

# 第 2 章

## 無 機 質

### A 試料溶液調製法

試料の前処理は、【付録】 2. 食品群別の試料前処理法に準じて行うが、金属製の容器や器具類の使用は、測定目的の元素によって避ける必要がある。例えば、ナトリウムを測定するときはガラス容器、鉄を測定するときは金属包丁やコーヒーミルなどの使用は避ける。

#### A-1. 希酸抽出法（ナトリウム及びカリウム定量のための標準法）

##### 適 用

食品全般に用いる。

##### 測定方法

##### （1）装置及び器具

振り混ぜ機

抽出容器：容量250 mLのプラスチック製容器を用いる。

遠心分離機

遠心管、漏斗などはすべてプラスチック製（注1）のものを用いる。

##### （2）試 薬

1% 塩酸溶液：原子吸光分析用又は精密分析用20% 塩酸を、イオン交換水（電気抵抗10 MΩ以上のもの）で希釈する（注2）。

##### （3）操 作

抽出容器に試料2～10 g (*W*)（乾質量として1～2 g）（注3）を0.001 gまではかりとり、1% 塩酸溶液200 mL (*V*) を正確に加える。室温で30分間振り混ぜ抽出する。抽出液を遠心管に移し、1500回転/分で15分間遠心分離し、その上澄みを集めて試料溶液とする（注4）。

##### 注 解

（注1）代表的な材質は、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリスチレンなど。試験に影響のない材質を用いる。

（注2）原子吸光分析用又は精密分析用20% 塩酸のナトリウム含量は、ロットにより変動するが、調製した1% 塩酸溶液では、通常は0.1 μg/mL以下である。しかし、原子吸光度法によるナトリウムの測定は感度がよいため、1% 塩酸溶液でもほとんどの場合に検出される。そこで、1% 塩酸溶液は大量に調製してプラスチック製容器に保存しておき、標準溶液と試料溶液の調製には同一の1% 塩酸溶液を用いるようにする。

（注3）測定目的元素の含有量に応じて適宜減らしてもよい。

（注4）ナトリウムが多い場合又は試料が浮遊して遠心分離が不適切な場合は、プラスチック製漏斗とJIS 5または6種のろ紙を用いてろ過し、はじめの20～30 mLのろ液は捨て、その後のろ液をプラスチック製容器に集めて、適宜希釈して試料溶液としてもよい。

## A-2. 乾式灰化法

### A-2-1. 白金製蒸発皿、ほうけい酸ガラス又は石英ガラスビーカーを用いる乾式灰化法 (カルシウム、マグネシウム、リン、鉄、亜鉛、銅及びマンガン定量のための標準法)

#### 適 用

食品全般に用いる。

#### 測定方法

##### (1) 装置及び器具

電気マッフル炉：熱電対温度計付きのもので500～600℃ ± 10℃に設定できるものを用いる。

灰化容器：口径5～6cmの白金製蒸発皿、容量50又は100mLのほうけい酸ガラス又は石英ガラス製ビーカーを用いる（注1）。

ホットプレート又は水浴：ホットプレートは家庭用を代用できる。

赤外線ランプ：200～500Wのフラット型を用いる。

##### (2) 試 薬

20%塩酸及び1%塩酸溶液：原子吸光分析用又は精密分析用20%塩酸をそのまま、及びイオン交換水で20倍に希釈する。

##### (3) 操 作

試料5～20g（*W*）を灰化容器に0.001gまではかりとる。水分の多い野菜類、果実類及び液体状の試料は、水浴上又は乾燥器内、あるいは赤外線ランプ下で水分を蒸発させる。次いで予備灰化を行う。すなわち、ホットプレート上の加熱と赤外線ランプ下の加熱を同時又は交互に行って、ふきこぼれないように穏やかに加熱し、部分炭化又は全炭化させる。500～550℃（注2）の電気マッフル炉に入れて、5～6時間保持して灰化させる。電気マッフル炉の電源を切り、扉を少し開けて温度を下げる。電気マッフル炉の炉内温度が約200℃に下がったら、灰化容器を取り出し、放冷後（注3）、灰を数滴のイオン交換水で湿らせてから20%塩酸5mL（注4）を加えて灰を溶解させ、水浴上又はホットプレート上で加熱して、蒸発乾固させる。1%塩酸溶液約20mLを加えて水浴上又はホットプレート上で加温しながら残留物を溶かし、JIS 5又は6種のろ紙を用い（注5）容量100mL（注6）の全量フラスコにろ過する。灰化容器を3回洗浄しながらろ過した後、ろ紙上に黒色の炭素粒が残っている場合は、ろ紙ごと灰化容器に戻し、同じ条件で再灰化を行う。20%塩酸5mL（注4）を加えて、同じ操作を行い、先の全量フラスコにろ液を合わせる。冷却後、1%塩酸溶液で100mL（注6）に定容（*V*）し、試料溶液とする。空試験は、一連の操作に用いたものと同濃度、同容量の塩酸を用いて行う。

#### 注 解

（注1）乾式灰化法で他の材質の灰化容器を用いる場合は、いろいろな制限があるので、必ず主成分組成の似ている組成標準物質の分析を行って、方法の妥当性を検討する。

（注2）リンを同時に測定するときは500℃までとする。

（注3）放冷はデシケーター中で行うか、アルミホイルなどでカバーし、ほこりなどが混入しないようにする。

（注4）灰の量に応じて塩酸量を調節してもよい。

（注5）あらかじめ漏斗にろ紙を入れ、加温した1%塩酸溶液20～30mLを通して洗浄しておく。

（注6）目的元素の含有量に合わせて定容量を変更してもよい。

## A-2-2. リン酸添加乾式灰化法

### 適用

灰がアルカリ性を示す食品に用いる（注1）。

### 測定方法

#### （1）装置及び器具

灰化容器：ほうけい酸ガラス又は石英ガラスビーカー（注2）

他は A-2-1. 直接灰化法と同じ。

#### （2）試 葉

1 mol/L リン酸溶液：85 % リン酸115 g をはかりとり、イオン交換水で 1 L に定容する。

他は、A-2-1. 直接灰化法と同じ。

#### （3）操 作

試料20～50 g (W) (乾質量で2.5～3 g) を容量100 mL のビーカーに0.001 g まではかりとり、1 mol/L リン酸溶液1.5 mL を加え、ほうけい酸ガラス製の棒でよく混和し、赤外線ランプを照射して、ときどきかき混ぜながら濃縮し、乾燥、次いで炭化する。以下は、A-2-1. と同様に操作するが、電気マッフル炉の温度は500℃にする（注2）。

### 注 解

（注1）大部分の野菜類及び果実類が相当する。

（注2）これらを石英又はほうけい酸ガラスの容器を用いて500℃を超える温度で灰化すると、いずれの容器ともアルカリ性でおかされやすくなり、その際、試料中の重金属元素類は容器に固着して回収率が低下する。また、ほうけい酸ガラス製の容器では、ナトリウムが溶出し、カリウムが取り込まれる。そのため、これらの試料をほうけい酸ガラスビーカーで乾式灰化するには、リン酸添加乾式灰化法を用いる。ただし、添加回収試験により目的元素の回収率を確認することで、A-2-1. の方法で作業してもよい。リン酸添加乾式灰化法は、リンの測定には使えない。

## A-3. 湿式分解法

### A-3-1. 硝酸・過塩素酸を用いる湿式分解法

#### 適用

食品全般に用いる。

#### 測定方法

#### （1）装置及び器具

分解容器：容量100 mL のほうけい酸ガラス製コニカルビーカーを用いる。

時計皿：肉厚のほうけい酸ガラス製を用いる。

ホットプレート：家庭用が使用できる。

#### （2）試 葉

硝酸：精密分析用又は原子吸光分析用を用いる。

過塩素酸：60 % ，精密分析用又は原子吸光分析用を用いる。

#### （3）操 作

分解容器に、試料2～10 g (W) (乾質量として1～2 g) を0.001 g まではかりとる。最初、硝酸10 mL を加え、ホットプレートで比較的低温（100℃くらい）で加熱分解を行う。ビーカーの口にはほうけい酸ガラス製の時計皿を置いて還流させて、硝酸の過度の蒸発を防ぐ。激しく泡立つ反応がおさまったら、ホットプレートから降ろして、冷却後、60 % 過塩素酸2 mL を加え、加熱温度を150℃に上

げて分解を続ける。液が褐色になり始めたら、ホットプレートから降ろし、放冷後、1 mL の硝酸を加えて分解を続ける。時計皿をはずし、液が褐色になる場合には、この操作を繰り返し、透明又は淡黄色になったら、乾固寸前まで濃縮する（注1）。残留物を1% 塩酸溶液で加温溶解し、A-2-1.と同様に操作して、容量100 mL の全量フラスコに洗い込み、1% 塩酸溶液で定容とし、試料溶液（V）とする。

#### 注 解

（注1）有機物が残った状態で乾固させると、爆発する可能性があるので注意する。

### A-3-2. 硝酸・硫酸・過塩素酸を用いる湿式分解法

#### 適 用

脂肪含量の多い動物性試料に用いる。

#### 測定方法

##### （1）装置及び器具

分解容器：ケルダールフラスコ（注1）

ガスバーナー

##### （2）試 薬

硝酸：精密分析用又は原子吸光分析用を用いる。

過塩素酸：60%，精密分析用又は原子吸光分析用を用いる。

硫酸：精密分析用

##### （3）操 作

分解容器に、試料1～10 g（W）を0.001 g まではかりとる。硝酸10 mL を加え穏やかに加熱する。激しい反応が終了したら、硝酸10 mL 及び硫酸5 mL を加え、再び加熱する。内容液が褐色～黒色となったら硝酸2 mL を加える。内容液が無色～淡黄色となったら、過塩素酸2 mL を加え、硫酸の白煙を生じるまで再び加熱する。放冷後、分解容器の内壁を水でよく洗い込み、硫酸の白煙が生じるまで再び加熱する。放冷後、溶液を全量フラスコに洗い込んだ後、水で定容とし、試料溶液（V）とする。

#### 注 解

（注1）コニカルビーカーとホットプレート（試験室用）を用いることもできる。

### A-4. マイクロ波分解法(セレン、クロム及びモリブデンの定量のための標準法)

#### 適 用

食品全般に用いる。

#### 測定方法

##### （1）装置及び器具

マイクロ波分解装置：最大試料1 g 分解が可能な容器を処理でき、内部温度センサーなどを装備し、温度コントロールが可能なもの（Milestone 社製、ETHOS 1 同等品）。

##### （2）試 薬

硝酸：金属濃度100 pg/mL 以下の超高純度試薬（関東化学（株）、Ultrapur-100 超高純度試薬 同等以上のもの）

過酸化水素：特級

##### （3）操 作

試料0.1～1（W）g をあらかじめ希硝酸で洗浄したマイクロ波分解容器（注1）にとり、硝酸5 mL 及び過酸化水素1 mL を加えて密封した後、以下の条件でマイクロ波分解を行う。

### マイクロ波分解条件（例）

ステップ	時間（分）	温度（℃）	出力（W）
1	0	0	0
2	2	70	1000
3	5	50	0
4	20	200	1000
5	30	200	1000

#### 注 解

（注1）マイクロ波分解容器にあらかじめ硝酸5 mL を加え、表の条件でマイクロ波分解を行い洗浄しておくことで空試験値を低減することができる。

# 7 ナトリウム

## 7-1. 原子吸光光度法

### 適用

食品全般に用いる。

### 測定方法

#### (1) 装置及び器具

原子吸光光度計：一般的なすべての原子吸光光度計を用いることができる。

中空陰極ランプ：ナトリウム用

アセチレン：一般にボンベ入り溶解アセチレンを用いる（注1）。

コンプレッサー：助燃ガスの空気を供給する。原子吸光光度計との間でフィルターを通す。

振り混ぜ器

#### (2) 試 葉

1% 塩酸溶液：原子吸光分析用又は精密分析用20% 塩酸をイオン交換水（電気抵抗が10 MΩ以上のもの）で希釈する（注2）。

ナトリウム標準溶液：市販の原子吸光分析用標準溶液を、1% 塩酸で希釈して、検量線作成用に0.5～3.0 μg/mL の濃度の標準溶液を調製する（注3）。プラスチック製容器に保存する。

