

商品化支援分析技術の開発

Study of Pretreatment Method using Microwave Digestion System

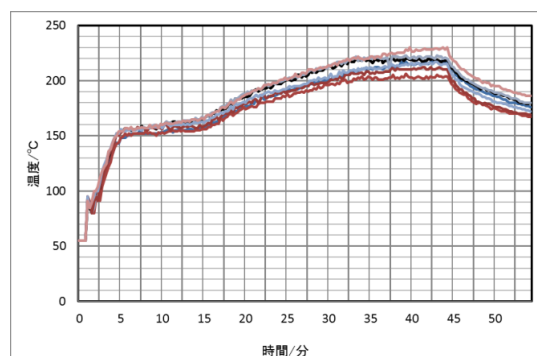
横澤幸仁、一戸聡子

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。弘前地域研究所では県内企業から食品などの商品開発に関連した分析依頼も多く、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として、食品衛生法に基準値が設けられている元素や栄養表示基準が設けられている元素の分析技術の開発を行った。

今年度は、青森県産のリンゴとブドウを対象として、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、分解容器中の温度が 200℃以上になれば有機物の分解が完了していることが分かった。分解後の溶液は、ICP 発光分析装置を用いてカルシウム、マグネシウム、ナトリウム、鉄を定量し、ICP 質量分析装置を用いてヒ素、カドミウム、鉛、スズ、亜鉛、銅を定量した。

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)
1	170	5	10
2	220	10	20



ICP 発光分析装置を用いた測定結果

元素	測定波長 (nm)	リンゴ (mg/100g)	ブドウ (mg/100g)
Ca	393.366	2.1	1.4
Mg	279.553	2.3	3.2
Na	589.592	0.3	0.9
Fe	259.940	0.1	0.1

マイクロウェーブ容器内温度の推移

ICP 質量分析装置を用いた測定結果

元素	質量数	リンゴ (μg/100g)	ブドウ (μg/100g)
As	75	<0.1	<0.1
Cd	111	<0.1	<0.1
Pb	208	<1	<1
Sn	118	<1	<1
Zn	66	12	8
Cu	63	39	35

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。弘前地域研究所では県内企業から食品などの商品開発に関連した分析依頼も多く、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として、食品衛生法に基準値が設けられている元素や栄養表示基準が設けられている元素の分析技術の開発を行った。

今年度は、青森県産のリンゴとブドウを対象として、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決定し、ICP 発光分析装置を用いてカルシウム、マグネシウム、ナトリウム、鉄を定量し、ICP 質量分析装置を用いてヒ素、カドミウム、鉛、スズ、亜鉛、銅を定量した。

2. 試料と分解方法

青森県産のリンゴとブドウの可食部を試料として使用した。
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. 結果と考察

3. 1 マイクロウェーブ分解の条件

リンゴ、ブドウ、ニンジン进行分析の際は、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。有機物の分解状況を調べるために、図1に示すように、マイクロウェーブ用容器から分解液をビーカーに移して、硫酸を添加後、加熱濃縮して色の変化を観察し、茶色や褐色に変化した場合は分解が不十分と判断した。その結果、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。表1にリンゴとブドウのマイクロウェーブ分解の昇温プログラム、図2にはその時の分解容器内の温度変化について示すが、すべての容器で内部温度が 200℃以上であった。

テフロン製分解容器
↓←試料 1 g
↓←硝酸 6ml
↓←過酸化水素 2ml
マイクロウェーブ分解
↓
放冷後、取り出して冷却
↓←硫酸 1ml
砂浴上で加熱濃縮
↓
色の変化を観察
↓
有機物の有無を確認

図1. マイクロウェーブ分解条件の検討

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)
1	170	5	10
2	220	10	20

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カルシウム、マグネシウム、ナトリウム、鉄を定量した結果を表1に示す。

それぞれの元素の方法定量下限 (ML0Q) はカルシウムとマグネシウムが 0.01mg/L、ナトリウムと鉄は 0.05 mg/L であった。

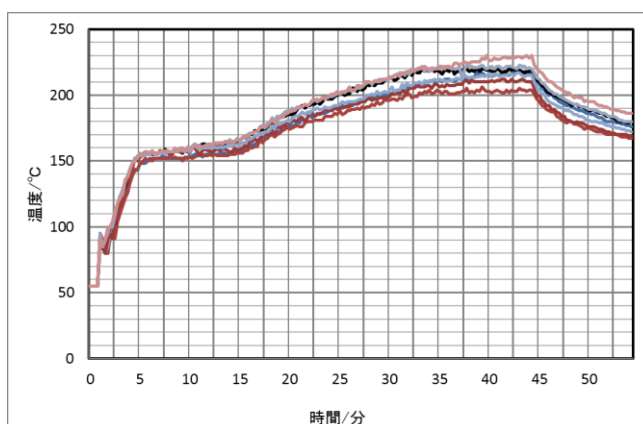


図2. マイクロウェーブ分解時の容器内温度の推移

3. 3 ICP 質量分析限值による定量

分解後の試料について、ICP 質量分析装置を用いてヒ素、カドミウム、鉛、スズ、亜鉛、銅を定量した結果を表 2 に示す。

それぞれの定量下限 (MLOQ) はヒ素が $0.01 \mu\text{g/L}$ 、カドミウムが $0.01 \mu\text{g/L}$ 、鉛が $0.04 \mu\text{g/L}$ 、スズが $0.02 \mu\text{g/L}$ 、亜鉛が $0.01 \mu\text{g/L}$ 、銅が $0.01 \mu\text{g/L}$ であった。

4. まとめ

本研究では、リンゴとブドウを対象として、前処理方法としてマイクロウェーブ分解を用いたが、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°C 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 45 分、冷却時間を含めても約 2 時間となり、従来の開放系湿式分解に比較して非常に短時間での処理が可能であった。

今後は他の農産物や加工品等への応用を検討することになっている。

表 1. ICP 発光分析装置を用いた測定結果

元素	測定波長 (nm)	リンゴ (mg/100g)	ブドウ (mg/100g)
Ca	393.366	2.1	1.4
Mg	279.553	2.3	3.2
Na	589.592	0.3	0.9
Fe	259.940	0.1	0.1

表 2. ICP 質量分析装置を用いた測定結果

元素	質量数	リンゴ ($\mu\text{g}/100\text{g}$)	ブドウ ($\mu\text{g}/100\text{g}$)
As	75	<0.1	<0.1
Cd	111	<0.1	<0.1
Pb	208	<1	<1
Sn	118	<1	<1
Zn	66	12	8
Cu	63	39	35