

商品化支援分析技術の開発

Study of Pretreatment Method using Microwave Digestion System

横澤 幸仁、一戸 聡子、依田 毅

食品等素材は年々多様化しており、安心安全という面からも、規制物質等の分析が求められているが、その多様性から分析には高度な技術と時間を要する。弘前工業研究所では県内企業から食品や美容・健康等の商品開発に関連した分析依頼も多い。そこで、最も時間を要する前処理工程を迅速化する技術を開発して企業の商品化を支援することを目的に、食品表示基準で規定されている元素等の分析技術の開発を行った。

今年度は、保湿剤を対象として、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、アルミニウム、クロム、銅、鉄、マンガン、亜鉛を定量し、ICP 質量分析装置を用いてセレン、モリブデンを定量した。

表1 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)	クリーム (mg/kg)	乳液 (mg/kg)	ジェル(軟) (mg/kg)	ジェル(硬) (mg/kg)
Na	589.592	Y 324.228	76	4800	32	<3
K	766.490		16	220	100	7.8
Ca	393.366		3.2	65	7.1	7.1
Mg	279.553		0.7	18	2.5	1.4
Al	394.403		1.3	1.4	1.9	4.5
Cr	267.716		0.07	<0.05	0.10	0.09
Cu	324.754		0.45	0.25	0.27	<0.2
Fe	238.204		4.5	2.3	4.0	1.4
Mn	257.610		0.06	0.08	0.07	0.03
Zn	213.856		0.76	0.30	0.62	0.65

表2 ICP 質量分析装置を用いた測定結果

元素	質量数	内標準	クリーム (μ g/kg)	乳液 (μ g/kg)	ジェル(軟) (μ g/kg)	ジェル(硬) (μ g/kg)
Se	82	Y(89)	<4	<4	<4	<4
Mo	98		<0.4	<0.4	<0.4	<0.4

1. はじめに

食品等素材は年々多様化しており、安心安全という面からも、規制物質等の分析が求められているが、その多様性から分析には高度な技術と時間を要する。弘前工業研究所では県内企業から食品や美容・健康等の商品開発に関連した分析依頼も多い。そこで、最も時間を要する前処理工程を迅速化する技術を開発して企業の商品化を支援することを目的に、食品表示基準で規定されている元素等の分析技術の開発を行った。

今年度は、保湿剤を対象として、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、アルミニウム、クロム、銅、鉄、マンガン、亜鉛を定量し、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薬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。

テフロン製分解容器

↓ ← 試料 0.5g

↓ ← 硝酸 7ml

↓ ← 過酸化水素 2ml

初期反応がおさまるまで
30 分間静置

↓

マイクロウェーブ分解

↓

放冷

↓ ← 内標準元素 Y

50ml にメスアップ

↓

ICP 発光分光分析

ICP 質量分析

3. 結果と考察

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。表 3 にマイクロウェーブ分解の昇温プログラムを示す。

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、アルミニウム、クロム、銅、鉄、マンガン、亜鉛を定量した結果を表 4 に示す。内標準にはイットリウム 324.228nm を用いた。

図 1. 保湿剤の元素分析フロー

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 5 に示す。内標準には質量数 89 のイットリウムを用いた。

表 3 マイクロウェーブの昇温プログラム

ステップ	温度 (°C)	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

表 4 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)	クリーム (mg/kg)	乳液 (mg/kg)	ジェル(軟) (mg/kg)	ジェル(硬) (mg/kg)
Na	589.592	Y 324.228	3	76	4800	32	<3
K	766.490		70	16	220	100	7.8
Ca	393.366		0.3	3.2	65	7.1	7.1
Mg	279.553		0.2	0.7	18	2.5	1.4
Al	394.403		0.7	1.3	1.4	1.9	4.5
Cr	267.716		0.05	0.07	<0.05	0.10	0.09
Cu	324.754		0.2	0.45	0.25	0.27	<0.2
Fe	238.204		0.2	4.5	2.3	4.0	1.4
Mn	257.610		0.02	0.06	0.08	0.07	0.03
Zn	213.856		0.1	0.76	0.30	0.62	0.65

表 5 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)	クリーム (μ g/kg)	乳液 (μ g/kg)	ジェル(軟) (μ g/kg)	ジェル(硬) (μ g/kg)
Se	82	Y (89)	4	<4	<4	<4	<4
Mo	98		0.4	<0.4	<0.4	<0.4	<0.4

4. まとめ

本研究では、保湿剤を対象として、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、分解容器中の温度が 200℃以上になっていれば有機物の分解が完了していることが分かった。分解に要する時間は 90 分、冷却時間を含めても約 2 時 30 分となり、従来の開放系湿式分解に比較して非常に短時間で処理が可能となった。