#### (3) 試料溶液の調製

A-1. 希酸抽出法に従う。A-2. 乾式灰化法を用いるときは、ナトリウムの多い海藻類及び食塩を添加した加工食品類を除いて、灰化容器には、白金製蒸発皿又は石英ガラス製ピーカーを用い、前処理にはすべてプラスチック製器具を用いる（注4）。また、A-3. 湿式分解法は、ナトリウムの多い海藻類及び食塩を添加した加工食品類を除いて、酸及び分解容器からの汚染があるので、用いないほうがよい。

#### (4) 測 定

原子吸光光度計を用いて測定用試料溶液の吸光度を測定し、あらかじめ作成した検量線から試料溶液の濃度（ $A$ ）を求める。測定波長は589.0 nm に設定する（注5）。1% 塩酸試料溶液をそのまま希釈しないで測定用試料溶液とすることを基本とする。直接に、ネブライザーで吸入噴霧し、アセチレン-空気フレームに導入する。ナトリウムの濃度が高すぎる場合は、1% 塩酸溶液で希釈するか、検量線濃度を変更して原子吸光光度計のバーナーヘッドを回転させて感度を落として測定する。又は、測定波長を感度の悪い330.3 nm に設定（検量線作成用の標準溶液は30～150 μg/mL）して測定する。

#### (5) 計 算

$$\text{ナトリウム含量 (mg/100 g)} = \frac{A \times V \times d \times f}{W \times 1000} \times 100$$

$A$ ：検量線から求めた測定用試料溶液中のナトリウム濃度（μg/mL）

$V$ ：試料溶液量（mL）

$d$ ：希釈倍数

$f$ ：標準溶液のファクター

$W$ ：試料採取量（g）

## 注 解

(注1) 溶解アセチレンはボンベ内にアセトンが入っており、低圧になるとアセトンのガスも出てくるため、測定の際に、原子吸光度計の機種によっては、ガス制御部分などに支障をきたすし、またフレームに影響が出るので、ガス圧が0.2 MPa 以下となったら使用しないほうが安全である。アセトンが入っていないものも市販されている。

(注2) 原子吸光用又は精密分析用20 % 塩酸のナトリウム含量は、ロットにより変動するが、調製した1 % 塩酸溶液では、普通0.1 µg/mL 以下である。しかし、原子吸光度法によるナトリウムの測定は感度がよいため、1 % 塩酸溶液でも、ほとんどの場合検出される。そこで、1 % 塩酸溶液は大量に調製してプラスチック製容器に保存しておき、標準溶液の調製と試料溶液の調製には同一の1 % 塩酸溶液を用いるようにする。

(注3) あらかじめ最小読み取り値と直線性を確認すれば、検量線範囲は変更してもよい。

(注4) ナトリウム含量の低いもの(生野菜、でん粉、砂糖など)は、ガラスから溶出するナトリウムにより過大な値を示すおそれがある。

(注5) 波長は589.6 nm でもよい。

## 7-2. 誘導結合プラズマ発光分析法

### 適 用

食品全般に用いる。

### 測定方法

#### (1) 装置及び器具

誘導結合プラズマ発光分析装置：一般的なすべての誘導結合プラズマ発光分析装置を用いることができる。

#### (2) 試 薬

20 % 塩酸 (原子吸光分析用又は精密分析用)

1 % 塩酸溶液：原子吸光分析用又は精密分析用20 % 塩酸をイオン交換水 (電気抵抗が10 MΩ 以上のもの) で希釈する。

ナトリウム及びカリウム混合標準溶液：市販の原子吸光分析用標準溶液を1 % 塩酸濃度となるように希釈して、検量線作成用の0 ~ 50 µg/mL の濃度の標準溶液を調製する (注1)。プラスチック製容器に保存する。

#### (3) 試料溶液の調製

A-1. 希酸抽出法又は A-2. 乾式灰化法により試料溶液を調製する。脂質含量の高い試料は A-2. 乾式灰化法が望ましい。試料溶液中の塩濃度が高い場合は、発光強度の低下が認められるので、希釈するか (希釈倍数：d) 標準溶液の元素組成を試料溶液と近似させる必要がある (注2)。希釈をする場合、1 % 塩酸溶液となるように調製する。

#### (4) 測 定

誘導結合プラズマ発光分析装置を用いて、測定用試料溶液を直接ネブライザーで吸入噴霧し、試料溶液の発光強度を測定し、あらかじめ作成した検量線から測定用試料溶液中の濃度 (A) を求める。測定波長は588.995 nm を用いる。必要に応じて、別の測定波長を用いてもよい。

## (5) 計 算

$$\text{試料中のナトリウム含量 (mg/100 g)} = \frac{A \times V \times d \times f}{W \times 10}$$

$A$  : 検量線から求めた測定用試料溶液中のナトリウム濃度 ( $\mu\text{g/mL}$ )

$V$  : 定容量 (mL)

$d$  : 希釈倍数

$f$  : 標準溶液のファクター

$W$  : 試料採取量 (g)

### 注 解

(注1) 混合標準溶液の一例。あらかじめ最小読み取り値と直線性を確認すれば、検量線範囲は変更してもよい。

(注2) 試料溶液中に高濃度の元素（アルカリ金属，アルカリ土類金属）が共存すると、試料溶液の装置への導入量や導入効率を低減し、発光強度が低下する。

## 8 カリウム

### 8-1. 原子吸光光度法

#### 適 用

食品全般に用いる。

#### 測定方法

##### (1) 装置及び器具

中空陰極ランプ：カリウム用

他は、7-1. 原子吸光光度法に同じ。

##### (2) 試 薬

カリウム標準溶液：市販の原子吸光分析用標準溶液を、1% 塩酸溶液で希釈して、検量線作成用に2.0~10.0 µg/mLの濃度の標準溶液を調製する(注1)。プラスチック製容器に保存する。

他は、7-1. 原子吸光光度法に同じ。

##### (3) 試料溶液の調製

A-1. 希酸抽出法に従う。A-2. 乾式灰化法を用いるときは、灰化容器には、白金製蒸発皿又は石英ガラス製ビーカー(試料による)を用いる。

##### (4) 測 定

原子吸光光度計を用いて、測定用試料溶液の吸光度を測定し、あらかじめ作成した検量線から試料溶液の濃度(A)を求める。測定波長は766.5 nmに設定する。1% 塩酸試料溶液をそのまま希釈しないで測定用試料溶液とすることを基本とする。直接に、ネブライザーで吸入噴霧し、アセチレン-空気フレームに導入する。カリウムの濃度が高すぎる場合は、1% 塩酸溶液で希釈するか、検量線濃度を変更して原子吸光光度計のパーナーヘッドを回転させて感度を落として測定する。または、測定波長を感度の悪い404.4 nmに設定(検量線作成用の標準溶液は100~500 µg/mL)して測定する。

##### (5) 計 算

$$\text{カリウム含量 (mg/100 g)} = \frac{A \times V \times d}{W \times 1000} \times f \times 100$$

A：検量線から求めた測定用試料溶液中のカリウムの濃度 (µg/mL)

V：試料溶液量 (mL)

d：希釈倍数

f：標準溶液のファクター

W：試料採取量 (g)

#### 注 解

(注1) あらかじめ最小読み取り値と直線性を確認すれば、検量線範囲は変更してもよい。

### 8-2. 誘導結合プラズマ発光分析法

#### 適 用

食品全般に用いる。

## 測定方法

### (1) 装置及び器具

7-2. 誘導結合プラズマ発光分析法に同じ。

### (2) 試 薬

7-2. 誘導結合プラズマ発光分析法に同じ。

### (3) 試料溶液の調製

7-2. 誘導結合プラズマ発光分析法に同じ。

### (4) 測 定

誘導結合プラズマ発光分析装置を用いて、測定用試料溶液を直接ネブライザーで吸入噴霧し、試料溶液の発光強度を測定し、あらかじめ作成した検量線から測定用試料溶液中の濃度 ( $A$ ) を求める。測定波長は766.491 nm を用いる。必要に応じて、別の測定波長を用いてもよい。

### (5) 計 算

$$\text{カリウム含量 (mg/100 g)} = \frac{A \times V \times d \times f}{W \times 10}$$

$A$  : 検量線から求めた測定用試料溶液中のカリウム濃度 ( $\mu\text{g/mL}$ )

$V$  : 定容量 (mL)

$d$  : 希釈倍数

$f$  : 標準溶液のファクター

$W$  : 試料採取量 (g)

## 9

## カルシウム

## 9-1. 干渉抑制剤添加—原子吸光光度法

## 適用

一般的な食品に用いる（注1）。

## 測定方法

## (1) 装置及び器具

中空陰極ランプ：カルシウム用

他は、7-1. 原子吸光光度法に同じ。

## (2) 試 薬

カルシウム標準溶液：市販の原子吸光分析用標準溶液を適宜1%塩酸溶液で希釈し、測定用試料溶液に添加したと同じランタン又はストロンチウム濃度（表9-1参照）になるように、それぞれにランタン溶液又はストロンチウム溶液を加える。0.5~25 µg/mLの濃度（注2）の標準溶液を調製する。プラスチック製容器に保存する。

ランタン溶液：干渉抑制剤の塩化ランタン-0.1 mol/L 塩酸溶液（市販の原子吸光分析用）、ランタンとして10%±0.3% (w/v) のものを用いる。

ストロンチウム溶液：干渉抑制剤の塩化ストロンチウム溶液（市販の原子吸光分析用）、ストロンチウムとして10%±0.1% (w/v) のものを用いるか、塩化ストロンチウム六水和物 (SrCl<sub>2</sub> · 6 H<sub>2</sub>O) 15.215 g を1% 塩酸溶液に溶解して100 mL に定容する（ストロンチウムとして5% (w/v)）。

他は、7-1. 原子吸光光度法に同じ。

## (3) 試料溶液の調製

A-2. 乾式灰化法に従い、1% 塩酸試料溶液を調製する。A-3. 湿式分解法又はA-1. 希酸抽出法を用いてもよい。希酸抽出法では、通常1% 塩酸溶液で室温1時間の振り混ぜで抽出できるが、カルシウムが多い海藻類などでは、3% 塩酸溶液抽出が必要になる。

## (4) 測 定

試料溶液中のリンとカルシウムの含量の比に応じて、測定用試料溶液中の干渉抑制剤の濃度を、表9-1のように決定する（注3）。カルシウムが50~625 µg となるように、試料溶液の適量を容量25 mL の全量フラスコに採取し、ランタン又はストロンチウム溶液を添加し、1% 塩酸溶液で定容して測定用試料溶液とする。これを原子吸光光度計を用いて、ネブライザーで吸入噴霧し、アセチレン-空気フレーム又はアセチレン-一酸化二窒素（亜酸化窒素）フレームに導入する。測定波長は422.7 nm に設定する。カルシウムの濃度が高すぎる場合は、検量線濃度を変更して原子吸光光度計のバーナーヘッドを回転させて感度を落とすか、1% 塩酸溶液で希釈する（注4）。あらかじめ作成した検量線から、測定用試料溶液中のカルシウムの濃度（A）を求める。

