

50%(V/V)エタノールを用いる。

3) 塩類を多く含む食品の場合

1)又は2)により調製した試験溶液（水溶液にしたもの）5～10ml を採取して電気透析装置を用いて脱塩し^{注8)}、試験溶液とする。

4) 脂質を多く含む食品の場合

50ml 容の遠心管に試料の適当量 (0.5～5g) を精密に量る。これに石油エーテル 40ml を加えてかくはん後、遠心分離 (2,000rpm, 10 分間) して上澄み液を傾斜法により除去する。この脱脂操作を再度繰り返した後、窒素気流中あるいは 40℃の水浴中で残存する石油エーテル分を完全に蒸散させる。得られた残留物について、上記 1)又は 2)と同様の操作を行う。

④ 標準溶液の調製

標準品 100mg を約 80ml の水に溶解したのち、変旋光 ($\alpha \leftrightarrow \beta$) を平衡に達せしめるため約 80℃の水浴中で 1 時間加熱する。冷後、水を加えて正確に 100ml (濃度：1mg/ml) とする。

⑤ トリメチルシリル化

試験溶液の適量 (糖量として約 10mg) を正確に量り、ロータリーエバポレーターを用いて水分を留去し、乾固させる。ピレンのピリジン溶液 (濃度：0.2mg/ml) 2ml を加えて溶かした後、TMCS0.1ml, HMDS0.2ml を加えて、室温で 20～60 分間反応させる^{注9)}。

⑥ 測定

反応液の 0.5～1 μ l を GC に注入する。

⑦ ガスクロマトグラフ操作条件例^{注10)}

カラム：3%Silicone DC QF-1, Chromosorb W (AW, DMCS) 60～80 メッシュ, 3mm×2m, ガラス製

カラム温度：120～240℃ (昇温), 6℃/分

注入口温度：250℃

キャリアーガス：窒素又はヘリウム 40～60ml/分

⑧ 検量線の作成

標準溶液の 0.5, 1, 2, 3, 5ml をそれぞれ正確に量り、⑤～⑥の操作を試験溶液の場合と同時に行って検量線を作成する。

⑨ 計算

試料中の糖類含量 (g/100g) = $C \times V \times D \times W^{-1} \times 100 \times 10^{-3}$

C : 検量線より求めた各糖類の濃度
(mg/ml)

V : 定容量 (ml)

D : 希釈率

W : 試料採取量 (g)

[注]

1) 糖類は一般に分子間の力が強いいため揮発性が弱く、しかも熱にも不安定なため、直接 GC で定量することができない。そのために各種の揮発性誘導体に転換して、GC 分析に供する。

糖類の GC 用誘導体としてはトリメチルシリル (TMS) 誘導体、トリフルオロアセチル (TFA) 誘導体、アセチル (Ac) 誘導体、メチル (Me) 誘導体、また糖をオキシムにしてから誘導体とする方法などがある。現在、糖の揮発性誘導体としては TMS 誘導体が一般的である。

2) 通常カールフィッシャー法により測定する。標準品の量が少量の場合は、減圧加熱乾燥法 (例えば 60℃, 5 時間) で乾燥したものをを用いる。

3) pH 調整用として約 1mol/L~3mol/L の濃度のものを適宜調製して用いる。

4) 試料の均質性を確認出来れば、試料中の目的成分の濃度によって採取量は適宜変更することが出来る。

5) 酸性のまま抽出すると糖が一部分解してしまうおそれがあるため、あらかじめ中性に調整する。

6) No. 5B (アドバンテック東洋) 又は相当品を用いる。

7) 試験溶液に着色・濁りなどが認められる場合、予めデータを確認した後、固相抽出用或いは限外ろ過膜用のフィルターを通すことで測定を妨害する成分を除去できることがある。

8) GC 用試験溶液 (HPLC 用試験溶液) 中にナトリウムイオンなどが多量に存在すると、妨害ピークを与えたり、カラムの劣化原因にもなるので、脱塩処理を行ったほうがよい。脱塩の方法は、電気透析装置のほか、イオン交換樹脂によってもよい。

9) 糖がピリジンに溶解難い場合などは、加温しながら反応させる。反応液は塩化アンモニウムの析出によって白濁するが、上澄み液をそのまま GC に注入する。

10) TMS 誘導体を用いて、食品中の糖類を定量するのに適しているとされている充てん剤 (液相) には、Silicone SE-30, Silicone OV-1, Silicone OV-101, Silicone SE-52, Silicone SE-54, Silicone OV-17, Silicone DC QF-1, Silicone XE-60 などがある。

(2) 高速液体クロマトグラフ法

1) 単糖類、二糖類及びオリゴ糖類

① 機器、試薬

・高速液体クロマトグラフ (HPLC) : 屈折率検出器付き^{注1)}

・カラム^{注2)} : アミノシリカ系, 内径 4.6mm, 長さ 250mm

・標準品 : (1), 1), ①と同様

・アセトニトリル : HPLC 用又は残留農薬用

・エタノール, 石油エーテル, 水酸化ナトリウム : 特級

・50% (V/V) エタノール : 99.5% (V/V) エタノール-水 (1 : 1V/V)

