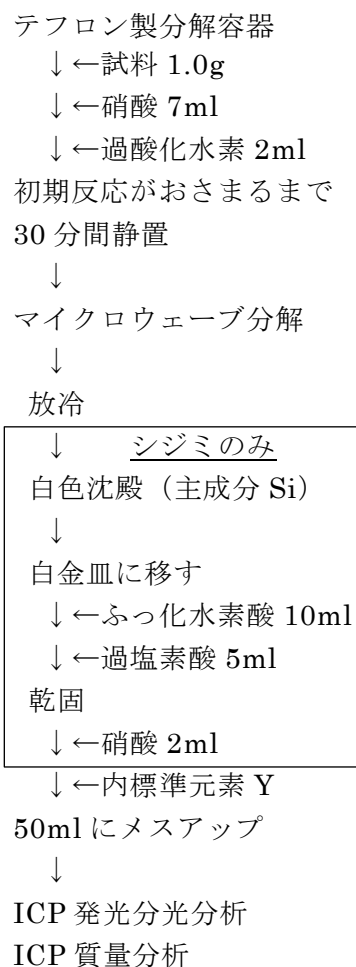


図 1. 元素分析フロー

4. まとめ

本研究では、貝類（シジミ、ホタテ）を対象として、前処理方法にマイクロウェーブ分解を用い、硝酸と過酸化水素を組み合わせ使用し、装置の最高分解温度を 230℃に設定すれば有機物の分解が完了していることが分かった。マイクロウェーブ分解に要する時間は 90 分、冷却時間を含めても約 2 時間 30 分となり、従来の開放系湿式分解に比較して、有機物の分解が短時間で可能となった。

表 2. ICP 発光分析装置を用いた測定結果

元素	測定波長 (nm)	内標準 (nm)	定量下限値 (mg/kg)	シジミ (mg/kg)	ホタテ貝柱 (mg/kg)	ホタテヒモ (mg/kg)	ホタテウロ (mg/kg)
Na	589.592	Y 360.073	1	100	170	470	400
K	766.490		1	87	410	210	220
Ca	393.366		0.001	98	12	82	59
Mg	279.553		0.001	21	41	69	50
Cr	267.716		0.01	0.2	<0.01	0.02	0.05
Cu	224.700		0.01	0.6	<0.01	<0.01	0.2
Fe	259.940		0.05	38	0.6	3.2	4.5
Mn	257.610		0.005	0.7	0.02	0.08	0.09
Zn	213.856		0.01	2.4	1.6	3.5	3.9
P	213.618		0.1	125	200	100	130

表 3. ICP 質量分析装置を用いた測定結果

元素	質量数	内標準 (質量)	定量下限値 (μ g/kg)	シジミ (μ g/kg)	ホタテ貝柱 (μ g/kg)	ホタテヒモ (μ g/kg)	ホタテウロ (μ g/kg)
Se	82	Y (89)	2	4	10	14	100
Mo	98		0.1	10	5	40	250