表9-1 リン/カルシウム比による測定用試料溶液中の最適干渉抑制剤濃度

リン/カルシウム	食 品 例	干渉抑制剤及びその濃度	
0~10	だいず、野菜類、果実類、海藻類	ストロンチウム	3000 µg/mL
10~20	こむぎ	ストロンチウム	6000 µg/mL
20~60	とうもろこし、こめ、おおむぎ	ランタン	10000 µg/mL

## (5) 計 算

$$\text{カルシウム含量 (mg/100 g)} = \frac{A \times V \times d}{W \times 1000} \times f \times 100$$

$A$  : 検量線から求めた測定用試料溶液中のカルシウムの濃度 ( $\mu\text{g/mL}$ )

$V$  : 試料溶液量 (mL)

$d$  : 希釈倍数

$f$  : 標準溶液のファクター

$W$  : 試料採取量 (g)

### 注 解

(注1) カルシウムに対してナトリウムやリンが多量に含まれる食品では、高温フレイムのアセチレン-一酸化二窒素(亜酸化窒素)フレイムを用いる。通常問題となる高温フレイムにおけるカルシウムのイオン化による負の干渉は、共存する多量のナトリウムがイオン化抑制剤として働くので、除去できる。検量線を作成するためのカルシウム標準溶液にはナトリウムを500  $\mu\text{g/mL}$  以上含有させればよい。イオン化抑制剤としては他に、カリウム250  $\mu\text{g/mL}$  以上、ランタン又はストロンチウム5000  $\mu\text{g/mL}$  以上を用いてもよい。バーナーヘッドは高温フレイム用のものを用いる必要がある。一酸化二窒素(亜酸化窒素)は、有害なので取り扱いに注意する。

(注2) カルシウム濃度0~10  $\mu\text{g/mL}$  ではバーナー角度0度、それ以上の濃度にはバーナーヘッドを適宜回転させて対応する。あらかじめ最小読み取り値と直線性を確認すれば、検量線範囲は変更してもよい。

(注3) アセチレン-一酸化二窒素(亜酸化窒素)フレイムを用いると、干渉抑制剤の使用を少なくすることができる。

(注4) 測定用試料溶液中の干渉抑制剤濃度は、標準溶液に合わせる。

## 9-2. 過マンガン酸カリウム容量法

### 適 用

一般的な食品のうち、比較的カルシウム含量の高いものに用いる。

### 測定方法

#### (1) 装置及び器具

電熱器又はホットプレート

ビュレット：褐色，容量25~50 mL，テフロンコック付き

ろ過鐘

ガラスろ過器：3G4

三角フラスコ：共栓，容量300 mL

#### (2) 試 薬

塩酸溶液：塩酸1容を水1容で希釈して用いる。

メチルレッド指示薬：0.1% エタノール溶液

3% シュウ酸アンモニウム溶液：シュウ酸アンモニウムを水に溶解して用いる。

尿素：特級

アンモニア水溶液：アンモニア水1容を水49容で希釈して用いる。

硫酸溶液：硫酸1容を水25容で希釈して用いる(注1)。

0.004 mol/L 過マンガン酸カリウム標準溶液：過マンガン酸カリウム31.61 g に水800 mL を加えて加温しならかき混ぜ、溶解する。放冷後、水で1 L に定容し、暗所に一夜放置する。ガラスろ過器（3G4）でろ過したものを水で50倍に希釈し、褐色びんに保存する。0.01 mol/L シュウ酸ナトリウム標準溶液により標定してファクター（ $f$ ）を求める。又は、市販の過マンガン酸カリウム溶液を0.004 mol/L になるように希釈したものを標定し、標準溶液としてもよい。

シュウ酸ナトリウム：標準試薬

### （3）試料溶液の調製

試料3～10 g（ $W$ ）（注2）をはかりとり、A-2. 乾式灰化法に従い、1% 塩酸試料溶液を調製する。

### （4）測定

試料溶液からカルシウムとして3～8 mg を含む一定量を容量300 mL 共栓三角フラスコに正確にはかりとり、メチルレッド指示薬数滴及び塩酸溶液を総量として3 mL になるように加えた後、3% シュウ酸アンモニウム溶液10 mL 及び尿素約4 g を加え（注3）、水で全量を約100 mL とする。電熱器又はホットプレート上で穏やかに加熱し、沸とうさせ、溶液が赤色から黄色に変わったなら加熱をやめ、一夜放置する。生成したシュウ酸カルシウムの沈澱をガラスろ過器（3G4）中に注ぎ、吸引ろ過する。アンモニア水溶液数 mL ずつで三角フラスコ及びガラスろ過器を数回洗う。ガラスろ過器をもとの三角フラスコに付け、70～80℃に加温してある硫酸溶液をガラスろ過器中に注ぎ、沈澱を溶解し、吸引ろ過する。この操作を数回繰り返し、ガラスろ過器内の沈澱を完全に溶解して三角フラスコに集める。三角フラスコを65～80℃に加温して0.004 mol/L 過マンガン酸カリウム標準溶液で滴定する（ $T$ ）。30秒たっても赤紫色が消失しないところを終点とする。

### （5）計算

0.004 mol/L 過マンガン酸カリウム標準溶液1 mL は、カルシウム0.4008 mg に相当し、このとき、試料中のカルシウム含量は次式により求める。

$$\text{カルシウム含量 (mg/100 g)} = \frac{0.4008 \times T \times f}{W \times P} \times 100$$

$T$ ：滴定に要した0.004 mol/L 過マンガン酸カリウム標準溶液の量（mL）

$f$ ：0.004 mol/L 過マンガン酸カリウム標準溶液のファクター

$P$ ：分取率

$W$ ：試料採取量（g）

## 注 解

（注1）濃硫酸を希釈するときは、濃硫酸に水を加えると発熱して沸とうし、危険である。必ず、ある程度量の水に硫酸を加えるようにしなければならない。例えば、水250 mL をまずビーカーなどに入れ、これに濃硫酸10 mL を静かに注加してかき混ぜて調製する。

（注2）カルシウム含量として10～50 mg 程度が望ましい。

（注3）尿素は加熱により分解してアンモニアを生成し、試料溶液を徐々に微アルカリ性にするため、母液を含まないシュウ酸カルシウムの大きな結晶をつくることことができる。

## 9-3. 誘導結合プラズマ発光分析法

### 適 用

食品全般に用いる。

## 測定方法

### (1) 装置及び器具

7-2. 誘導結合プラズマ発光分析法と同じ。

### (2) 試 薬

20 % 塩酸（原子吸光分析用又は精密分析用）

1 % 塩酸溶液：原子吸光分析用又は精密分析用20 % 塩酸をイオン交換水（電気抵抗が10 MΩ以上のもの）で希釈する。

カルシウム、マグネシウム、リン、鉄、亜鉛、銅及びマンガン混合標準溶液：市販の原子吸光分析用標準溶液を1 % 塩酸濃度となるように希釈して、検量線作成用の0～50 μg/mLの濃度の標準溶液を調製する（注1）。プラスチック製容器に保存する。

1000 μg/mL ベリリウム標準液（原子吸光分析用）：内標準用（注2）。適宜希釈して用いる。

### (3) 試料溶液の調製

A-2. 乾式灰化法又は A-3. 湿式分解法により試料溶液を調製する。試料溶液中の塩濃度が高い場合は、発光強度の低下が認められるので、希釈するか（希釈倍数： $d$ ）標準溶液の元素組成を試料溶液と近似させる必要がある（注3）。希釈をする場合、1 % 塩酸溶液となるように調製する。必要に応じて、内標準元素を添加する。

### (4) 測 定

誘導結合プラズマ発光分析装置を用いて、測定用試料溶液を直接ネブライザーで吸入噴霧し、試料溶液の発光強度を測定し、あらかじめ作成した検量線から測定用試料溶液中の濃度（ $A$ ）を求める。測定波長は393.366 nmを用いる。必要に応じて、別の測定波長（315.887 nm, 317.933 nm, 422.673 nmなど）を用いてもよい。試料溶液中の元素組成の影響などにより測定時に干渉を受ける場合、内標準元素を用いて補正を行ってもよい。

### (5) 計 算

$$\text{カルシウム含量 (mg/100 g)} = \frac{A \times V \times d \times f}{W \times 10}$$

$A$ ：検量線から求めた測定用試料溶液中のカルシウム濃度（μg/mL）

$V$ ：定容量（mL）

$d$ ：希釈倍数

$f$ ：標準溶液のファクター

$W$ ：試料採取量（g）

## 注 解

（注1）混合標準溶液の一例。あらかじめ最小読み取り値と直線性を確認すれば、検量線範囲は変更してもよい。

（注2）内標準元素としてベリリウムを使用する例を示したが、他に適切な元素がある場合は、その元素を用いてよい。ただし、試料中に含まれない元素を使用する必要がある。

（注3）試料溶液中に高濃度の元素（アルカリ金属、アルカリ土類金属）が共存すると、試料溶液の装置への導入量や導入効率を低減し、発光強度が低下する。

# 10 マグネシウム

## 10-1. 干渉抑制剤添加—原子吸光光度法 (注1)

### 適用

食品全般に用いる。

### 測定方法

#### (1) 装置及び器具

中空陰極ランプ：マグネシウム用。

他は、9-1. 干渉抑制剤添加—原子吸光光度法に同じ。

#### (2) 試 薬

マグネシウム標準溶液：市販の原子吸光分析用標準溶液を、適宜1% 塩酸で希釈して、検量線作成用の0.5~2.5 µg/mLの濃度(注2)の標準溶液を調製する。プラスチック製容器に保存する。

他は、9-1. 干渉抑制剤添加—原子吸光光度法に同じ。

#### (3) 試料溶液の調製

A-2. 乾式灰化法に従い、試料溶液を調製する。A-1. 希酸抽出法又はA-3. 湿式分解法を用いてもよい。希酸抽出法では、通常1% 塩酸溶液で室温1時間の振り混ぜで抽出できる。いずれも1% 塩酸溶液にする。

#### (4) 測 定

測定波長は285.2 nm に設定する。1% 塩酸試料溶液に塩化ストロンチウム溶液を加えて、ストロンチウムの濃度を0.5% 溶液としたものを、測定用試料溶液とすることを基本とする。直接に、原子吸光光度計のネブライザーで吸入噴霧し、アセチレン-空気フレイムに導入する。測定用試料溶液の吸光度を測定し、検量線からマグネシウムの濃度(A)を求める。マグネシウムの濃度が高すぎる場合は、検量線濃度を変更して原子吸光光度計のバーナーヘッドを回転させ、感度を落とし、測定する。それでも対応できない場合は、測定用試料溶液を1% 塩酸溶液で適宜希釈して測定する(注3)。

#### (5) 計 算

$$\text{マグネシウム含量 (mg/100 g)} = \frac{A \times V \times d}{W \times 1000} \times f \times 100$$

A：検量線から求めた測定用試料溶液中のマグネシウムの濃度 (µg/mL)

V：試料液量 (mL)

d：希釈倍数

f：標準溶液のファクター

W：試料採取量 (g)

### 注 解

(注1) アセチレン-空気フレイムにおいては、バーナーの構造によって、リン酸イオンによる化学干渉の程度と様子が異なる。予混合バーナーでは、リン酸イオンの濃度が0.1 mol/L (リン3000 µg/mL) まではほとんど影響がないが、全噴霧バーナーでは全体的に吸光度が減少するといわれている。しかし、予混合バーナーでも、その構造によっては化学干渉が認められるので、9-1. 干渉抑制剤添加—原子吸光光度法に準じて測定する。

(注2) あらかじめ最小読み取り値と直線性を確認すれば、検量線範囲は変更してもよい。

(注3) 測定用試料溶液中の干渉抑制剤濃度は、標準溶液に合わせる。

## 10-2. 誘導結合プラズマ発光分析法

### 適用

食品全般に用いる。

### 測定方法

#### (1) 装置及び器具

7-2. 誘導結合プラズマ発光分析法に同じ。

#### (2) 試薬

9-3. 誘導結合プラズマ発光分析法に同じ。

#### (3) 試料溶液の調製

9-3. 誘導結合プラズマ発光分析法に同じ。

#### (4) 測定

誘導結合プラズマ発光分析装置を用いて、測定用試料溶液を直接ネブライザーで吸入噴霧し、試料溶液の発光強度を測定し、あらかじめ作成した検量線から測定用試料溶液中の濃度 ( $A$ ) を求める。測定波長は279.553 nm を用いる。必要に応じて、別の測定波長 (279.800 nm, 280.270 nm, 285.213 nm など) を用いてもよい。試料溶液中の元素組成の影響などにより測定時に干渉を受ける場合、内標準元素を用いて補正を行ってもよい。

#### (5) 計算

$$\text{マグネシウム含量 (mg/100 g)} = \frac{A \times V \times d \times f}{W \times 10}$$

$A$ : 検量線から求めた測定用試料溶液中のマグネシウム濃度 ( $\mu\text{g/mL}$ )

$V$ : 定容量 (mL)

$d$ : 希釈倍数

$f$ : 標準溶液のファクター

$W$ : 試料採取量 (g)

# 11 リン

## 11-1. バナドモリブデン酸吸光光度法

### 適用

食品全般に用いる。

### 測定方法

#### (1) 装置及び器具

分光光度計：400 nm 付近の波長で測定できる一般的な分光光度計を用いる。

#### (2) 試薬

バナドモリブデン酸試薬：①モリブデン酸アンモニウム四水和物  $[(\text{NH}_4)_2 \cdot \text{MoO}_4 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}]$  27 g を、熱水200 mL で溶解し冷却する。②メタバナジン酸アンモニウム  $(\text{NH}_4\text{VO}_3)$  1.12 g を熱水125 mL で溶解後、冷却し、次いで硝酸250 mL を徐々に加えて混和する。②の溶液をかき混ぜながら①の溶液を徐々に注加して混和後、冷却し、水で1 L 定容とする。

リン標準原液（注1）：リン酸二水素一カリウムを105℃で2時間乾燥後、その4.394 g をはかりとり、1% 塩酸溶液で溶解し、1 L 定容とする。リンとして、1000  $\mu\text{g}/\text{mL}$  の溶液となる。

リン標準溶液：リン標準原液の2, 5, 10, 15及び20 mL を容量100 mL の全量フラスコにそれぞれ別個に採取し、1% 塩酸溶液で定容する。この溶液のリン濃度は、それぞれ20, 50, 100, 150及び200  $\mu\text{g}/\text{mL}$  である。

2% (w/v) 水酸化ナトリウム溶液：水酸化ナトリウムを水に溶解して用いる。

フェノールフタレイン指示薬：1% (w/v) エタノール溶液

硝酸：硝酸1容を水9容で希釈して用いる。

#### (3) 試料溶液の調製

A-2. 乾式灰化法に従い、試料溶液 (V) を調製する。A-3. 湿式分解法を用いてもよい。

#### (4) 測定

各リン標準溶液 5 mL を容量50 mL の全量フラスコにはかりとり、フェノールフタレインを指示薬として2% (w/v) 水酸化ナトリウム溶液と硝酸で中和後、水 30 mL, 次いでバナドモリブデン酸試薬 10 mL を加え、水で定容して混和する。30分間放置後、分光光度計により410 nm で吸光度を測定する。同時に1% 塩酸溶液 5 mL をはかりとり、同様に操作して、空試験の吸光度を測定し、検量線を作成する。検量線濃度範囲内のリン量になるように、1% 塩酸試料溶液を2~10 mL ( $v$ ) の範囲で容量50 mL の全量フラスコにはかりとり、中和後、水を加えて約35 mL とし、バナドモリブデン酸試薬 10 mL を加え、水で定容として混和する。30分間放置後、吸光度を測定し、検量線から測定用試料溶液中のリン濃度 (A) を求める。

#### (5) 計算

$$\text{リン含量 (mg/100 g)} = \frac{A \times V \times \frac{50}{v}}{W \times 1000} \times f \times 100$$

A：検量線から求めた測定用試料溶液中のリンの濃度 ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )

V：試料溶液量 (mL)

$v$  : 試料溶液採取量 (mL)  
 $f$  : 標準溶液のファクター  
 $W$  : 試料採取量 (g)

### 注 解

(注1) 市販の標準液を使用してもよい。

## 11-2. モリブデンブルー吸光光度法

### 適 用

食品全般に用いる。

### 測定方法

#### (1) 装置及び器具

分光光度計：880 nm 付近の波長で測定できる一般的な分光光度計を用いる。

#### (2) 試 薬

リン標準溶液：市販の原子吸光分析用標準溶液を水で希釈して用いる。

$p$ -ニトロフェノール指示薬：0.1% (w/v) エタノール溶液

発色試薬：モリブデン酸アンモニウム (特級) 6 g 及び酒石酸アンチモニルカリウム (特級) 0.24 g に硫酸 (2 + 1) 120 mL を加え、次いでスルファミン酸アンモニウム (特級) 5 g を溶かして水で500 mL とする。

1% (w/v) アスコルビン酸溶液：L-アスコルビン酸 (特級) 1 g を水に溶かして100 mL とする。

アンモニア水：特級

アンモニア水 (1 + 49)：アンモニア水 1 容を水49 容で希釈して用いる。

#### (3) 試料溶液の調製

A-2. 乾式灰化法又は A-3. 湿式分解法により試料溶液を調製する。

#### (4) 測 定

試料溶液の適当量を正確に容量50 mL 全量フラスコにはかりとり、 $p$ -ニトロフェノール指示薬を数滴加え、アンモニア水 (1 + 49) をわずかに黄色を呈するまで加えた後、水で全量を約40 mL とする。発色試薬 5 mL 及び 1% (w/v) アスコルビン酸溶液 5 mL を加え、水で50 mL とし、15 分間放置した後、波長880 nm における吸光度を測定する。同様に操作して作成した検量線から測定用試料溶液中の濃度 ( $A$ ) を求め、試料中の含量を算出する。

#### (5) 計 算

$$\text{リン含量 (mg/100 g)} = \frac{A \times V \times \frac{50}{v} \times f}{W \times 10}$$

$A$  : 検量線から求めた測定用試料溶液中のリン濃度 ( $\mu\text{g/mL}$ )

$V$  : 定容量 (mL)

$v$  : 試料溶液採取量 (mL)

$f$  : 標準溶液のファクター

$W$  : 試料採取量 (g)

## 11-3. 誘導結合プラズマ発光分析法

### 適用

食品全般に用いる。

### 測定方法

#### (1) 装置及び器具

7-2. 誘導結合プラズマ発光分析法に同じ。

#### (2) 試 薬

9-3. 誘導結合プラズマ発光分析法に同じ。

#### (3) 試料溶液の調製

9-3. 誘導結合プラズマ発光分析法に同じ。

#### (4) 測 定

誘導結合プラズマ発光分析装置を用いて、測定用試料溶液を直接ネブライザーで吸入噴霧し、試料溶液の発光強度を測定し、あらかじめ作成した検量線から測定用試料溶液中の濃度 ( $A$ ) を求める。測定波長は213.618 nm を用いる。必要に応じて、別の測定波長 (214.914 nm, 253.561 nm など) を用いてもよい。試料溶液中の元素組成の影響などにより測定時に干渉を受ける場合は、内標準元素を用いて補正を行ってもよい。

#### (5) 計 算

$$\text{リン含量 (mg/100 g)} = \frac{A \times V \times d \times f}{W \times 10}$$

$A$ : 検量線から求めた測定用試料溶液中のリン濃度 ( $\mu\text{g/mL}$ )

$V$ : 定容量 (mL)

$d$ : 希釈倍数

$f$ : 標準溶液のファクター

$W$ : 試料採取量 (g)

# 12 鉄

## 12-1. 原子吸光光度法

### 適用

食塩含量が5%以下の食品に用いる。ただし、試料溶液中の食塩含量と鉄含量の濃度比や測定に用いる装置の仕様などにより、干渉の度合いが異なる。そこで、測定に用いる装置での食塩濃度の干渉が起こらない範囲を調査したうえで、試料中の食塩含量が5%以上でも測定できる。

### 測定方法

#### (1) 装置及び器具

中空陰極ランプ：鉄用

他は、7-1. 原子吸光光度法に同じ。

#### (2) 試 薬

鉄標準溶液：市販の原子吸光分析用標準溶液を、適宜1%塩酸溶液で希釈して、検量線作成用の1.0~5.0 µg/mLの濃度の標準溶液を調製する(注1)。プラスチック製容器に保存する。

他は、7-1. 原子吸光光度法に同じ。

#### (3) 試料溶液の調製

A-2. 乾式灰化法又はA-3. 湿式分解法に従い、1%塩酸試料溶液を調製する。動物性食品では、湿式分解法のほうが効率的である。A-1. 希酸抽出法による抽出は一般には不完全であるが、食品によっては90%以上の抽出率が得られるものもある。

#### (4) 測 定

1%塩酸試料溶液をそのまま測定用試料溶液とすることを基本とする。直接に、原子吸光光度計のネブライザーで吸入噴霧し、アセチレン-空気フレームに導入する。波長248.3 nmにおける吸光度を測定する。鉄の濃度が高すぎる場合は、1%塩酸溶液で希釈するか、検量線濃度を変更して原子吸光光度計のバーナーヘッドを回転させ、感度を落として測定する。あらかじめ作成した検量線から、測定用試料溶液中の鉄の濃度(A)を求める。

#### (5) 計 算

$$\text{鉄含量 (mg/100 g)} = \frac{A \times V \times d}{W \times 1000} \times f \times 100$$

A：検量線から求めた測定用試料溶液中の鉄濃度 (µg/mL)

V：試料溶液量 (mL)

d：希釈倍数

f：標準溶液のファクター

W：試料採取量 (g)

### 注 解

(注1) あらかじめ最小読み取り値と直線性を確認すれば、検量線範囲は変更してもよい。

## 12-2.1, 10-フェナントロリン吸光光度法

### 適 用

食塩含量が高い食品に用いる。

### 測定方法

#### (1) 装置及び器具

分光光度計：510 nm 付近の波長が選択できるものを用いる。

#### (2) 試 薬

1, 10-フェナントロリン溶液：1, 10-フェナントロリン塩酸塩一水和物 ( $C_{10}H_8N_2 \cdot HCl \cdot H_2O$ ) 0.5 g を100 mL の水に溶解し，プラスチック製容器に入れ，冷暗所に保存する。

クエン酸三ナトリウム溶液：クエン酸三ナトリウム二水和物 ( $Na_3C_6H_5O_7 \cdot 2H_2O$ ) 50 g を水 200 mL に溶解し，プラスチック製容器に入れ，冷暗所に保存する。

ブロムフェノールブルー指示薬：ブロムフェノールブルー0.05 g を乳鉢に入れ，0.05 mol/L 水酸化ナトリウム溶液1.5 mL を加え，すり混ぜて溶解し，水120 mL を加えて希釈する。プラスチック製容器に保存し，その一部を滴びんにとって用いる。

L-アスコルビン酸溶液：L-アスコルビン酸を水に溶解し，約1% とする。使用の際に調製する。

鉄標準溶液：標準溶液 (1000  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ) を適宜1% 塩酸で希釈して，検量線作成用の2, 10, 15及び20  $\mu\text{g}/\text{mL}$  の標準溶液を調製する。プラスチック製容器に保存する。

#### (3) 試料溶液の調製

A-2. 乾式灰化法又は A-3. 湿式分解法に従い，1% 塩酸試料溶液を調製する。

#### (4) 測 定

試料溶液及び空試験溶液の5 mL 又は10 mL (鉄10~200  $\mu\text{g}$  を含む) を全量ピペットで容量25 mL の全量フラスコにはかりとる。同時に採取した同容量の試料溶液を，容量25 mL ぐらいの三角フラスコなどにとり，pH 調整用の対照液とする。全量フラスコの試料溶液にL-アスコルビン酸溶液1 mL を加えて混和し，しばらく放置する。三角フラスコの対照液にはブロムフェノールブルー指示薬3滴を加え，ここにビュレットを用いてクエン酸三ナトリウム溶液を，ブロムフェノールブルーの黄色がくすんだ黄緑色になるまで滴下し，pH 3.5~4.0とする。これに要した滴下量を記録しておく。全量フラスコの試料溶液に1, 10-フェナントロリン溶液2 mL を加え，対照液に要したクエン酸三ナトリウム溶液の滴下量を加え，水で定容とし，混和して60分間以上放置した後，510 nm の吸光度を測定する。検量線から測定用試料溶液中の鉄の濃度 (A) を求める。

#### (5) 計 算

$$\text{鉄含量 (mg/100 g)} = A \times V \times \frac{25}{v} \times f \times \frac{100}{W} \times 1000$$

A：検量線から求めた測定用試料溶液中の鉄の濃度 ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )

V：試料溶液量 (mL)

v：試料溶液採取量 (mL)

f：標準溶液のファクター

W：試料採取量 (g)

## 12-3. 誘導結合プラズマ発光分析法

### 適 用

食品全般に用いる。

### 測定方法

#### (1) 装置及び器具

7-2. 誘導結合プラズマ発光分析法に同じ。

#### (2) 試 葉

9-3. 誘導結合プラズマ発光分析法に同じ。

#### (3) 試料溶液の調製

9-3. 誘導結合プラズマ発光分析法に同じ。

#### (4) 測 定

誘導結合プラズマ発光分析装置を用いて、測定用試料溶液を直接ネブライザーで吸入噴霧し、試料溶液の発光強度を測定し、あらかじめ作成した検量線から測定用試料溶液中の濃度 ( $A$ ) を求める。測定波長は238.204 nm を用いる。必要に応じて、別の測定波長 (234.350 nm, 259.940 nm など) を用いてもよい。試料溶液中の元素組成の影響などにより測定時に干渉を受ける場合は、内標準元素を用いて補正を行ってもよい。

#### (5) 計 算

$$\text{鉄含量 (mg/100 g)} = \frac{A \times V \times d \times f}{W \times 10}$$

$A$  : 検量線から求めた測定用試料溶液中の鉄濃度 ( $\mu\text{g/mL}$ )

$V$  : 定容量 (mL)

$d$  : 希釈倍数

$f$  : 標準溶液のファクター

$W$  : 試料採取量 (g)

# 13 亜鉛

## 13-1. 原子吸光光度法

### 適用

食品全般に用いる。

### 測定方法

#### (1) 装置及び器具

中空陰極ランプ：亜鉛用

他は、7-1. 原子吸光光度法に同じ。

#### (2) 試薬

亜鉛標準溶液：市販の原子吸光分析用標準溶液を適宜1%塩酸で希釈して、検量線作成用の0.5～3.0 µg/mLの濃度の標準溶液を調製する（注1）。プラスチック製容器に保存する。

他は、7-1. 原子吸光光度法に同じ。

#### (3) 試料溶液の調製

A-2. 乾式灰化法，A-3. 湿式分解法又はA-1. 希酸抽出法に従い，1%塩酸試料溶液を調製する。

#### (4) 測定

1%塩酸試料溶液をそのまま測定用試料溶液とすることを基本とする。直接に，原子吸光光度計のネブライザーで吸入噴霧し，アセチレン-空気フレームに導入して，213.8 nmの吸光度を測定する。亜鉛の濃度が高すぎる場合は，1%塩酸溶液で希釈するか，検量線濃度を変更して原子吸光光度計のパナーヘッドを回転させ，感度を落として測定する。あらかじめ作成した検量線から，測定用試料溶液中の亜鉛の濃度（A）を求める。

#### (5) 計算

$$\text{亜鉛含量 (mg/100 g)} = \frac{A \times V \times d}{W \times 1000} \times f \times 100$$

A：検量線から求めた測定用試料溶液中の亜鉛濃度（µg/mL）

V：試料溶液量（mL）

d：希釈倍数

f：標準溶液のファクター

W：試料採取量（g）

### 注解

（注1）あらかじめ最小読み取り値と直線性を確認すれば，検量線範囲は変更してもよい。

## 13-2. キレート抽出—原子吸光光度法

### 適用

食品全般に用いる。

### 測定方法

#### (1) 装置及び器具

分液漏斗：ほうけい酸ガラス製のスキープ形で容量200 mL，テフロンコック付きを用いる。

共栓試験管：容量10 mL のものを用いる。

## (2) 試 薬

50 %クエン酸二アンモニウム溶液：クエン酸二アンモニウム（原子吸光分析用）50 g を水に溶かして100 mL とする。

10 %ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム（DDTC）-硫酸アンモニウム混合溶液：DDTC（原子吸光分析用）10 g 及び硫酸アンモニウム（原子吸光分析用）10 g を水に溶かして100 mL とする（用時調製）。

プロモチモールブルー指示薬：プロモチモールブルー0.1 g をエタノール100 mL に溶解する。変色点は約 pH 6.0～7.6。

メチルイソブチルケトン（MIBK）：特級

アンモニア水：原子吸光分析用

亜鉛標準溶液：市販の原子吸光分析用標準溶液を、適宜1 % 塩酸で希釈して検量線作成用の0.1～1.0 μg/mL の濃度の標準溶液を調製する。プラスチック製容器に保存する。

## (3) 試料溶液の調製

13-1. 原子吸光光度法に同じ。

## (4) 測 定

試料溶液の適当量 ( $v$ ) を正確にスキープ形分液漏斗にとり、50 %クエン酸二アンモニウム溶液10 mL を加えた後、プロモチモールブルー指示薬を用いてアンモニア水で中和し、水を加えて約100 mL とする。10 % DDTC-硫酸アンモニウム混合溶液10 mL を加え、5 分間放置後、MIBK 10 mL を正確に加え5 分間振とうする。静置後、MIBK 層を共栓試験管に分取する。このMIBK 溶液をアセチレン-空気フレームに吸入噴霧して、213.9 nm の吸光度を測定する。あらかじめ標準溶液について、同様の操作を行って作成した検量線から、亜鉛の濃度 ( $A$ ) を求める。

## (5) 計 算

$$\text{亜鉛含量 (mg/100 g)} = \frac{A \times \frac{V}{v} \times f \times 10}{W \times 1000} \times 100$$

$A$ ：検量線から求めた亜鉛濃度（μg/mL）

$V$ ：試料溶液量（mL）

$v$ ：試料溶液採取量（mL）

$f$ ：標準溶液のファクター

$W$ ：試料採取量（g）

## 13-3. 誘導結合プラズマ発光分析法

### 適 用

食品全般に用いる。

### 測定方法

#### (1) 装置及び器具

7-2. 誘導結合プラズマ発光分析法に同じ。

#### (2) 試 薬

9-3. 誘導結合プラズマ発光分析法に同じ。

### (3) 試料溶液の調製

9-3. 誘導結合プラズマ発光分析法に同じ。

### (4) 測定

誘導結合プラズマ発光分析装置を用いて、測定用試料溶液を直接ネブライザーで吸入噴霧し、試料溶液の発光強度を測定し、あらかじめ作成した検量線から測定用試料溶液中の濃度 ( $A$ ) を求める。測定波長は213.856 nm を用いる。必要に応じて、別の測定波長 (202.548 nm, 206.200 nm など) を用いてもよい。試料溶液中の元素組成の影響などにより測定時に干渉を受ける場合、内標準元素を用いて補正を行ってもよい。

### (5) 計算

$$\text{亜鉛含量 (mg/100 g)} = \frac{A \times V \times d \times f}{W \times 10}$$

$A$  : 検量線から求めた測定用試料溶液中の亜鉛濃度 ( $\mu\text{g/mL}$ )

$V$  : 定容量 (mL)

$d$  : 希釈倍数

$f$  : 標準溶液のファクター

$W$  : 試料採取量 (g)

# 14 銅

## 14-1. 原子吸光光度法

### 適用

食品全般に用いる。調製した1%又は3%塩酸試料溶液中の銅濃度が0.1 µg/mL以上(注1)の場合に用いる。

### 測定方法

#### (1) 装置及び器具

中空陰極ランプ：銅用

他は、7-1.原子吸光光度法に同じ。

#### (2) 試葉

銅標準溶液：市販の原子吸光分析用標準溶液を、適宜1%塩酸溶液で希釈して、検量線作成用の1.0～10.0 µg/mLの濃度の標準溶液を調製する(注1)。プラスチック製容器に保存する。

他は、7-1.原子吸光光度法に同じ。

#### (3) 試料溶液の調製

A-2.乾式灰化法、A-3.湿式灰化法又はA-1.希酸抽出法に従い、1%塩酸試料溶液を調製する。希酸抽出法では、3%塩酸溶液、80℃で加温抽出が必要な試料もある。

#### (4) 測定

1%塩酸試料溶液をそのまま測定用試料溶液とすることを基本とする。直接に、原子吸光光度計のネブライザーで吸入噴霧し、アセチレン-空気フレームに導入する。銅の濃度が高すぎる場合は、1%塩酸溶液で希釈するか、検量線濃度を変更して原子吸光光度計のバーナーヘッドを回転させて感度を落として測定する。波長324.7 nmにおける吸光度を測定して、あらかじめ作成した検量線から測定用試料溶液中の銅の濃度(A)を求める。

#### (5) 計算

$$\text{銅含量 (mg/100 g)} = \frac{A \times V \times d}{W \times 1000} \times f \times 100$$

A：検量線から求めた測定用試料溶液中の銅濃度 (µg/mL)

V：試料溶液量 (mL)

d：希釈倍数

f：標準溶液のファクター

W：試料採取量 (g)

### 注解

(注1) あらかじめ最小読み取り値と直線性を確認すれば、検量線範囲は変更してもよい。

## 14-2. キレート抽出—原子吸光光度法

### 適用

調製した試料溶液中の濃度が0.1 µg/mL未満の場合に適用する。

## 測定方法

### (1) 装置及び器具

分液漏斗：ほうけい酸ガラス製のスキープ形で容量100～150 mL、テフロンコック付きを用いる。  
共栓試験管：容量10 mLのものを用いる。

### (2) 試 薬

ピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム (APDC)：原子吸光分析用

2,6-ジメチル-4-ヘプタノン (ジイソブチルケトン, DIBK) (注1)：原子吸光分析用

銅標準溶液：市販の原子吸光分析用標準溶液を、適宜1%塩酸で希釈して検量線作成用の0.1～0.5 µg/mLの濃度の標準溶液を調製する。プラスチック製容器に保存する。

### (3) 試料溶液の調製

14-1. 原子吸光光度法に同じ。

### (4) 測 定

試料溶液50 mL以下 ( $v$ ) をスキープ形分液漏斗にとり、1%塩酸溶液を加えて50 mLとする。40% (w/v) 硫酸アンモニウム10 mL及び2%ピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム溶液2 mLを加え、ときどき振り混ぜて5分間放置後、2,6-ジメチル-4-ヘプタノン10 mLを正確に加えて3分間激しく振り混ぜ、数分間静置後、2,6-ジメチル-4-ヘプタノン (ジイソブチルケトン) 層を共栓試験管に分取する。この2,6-ジメチル-4-ヘプタノン溶液をアセチレン-空気フレームに吸入噴霧して、324.7 nmの吸光度を測定する。あらかじめ標準溶液の10 mLについて、同様の操作を行って作成した検量線から、銅の濃度 ( $A$ ) を求める。

### (5) 計 算

$$\text{銅含量 (mg/100 g)} = \frac{A \times \frac{V}{v} \times 10}{W \times 1000} \times f \times 100$$

$A$ ：検量線から求めた銅濃度 (µg/mL)

$V$ ：試料溶液量 (mL)

$v$ ：試料溶液採取量 (mL)

$f$ ：標準溶液のファクター

$W$ ：試料採取量 (g)

## 注 解

(注1) 酢酸ブチル (特級) を用いてもよい。

## 14-3. 誘導結合プラズマ発光分析法

### 適 用

食品全般に用いる。

### 測定方法

#### (1) 装置及び器具

7-2. 誘導結合プラズマ発光分析法に同じ。

#### (2) 試 薬

9-3. 誘導結合プラズマ発光分析法に同じ。

### (3) 試料溶液の調製

9-3. 誘導結合プラズマ発光分析法に同じ。

### (4) 測定

誘導結合プラズマ発光分析装置を用いて、測定用試料溶液を直接ネブライザーで吸入噴霧し、試料溶液の発光強度を測定し、あらかじめ作成した検量線から測定用試料溶液中の濃度 ( $A$ ) を求める。測定波長は324.754 nm を用いる。必要に応じて、別の測定波長 (224.700 nm, 327.395 nm, 327.396 nm など) を用いてもよい。試料溶液中の元素組成の影響などにより測定時に干渉を受ける場合、内標準元素を用いて補正を行ってもよい。

### (5) 計算

$$\text{銅含量 (mg/100 g)} = \frac{A \times V \times d \times f}{W \times 10}$$

$A$  : 検量線から求めた測定用試料溶液中の銅濃度 ( $\mu\text{g/mL}$ )

$V$  : 定容量 (mL)

$d$  : 希釈倍数

$f$  : 標準溶液のファクター

$W$  : 試料採取量 (g)

# 15 マンガン

## 15-1. 原子吸光光度法

### 適用

食品全般に用いる。

### 測定方法

#### (1) 装置及び器具

中空陰極ランプ：マンガン用

他は、7-1. 原子吸光光度法に同じ。

#### (2) 試 薬

マンガン標準溶液：市販の原子吸光分析用標準溶液を適宜1%塩酸で希釈して、検量線作成用の0.5～2.5 µg/mLの濃度の標準溶液を調製する（注1）。プラスチック製容器に保存する。

他は、7-1. 原子吸光光度法に同じ。

#### (3) 試料溶液の調製

A-2. 乾式灰化法，A-3. 湿式分解法又はA-1. 希酸抽出法に従い，1%塩酸試料溶液を調製する。

#### (4) 測 定

1%塩酸試料溶液をそのまま測定用試料溶液とすることを基本とする。直接に，原子吸光光度計のネブライザーで吸入噴霧し，アセチレン-空気フレームに導入して，279.5 nmの吸光度を測定する。マンガンの濃度が高すぎる場合は，1%塩酸溶液で希釈するか，検量線濃度を変更して原子吸光光度計のバーナーヘッドを回転させ，感度を落として測定する。あらかじめ作成した検量線から，測定用試料溶液中のマンガンの濃度（A）を求める。

#### (5) 計 算

$$\text{マンガン含量 (mg/100 g)} = \frac{A \times V \times d}{W \times 1000} \times f \times 100$$

A：検量線から求めた測定用試料溶液中のマンガン濃度（µg/mL）

V：試料溶液量（mL）

d：希釈倍数

f：標準溶液のファクター

W：試料採取量（g）

### 注 解

（注1）あらかじめ最小読み取り値と直線性を確認すれば，検量線範囲は変更してもよい。

## 15-2. キレート抽出—原子吸光光度法

### 適用

食品全般に用いる。

### 測定方法

#### (1) 装置及び器具

分液漏斗：ほうけい酸ガラス製のスキープ形で容量200 mL，テフロンコック付きを用いる。

共栓試験管：容量10 mL のものを用いる。

## (2) 試 葉

マンガン標準溶液：市販の原子吸光分析用標準溶液を、適宜1%塩酸で希釈して検量線作成用の0.1～1.0 μg/mLの濃度の標準溶液を調製する。プラスチック製容器に保存する。

他は、13-2. 亜鉛 キレート抽出—原子吸光光度法に同じ。

## (3) 試料溶液の調製

15-1. 原子吸光光度法に同じ。

## (4) 測 定

試料溶液の適当量 ( $v$ ) を正確にスキップ形分液漏斗にとり、50%クエン酸二アンモニウム溶液10 mLを加えた後、プロモチモールブルー指示薬を用いてアンモニア水で中和し、水を加えて約100 mLとする。10%DDTC-硫酸アンモニウム混合溶液10 mLを加え、5分間放置後、MIBK 10 mLを正確に加え5分間振とうする。静置後、MIBK層を共栓試験管に分取する。このMIBK溶液をアセチレン-空気フレームに吸入噴霧して、279.5 nmの吸光度を測定する。あらかじめ標準溶液について、同様の操作を行って作成した検量線から、マンガンの濃度 ( $A$ ) を求める。

## (5) 計 算

$$\text{マンガン含量 (mg/100 g)} = \frac{A \times \frac{V}{v} \times f \times 10}{W \times 1000} \times 100$$

$A$ ：検量線から求めたマンガン濃度 (μg/mL)

$V$ ：試料溶液量 (mL)

$v$ ：試料溶液採取量 (mL)

$f$ ：標準溶液のファクター

$W$ ：試料採取量 (g)

## 15-3. 誘導結合プラズマ発光分析法

### 適 用

食品全般に用いる。

### 測定方法

#### (1) 装置及び器具

7-2. 誘導結合プラズマ発光分析法に同じ。

#### (2) 試 葉

9-3. 誘導結合プラズマ発光分析法に同じ。

#### (3) 試料溶液の調製

9-3. 誘導結合プラズマ発光分析法に同じ。

#### (4) 測 定

誘導結合プラズマ発光分析装置を用いて、測定用試料溶液を直接ネブライザーで吸入噴霧し、試料溶液の発光強度を測定し、あらかじめ作成した検量線から測定用試料溶液中の濃度 ( $A$ ) を求める。測定波長は257.610 nmを用いる。必要に応じて、別の測定波長 (259.372 nm など) を用いてもよい。試料溶液中の元素組成の影響などにより測定時に干渉を受ける場合、内標準元素を用いて補正を行ってもよ

い。

(5) 計 算

$$\text{マンガン含量 (mg/100 g)} = \frac{A \times V \times d \times f}{W \times 10}$$

$A$  : 検量線から求めた測定用試料溶液中のマンガンの濃度 ( $\mu\text{g/mL}$ )

$V$  : 定容量 (mL)

$d$  : 希釈倍数

$f$  : 標準溶液のファクター

$W$  : 試料採取量 (g)

# 16 ヨウ素

## 16-1. 誘導結合プラズマ質量分析法

### 適用

食品全般に用いる。

### 測定方法

#### (1) 装置及び器具

遠心分離機：コクサン H-80F 同等品（スイングローター使用）

誘導結合プラズマ質量分析装置（ICP-MS）：Agilent 7500 ce 同等性能のもの（四重極，コリジョンセルなど分子イオン干渉を除去する機能が装備されたもの）

試料抽出容器：メタルフリープラスチック製容器（容量50 mL，SCP Science 製，DigiTUBES 同等品）

#### (2) 試葉

テトラメチルアンモニウムヒドロキシド（TMAH）：超高純度分析用試薬（TAMAPURE-AA（25%）などヨウ素濃度が1 ng/mL 以下のもの）。イオン交換水で希釈して用いる。

テルル溶液：市販のテルル標準原液1000 µg/mL を0.5 mL とり，イオン交換水で250 mL とする。

ヨウ素標準溶液：ヨウ化カリウム（試薬特級）を0.1308 g はかりとり，イオン交換水を用いて100 mL に定容したものをヨウ素標準原液1000 µg/mL とする。ヨウ素標準原液1000 µg/mL をイオン交換水で1 µg/mL としたものを10，25，50，250及び500 µL とり，それぞれに25% TMAH 1 mL を添加した後，容量50 mL メタルフリープラスチック製容器に定容する。これらを10 mL 分取し2 µg/mL テルル溶液を100 µL 加えたものをヨウ素標準溶液とする。

#### (3) 試料溶液の調製

試料0.5～3 (W) g を容量50 mL メタルフリープラスチック製容器にとり，0.5% TMAH 溶液50 mL を加え，蓋をしてよく混和し，60℃で1夜放置する。放冷後，1972 × g（ローター半径19.6 cm の場合3000回転/分）で10分間遠心分離した後，上澄み液10 mL をとり，2 µg/mL テルル溶液を100 µL 加えたものを試料溶液とする。

#### (4) 測定

測定用標準溶液についてICP-MSを用い，それぞれ内標準物質とのイオンカウント比を求め，ヨウ素の濃度により検量線を作成する。同様に，試料溶液を測定し，あらかじめ作成した検量線から試料溶液中のヨウ素濃度（A）を求める。

#### [ICP-MS 測定条件例]

機種：Agilent 7500ce（アジレント・テクノロジー（株））

導入速度：1.0 mL/分

プラズマ条件：RF パワー；1.6 kW

プラズマガス；15 L/分（アルゴン）

キャリアガス；0.70 L/分（アルゴン）

メイクアップガス；0.29 L/分（アルゴン）

ネブライザー：Micro Mist ネブライザー

測定質量数：127（内標準：テルル128）

ガスモード：ノンガスモード

## (5) 計 算

$$\text{ヨウ素含量} (\mu\text{g}/100 \text{ g}) = A \times f \times \frac{50}{W} \times \frac{1}{10}$$

$A$ ：試料溶液のヨウ素濃度 (ng/mL)

$f$ ：標準溶液のファクター

$W$ ：試料採取量 (g)

## 16-2. 滴 定 法

### 適 用

食品全般に用いる。

### 測定方法

#### (1) 装置及び器具

電気炉：熱電対温度計付きのもので $500 \pm 10$  °Cに設定できるものを用いる。

pH メーター

ホットプレート

#### (2) 試 薬

エタノール：特級

40 % (w/v) ギ酸ナトリウム溶液：ギ酸ナトリウム（特級）400 g に水を加えて 1 L とする。

1 mol/L 次亜塩素酸ナトリウム溶液：過マンガン酸カリウム（特級）32 g を容量200 mL 三角フラスコに入れ、減圧下、塩酸（特級）100 mL を徐々に滴下する。発生する塩素ガスを 2 % (w/v) 過マンガン酸カリウム溶液で洗い、さらに水で洗った後、水酸化ナトリウム（特級）44 g を水 200 mL に溶解した液に吸収させる（この溶液は約 2 mol/L である）。0.05 mol/L チオ硫酸ナトリウム標準溶液で滴定し、1 mol/L に調製したものを用いる。

50 %水酸化ナトリウム溶液：水酸化ナトリウム（特級）を水に溶解する。

0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム標準溶液：市販の標準溶液を用いる。

でん粉指示薬：可溶性でん粉 1 g を沸とう水約60 mL に溶解し、放冷後、塩化ナトリウム（特級）20 g を加え、水で100 mL とする。

フェノールフタレイン指示薬：1 % (w/v) エタノール溶液

ヨウ化カリウム：特級

3 mol/L 硫酸：硫酸（特級）を水で希釈する。

#### (3) 試料溶液の調製

試料 1 ~ 10 g をニッケルるつぼに正確にはかり ( $W$ )、50 %水酸化ナトリウム溶液 2 mL 及びエタノール 5 mL を加え、電熱器上で予備灰化した後、500 °Cの電気炉中で約 3 時間灰化する。放冷後、灰に水約20 mL を加え、時計皿で覆い30分間ホットプレート上で加温した後、ろ紙を用いて全量フラスコ中に入ろ過する。温水で洗い込む操作を繰り返し、ろ紙及びるつぼを十分に洗浄した後、水で50 mL に定容し ( $V_1$ )、試料溶液とする。

#### (4) 測 定

試料溶液の適当量 ( $V_2$ ) を正確に容量200 mL コニカルビーカーにはかりとり、フェノールフタレイン指示薬を用いて 3 mol/L 硫酸で中和後、水で約70 mL とする。1 mol/L 次亜塩素酸ナトリウム溶液

1 mLを加え、pHメーターを用いて3 mol/L 硫酸及び50 % 水酸化ナトリウム溶液でpHを1.7~2.0に調整後、5分間煮沸する。40 % (w/v) ギ酸ナトリウム溶液5 mLを加え、さらに5分間煮沸し、放冷後、ヨウ化カリウム0.5 g、3 mol/L 硫酸6 mLを加え、5分間放置後、でん粉溶液数滴を加え、0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム標準溶液で滴定する ( $T$ )。溶液が30秒間無色を保つ点を終点とする。

(5) 計 算

0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム標準溶液1 mLは、ヨウ素211.5  $\mu\text{g}$ に相当し、このとき、試料中のヨウ素含量は次式により求める。

$$\text{ヨウ素含量 } (\mu\text{g}/100 \text{ g}) = T \times 211.5 \times f \times \frac{V_1}{V_2} \times \frac{1}{W} \times 100$$

$T$  : 滴定に要した0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム標準溶液の量 (mL)

$f$  : 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム標準溶液のファクター

$V_1$  : 定容量 (mL)

$V_2$  : 分取液量 (mL)

$W$  : 試料採取量 (g)

# 17 セレン

## 17-1. 蛍光光度法

### 適用

食品全般に用いる。

### 測定方法

#### (1) 装置及び器具

蛍光光度計

分液漏斗：ほうけい酸ガラス製のスキップ形で容量200 mL，テフロンコック付きを用いる。

共栓試験管：容量10 mL のものを用いる。

#### (2) 試 薬

硝酸：特級

過塩素酸：特級

シクロヘキサン：特級

10 % 塩酸：塩酸（特級）を水で希釈する。

0.1 mol/L 塩酸：塩酸（特級）を水で希釈して用いる。

10 % アンモニア水：アンモニア水（特級）を水で希釈して用いる。

0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム（EDTA）溶液：EDTA（特級）37.22 g を水に溶かして1 L とする。

20 % 塩酸ヒドロキシルアミン溶液：塩酸ヒドロキシルアミン（特級）100 g を水に溶かして500 mL とする。

0.1 % 2, 3-ジアミノナフタレン溶液：2, 3-ジアミノナフタレン（特級）0.1 g を0.1 mol/L 塩酸100 mL に溶かした後，50℃で30分間加温する。放冷後，分液漏斗に移し，シクロヘキサン10～20 mL を加え，5分間振とうする。この操作を繰り返し行い，水層をろ過したのち使用する。この溶液は用時調製とする。

セレン標準溶液：市販の原子吸光分析用標準溶液を1 % 塩酸で希釈し0.1 μg/mL の標準溶液を調製する。プラスチック製容器に保存する。

#### (3) 試料溶液の調製

試料約1 g (W) をケルダールフラスコに0.001 g まではかりとり，硝酸10 mL を加え，穏やかに加熱する。激しい反応が終了したら，過塩素酸10 mL を加え，再び加熱する。内容液が褐色～黒色となったら直ちに硝酸2 mL を加える。内容液が無色～淡黄色となったら，過塩素酸の白煙を生じるまで加熱を続ける。放冷後，ケルダールフラスコの内壁を水でよく洗い込み，過塩素酸の白煙が生じるまで再び加熱する。放冷後，10 % 塩酸3 mL を加え，沸とう水浴中で30分間加温する。放冷後，溶液を全量フラスコに洗い込んだ後，水で定容し (V)，試料溶液とする。

#### (4) 測 定

セレン標準溶液 (0.1 μg/mL) 0, 2.0, 5.0 及び10.0 mL を正確に容量100 mL トールビーカーにとり，0.1 mol/L 塩酸を加え約50 mL とする。0.1 mol/L EDTA 溶液4 mL，20 % 塩酸ヒドロキシルアミン溶液2 mL 加え，10 % 塩酸及び10 % アンモニア水を用いて pH 1.0～1.5 に調整する。0.1 % 2, 3-ジアミノナフタレン溶液5 mL を加え混合後，50℃の水浴中で30分間加温する。放冷後，容量200 mL

分液漏斗に移し、シクロヘキサン10 mLを加え5分間振とうした後、シクロヘキサン層を共栓試験管に分取する。このシクロヘキサン溶液を励起波長378 nm、蛍光波長520 nmでの蛍光強度を測定し、検量線を作成する。

試料溶液の適当量 ( $v$ ) を正確に容量100 mL トールビーカーに分取し、セレン標準溶液と同様に操作を行い、蛍光強度を測定し、検量線からセレンの濃度 ( $A$ ) を求める。

#### (5) 計 算

$$\text{セレン含量 (}\mu\text{g/100 g)} = \frac{A \times \frac{V}{v} \times f \times 10}{W \times 1000} \times 100$$

$A$  : 検量線から求めたセレン濃度 (ng/mL)

$V$  : 試料溶液量 (mL)

$v$  : 試料溶液採取量 (mL)

$f$  : 標準溶液のファクター

$W$  : 試料採取量 (g)

## 17-2. 水素化物—原子吸光光度法

### 適 用

食品全般に用いる。

### 測定方法

#### (1) 装置及び器具

セレン化水素発生装置

原子吸光光度計

#### (2) 試 薬

塩酸 (5 + 1) : 塩酸5容に対し水1容を加え混和する (注1)。

水素化ホウ素ナトリウム溶液 : 水素化ホウ素ナトリウム (特級) 0.5 g 及び水酸化ナトリウム (特級) 2.5 g を水に溶かして500 mL とする (注1)。

セレン標準溶液 : 市販の原子吸光分析用標準溶液を1% 塩酸で希釈し0.1  $\mu\text{g/mL}$  の標準溶液を調製する。プラスチック製容器に保存する。

#### (3) 試料溶液の調製

17-1. 蛍光光度法に従う。

#### (4) 測 定

試料溶液 (濃度により希釈, 希釈倍数 :  $d$ )、塩酸 (5 + 1) 及び水素化ホウ素ナトリウム溶液を連続的にセレン化水素発生装置に導入し、さらに、発生したセレン化水素を850  $^{\circ}\text{C}$  に加熱したセルに導入し196.0 nm の吸光度を測定する。あらかじめ作成した検量線から、測定用試料溶液中のセレンの濃度 ( $A$ ) を求める。

#### (5) 計 算

$$\text{セレン含量 (}\mu\text{g/100 g)} = \frac{A \times V \times d \times f}{W \times 1000} \times 100$$

$A$ ：検量線から求めたセレン濃度 (ng/mL)  
 $V$ ：試料溶液量 (mL)  
 $d$ ：希釈倍数  
 $f$ ：標準溶液のファクター  
 $W$ ：試料採取量 (g)

#### 注 解

(注1) 測定機器に最適な濃度へと変更してもよい。

### 17-3. 誘導結合プラズマ質量分析法 (セレン, クロム及びモリブデンの一斉分析法)

#### 適 用

食品全般に用いる。

#### 測定方法

##### (1) 装置及び器具

誘導結合プラズマ質量分析装置 (ICP-MS)：Agilent 7500ce 同等性能のもの (四重極, コリジョンセルなど分子イオン干渉を除去する機能が装備されたもの)。

##### (2) 試 薬

ガリウム, インジウム及びテルルの混合内標準溶液：市販のガリウム標準原液1000  $\mu\text{g}/\text{mL}$  及びインジウム標準原液1000  $\mu\text{g}/\text{mL}$  それぞれ0.5 mL 並びにテルル標準原液1000  $\mu\text{g}/\text{mL}$  を5 mL とり, イオン交換水で250 mL としたものを, さらに25 mL とり, 硝酸2.5 mL を加えてイオン交換水で250 mL としたもの (注1)。

セレン, クロム及びモリブデンの混合標準溶液：セレン, クロム及びモリブデンの混合標準溶液 (Multi-Element Standard Cr·Mo·Se 10  $\mu\text{g}/\text{mL}$ , SCP Science 製) (注2) をイオン交換水で1  $\mu\text{g}/\text{mL}$  に希釈したものを混合標準溶液とする。プラスチック製容器に保存する。混合標準溶液の10, 25, 50, 250及び500  $\mu\text{L}$  をメタルフリーポリプロピレン製容器に分取し, それぞれに硝酸5 mL, 酢酸1 mL 並びにガリウム0.2  $\mu\text{g}/\text{mL}$ , インジウム0.2  $\mu\text{g}/\text{mL}$  及びテルル2  $\mu\text{g}/\text{mL}$  の混合内標準溶液を500  $\mu\text{L}$  添加し, イオン交換水で50 mL に定容し, 測定用標準溶液とする (注3)。

酢酸：精密分析用

他は A-4. マイクロ波分解法に同じ。

##### (3) 試料溶液の調製

A-4. マイクロ波分解法に従い, 分解を行う。放冷後, 分解液をとり酢酸1 mL 及び混合内標準溶液を500  $\mu\text{L}$  添加し, イオン交換水を加えて50 mL に定容する。試料溶液中の塩濃度が高い場合は, イオンカウント数の変動が認められるので, 希釈するか (希釈倍数： $d$ ) 標準溶液の元素組成を試料溶液と近似させる必要がある。

##### (4) 測 定

測定用標準溶液について ICP-MS を用い, 内標準物質とのイオンカウント比を求め, 標準溶液のセレン濃度により検量線を作成する。同様に, 試料溶液を測定し, あらかじめ作成した検量線から試料溶液中のセレン濃度 ( $A$ ) を求める。ただし, 食塩を高濃度に含む漬物や調味料類及び海藻類は, 質量数78で測定する (注4)。

[ICP-MS 測定条件例]

機種：Agilent 7500ce (アジレント・テクノロジー (株))

導入速度：1.0 mL/分

プラズマ条件：RF パワー：1.6 kW

プラズマガス：15 L/分（アルゴン）

キャリアガス：0.70 L/分（アルゴン）

メイクアップガス：0.29 L/分（アルゴン）

リアクションガス：ヘリウム

ネブライザー：Micro Mist ネブライザ

測定質量数：セレン82（又は78）（内標：テルル128）

ガスモード：ヘリウムガスモード（セレン78）、ノンガスモード（セレン82）

#### (5) 計 算

$$\text{セレン含量 (}\mu\text{g/100 g)} = A \times f \times d \times \frac{50}{W} \times \frac{1}{10}$$

$A$ ：試料溶液のセレン濃度 (ng/mL)

$f$ ：標準溶液のファクター

$d$ ：希釈倍数

$W$ ：試料採取量 (g)

#### 注 解

(注1) 混合内標準溶液用の標準原液は単独で調製してもよい。

(注2) 市販の原子吸光分析用標準溶液を混合又は単独で調製してもよい。

(注3) 測定用標準溶液は用時調製する。

(注4) 通常の食品においてはヘリウムガスモードよりもノンガスモードのイオンカウント数が多く、精度よく測定できる。しかし、食塩や海藻類は微量ながら臭素を含んでおり、ノンガスモードでは溶液中の臭素と水素と反応しセレンの質量数82と重なってしまう。そのため、ヘリウムガスモードを用いて質量数78で測定する。

# 18 クロム

## 18-1. 誘導結合プラズマ質量分析法

### 適用

食品全般に用いる。

### 測定方法

#### (1) 装置及び器具

17-3. 誘導結合プラズマ質量分析法に同じ。

#### (2) 試 薬

17-3. 誘導結合プラズマ質量分析法に同じ。

#### (3) 試料溶液の調製

A-4. マイクロ波分解法に従い、分解を行う。放冷後、分解液をとり酢酸 1 mL 及び混合内標準溶液を 500  $\mu$ L 添加し、イオン交換水を加えて 50 mL に定容する。試料溶液中の塩濃度が高い場合は、イオンカウント数の変動が認められるので、希釈するか（希釈倍数： $d$ ）標準溶液の元素組成を試料溶液と近似させる必要がある。

#### (4) 測 定

測定用標準溶液について ICP-MS を用い、内標準物質とのイオンカウント比を求め、標準溶液のクロム濃度により検量線を作成する。同様に、試料溶液を測定し、あらかじめ作成した検量線から試料溶液中のクロム濃度 ( $A$ ) を求める（注1）。

測定質量数：クロム52（内標：ガリウム71）

ガスモード：ヘリウムガスモード

他の条件は、17-3. 誘導結合プラズマ質量分析法に同じ。

#### (5) 計 算

$$\text{クロム含量 (}\mu\text{g/100 g)} = A \times f \times d \times \frac{50}{W} \times \frac{1}{10}$$

$A$ ：試料溶液のクロム濃度 (ng/mL)

$f$ ：標準溶液のファクター

$d$ ：希釈倍数

$W$ ：試料採取量 (g)

### 注 解

(注1) クロムの質量数はアルゴンと溶液中の窒素又は酸素が反応した質量数と重なるため、ヘリウムガスモードを用いて測定する。

## 18-2. キレート抽出—原子吸光光度法

### 適用

食品全般に用いる。

## 測定方法

### (1) 装置及び器具

7-1. 原子吸光光度法に同じ。

分液漏斗：ほうけい酸ガラス製のスキープ形で容量100 mL，テフロンコック付きを用いる。

共栓試験管：容量10 mL のものを用いる。

### (2) 試 薬

2 % ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム (DDTC) 溶液：DDTC (原子吸光分析用) 2 g をイオン交換水に溶かして100 mL とする。この溶液は用時調製する。

10 % ペルオキシ二硫酸アンモニウム溶液：ペルオキシ二硫酸アンモニウム (特級) 10 g をイオン交換水に溶かして100 mL とする。

酢酸緩衝液：1 mol/L 酢酸 (特級) 59 mL と 1 mol/L 酢酸ナトリウム (特級) 141 mL を混合し pH 5.0 に調整する。

希アンモニア水：アンモニア水 (原子吸光分析用25.0~27.9 %) をイオン交換水で2倍に希釈する。

硝酸：精密分析用60.0~61.0 %

10 % 硝酸：硝酸をイオン交換水で希釈して10 % とする。

塩酸：塩酸 (原子吸光分析用35.0~37.0 %)

1 % 塩酸：塩酸をイオン交換水で希釈して1 % とする。

メチルイソブチルケトン (MIBK)：原子吸光分析用

ブロムフェノールブルー指示薬：ブロムフェノールブルー0.1 g を乳鉢に入れ，少量の0.05 mol/L 水酸化ナトリウム溶液を加えて充分すり混ぜ，イオン交換水に溶かして250 mL とする。

クロム標準溶液：市販の原子吸光分析用標準溶液を1 % 塩酸で希釈し，検量線作成用として0.5~2 µg/mL の標準溶液を調製する。

### (3) 試料溶液の調製

A-2. 乾式灰化法に従い，試料溶液を調製する。

### (4) 測 定

試料溶液の適当量を正確に容量100 mL ビーカーにはかりとる。10 % 硝酸10 mL を加えた後，10 % ペルオキシ二硫酸アンモニウム溶液 5 mL を加える。ブロムフェノールブルー指示薬を数滴加え，溶液の色が黄色からくすんだ黄緑色に変わるまで希アンモニア水を滴下する (pH 3.0~4.0)。時計皿で蓋をして沸とう水浴上で15分加熱する。放冷後，分液漏斗に移しイオン交換水45 mL を3回に分けビーカーを洗い，洗液を分液漏斗に合わせる。酢酸緩衝液 5 mL を加え振り混ぜる。DDTC 溶液 5 mL を加え，5分放置後，MIBK 10 mL を正確に加え5分間振とうする。静置後，MIBK 層を共栓試験管に分取する。このMIBK をアセチレン-空気フレームに吸入噴霧して，357.9 nm の吸光度を測定する。同様の操作を行って作成した検量線から，クロムの濃度 (A) を求める。

### (5) 計 算

$$\text{試料中のクロム含量 (}\mu\text{g}/100\text{ g)} = A \times f \times 10 \times \frac{d}{W} \times 100$$

A：検量線から求めたクロムの濃度 (µg/mL)

f：標準溶液のファクター

d：希釈倍数

W：試料採取量 (g)

## 18-3. 誘導結合プラズマ発光分析法

### 適用

食品全般に用いる。

### 測定方法

#### (1) 装置及び器具

7-2. 誘導結合プラズマ発光分析法と同じ。

#### (2) 試 薬

クロム標準溶液：市販の原子吸光分析用標準溶液を1%塩酸で希釈し、検量線作成用として0.1～1.0 µg/mLの標準溶液を調製する。測光方式の違いや感度により、標準溶液の濃度を適宜調整する。

1000 µg/mL イットリウム標準溶液（原子吸光分析用）：内標準用、適宜希釈して用いる。

#### (3) 試料溶液の調製

A-2. 乾式灰化法あるいはA-4. マイクロ波分解法に従い、試料溶液を調製する。試料溶液中の塩濃度が高い場合は、発光強度の低下が認められるので、希釈するか（希釈倍数： $d$ ）標準溶液の元素組成を試料溶液と近似させる必要がある。

#### (4) 測 定

誘導結合プラズマ発光分析装置を用いて、測定用試料溶液を直接ネブライザーで吸入噴霧し、試料溶液の発光強度を測定し、あらかじめ作成した検量線から測定用試験溶液中の濃度（ $A$ ）を求める。測定波長は206.149 nmを用いる。

試料溶液中の元素組成の影響などにより測定時に干渉を受ける場合、イットリウム内標準溶液を用いて補正を行う。

#### (5) 計 算

$$\text{クロム含量 (}\mu\text{g}/100 \text{ g)} = A \times f \times V \times \frac{d}{W} \times 100$$

$A$ ：検量線から求めたクロムの濃度（µg/mL）

$f$ ：標準溶液のファクター

$V$ ：定容量（mL）

$d$ ：希釈倍数

$W$ ：試料採取量（g）

# 19 モリブデン

## 19-1. 誘導結合プラズマ質量分析法

### 適用

食品全般に用いる。

### 測定方法

#### (1) 装置及び器具

17-3. 誘導結合プラズマ質量分析法に同じ。

#### (2) 試 葉

17-3. 誘導結合プラズマ質量分析法に同じ。

#### (3) 試料溶液の調製

A-4. マイクロ波分解法に従い、分解を行う。放冷後、分解液をとり酢酸 1 mL 及び混合内標準溶液を 500  $\mu$ L 添加し、イオン交換水を加えて 50 mL に定容する。試料溶液中の塩濃度が高い場合は、イオンカウント数の変動が認められるので、希釈するか（希釈倍数： $d$ ）標準溶液の元素組成を試料溶液と近似させる必要がある（注1）。

#### (4) 測 定

測定用標準溶液について ICP-MS を用い、内標準物質とのイオンカウント比を求め、標準溶液のモリブデン濃度により検量線を作成する。同様に、試料溶液を測定し、あらかじめ作成した検量線から試料溶液中のモリブデン濃度（ $A$ ）を求める。ただし、缶詰食品など、スズが測定を妨害する場合はガリウムを内標準元素とする。

測定質量数：モリブデン98（内標：インジウム115あるいはガリウム78）

ガスモード：ノンガスモード

他の条件は、17-3. 誘導結合プラズマ質量分析法に同じ。

#### (5) 計 算

$$\text{モリブデン含量 (}\mu\text{g/100 g)} = A \times f \times d \times \frac{50}{W} \times \frac{1}{10}$$

$A$ ：試料溶液のモリブデン濃度（ng/mL）

$f$ ：標準溶液のファクター

$d$ ：希釈倍数

$W$ ：試料採取量（g）

### 注 解

（注1）果実や野菜に含まれている空気による内容物の色や香りなどの品質が変化を防ぐため、缶詰にはスズが用いられている。通常の食品ではスズの含有量が微量であり問題ないが、スズの同位体の質量数とインジウムの質量数が重なってしまうため、缶詰の場合はガリウムを内標準元素として用いる。

## 19-2. 誘導結合プラズマ発光分析法

### 適用

食品全般に用いる。

### 測定方法

#### (1) 装置及び器具

7-2. 誘導結合プラズマ発光分析法と同じ。

#### (2) 試 薬

モリブデン標準溶液：市販の原子吸光分析用標準溶液を1%塩酸で希釈し、検量線作成用として10～2000 ng/mLの標準溶液を調製する。プラスチック製容器に保存する。測光方式の違いや感度により、標準溶液の濃度を適宜調整する。

1000 µg/mL イットリウム標準溶液（原子吸光分析用）：内標準用、適宜希釈して用いる。

他は、A-2. 乾式灰化法又はA-4. マイクロ波分解法と同じ。

#### (3) 試料溶液の調製

A-2. 乾式灰化法あるいはA-4. マイクロ波分解法に従い、試料溶液を調製する。

試験溶液中の塩濃度が高い場合は、発光強度の低下が認められるので、希釈するか（希釈倍数： $d$ ）標準溶液の元素組成を試験溶液と近似させる必要がある。

#### (4) 測 定

誘導結合プラズマ発光分析装置を用いて、測定用試験溶液を直接ネブライザーで吸入噴霧し、試験溶液の発光強度を測定し、あらかじめ作成した検量線から測定用試験溶液中の濃度（ $A$ ）を求める。測定波長は202.03 nmを用いる。試料溶液中の元素組成の影響などにより測定時に干渉を受ける場合、イットリウム内標準溶液を用いて補正を行う。

#### (5) 計 算

$$\text{モリブデン含量 (}\mu\text{g/100 g)} = A \times f \times d \times \frac{V}{W} \times \frac{1}{10}$$

$A$ ：検量線から求めたモリブデンの濃度 (ng/mL)

$f$ ：標準溶液のファクター

$V$ ：定容量 (mL)

$d$ ：希釈倍数

$W$ ：試料採取量 (g)