・水酸化ナトリウム溶液^{注3)}

・塩酸溶液^{注3)}

② 試料の調製

(1), 1), ②と同様に処理する。

③ 試験溶液の調製

(1), 1), ③と同様に処理する。

④ 標準溶液の調製^{注4)}

1) HPLC 用試験溶液の溶媒が水の場合

標準品各 100mg を精密に量り、水に溶解して 25ml に定容する。この液 2, 5 及び 10ml を採取して水で 20ml に定容する。

2) HPLC 用試験溶液の溶媒が 50% (V/V) エタノールの場合

標準品各 100mg を精密に量り、50% (V/V) エタノールに溶解して 25ml に定容する。この液 2, 5 及び 10ml を採取して 50% (V/V) エタノールで 20ml に定容する^{注5)}。

⑤ 測定

HPLC 試験溶液の一定量を HPLC に注入し、各糖のピーク高さ^{注6)} を測定する。同様に各標準溶液の一定量を HPLC に注入して各糖のピーク高さを測定し、検量線を作成する。

⑥ 高速液体クロマトグラフ操作条件例

1) 単糖類及び二糖類

カラム：アミノ（プロピル）基を結合させたシリカ（又はポリマ）ゲルを充てんしたカラム^{注7)}、内径 4.6mm、長さ 250mm、ステンレス管

移動相：アセトニトリル-水(75：25V/V)^{注8)}

検出器：屈折率検出器

流速：1.0ml/分

温度：室温

注入量：20 μ l

2) オリゴ糖類

カラム：アミノ（プロピル）基を結合させたシリカ（又はポリマ）ゲルを充てんしたカラム^{注7)}、内径 4.6mm、長さ 250mm、ステンレス管

移動相：アセトニトリル-水(70：30V/V)^{注8)}

検出器：屈折率検出器

流速：1.0ml/分

温度：室温

注入量：20 μ l

⑦ 計算

試料中の各糖含量 (g/100g) = $C \times V \times D \times W^{-1} \times 100 \times 10^{-3}$

C：検量線より求めた各糖濃度

(mg/ml)

V：定容量 (ml)

D：希釈率

W：試料採取量 (g)

[注]

1) 糖の検出には、屈折率検出器のほかに蛍光検出器（蛍光誘導体化が必要）あるいはパルス電気化学検出器なども利用できる。

2) 測定する糖の種類や試料により種々のカラムが利用可能であるが、ここでは汎用性の高い代表的なもののみを示す。

3) pH調整用として約1mol/L～3mol/Lの濃度のものを適宜調製して用いる。

4) 溶媒の種類はピーク高さに影響するので、HPLC用試験溶液と標準溶液の溶媒を統一する必要がある。試験溶液にエタノール等揮発成分を含む場合、その一定量を減圧乾固した後、残留物を一定量の水に溶解し、メンブランフィルター(0.45μm)でろ過した液をHPLC用試験溶液とすることにより、水で調製した標準溶液を使用することも可能である。

5) 標準溶液の濃度は、使用する検出器の感度を考慮して設定する。

6) 完全分離しないようなきょう雑ピークが認められる場合、ピーク面積測定では誤差が大きくなるのでピーク高さ測定を採用する。なお、試験溶液を適当な酵素(目的とする糖ときょう雑する糖の組み合わせによりアミログルコシダーゼ、β-フラクトシダーゼ、β-ガラクトシダーゼなどを使い分ける。)で処理することにより、きょう雑ピークを除去できることがある。

7) Wakosil 5NH₂(和光純薬工業)又は相当品、Shodex Asahipak NH₂P-50(昭和電工)などのアミノポリマ系カラムも使用可能。

8) 適切な移動相の条件を調整すること。アミノシリカ系カラムは使用時間とともに徐々に溶出時間が短くなるので、溶出時間をほぼ一定に保つように混合比率を調整する。なお、アセトニトリルの割合を増やすと溶出は遅くなる。

2) 糖アルコール類

① 機器, 試薬

・高速液体クロマトグラフ(HPLC): 屈折率検出器付き^{注1)}

・カラム^{注2)}: アミノシリカ系, 内径4.6mm, 長さ250mm 又は配位子交換系, 内径7.8~8.0mm, 長さ300mm

・標準品: 水分を測定し^{注3)} 無水物に換算する。

・アセトニトリル: HPLC用又は残留農薬用

・エタノール, 石油エーテル, 水酸化ナトリウム: 特級

・50%(V/V)エタノール: 99.5%(V/V)エタノール-水(1:1V/V)

・水酸化ナトリウム溶液^{注4)}

・塩酸溶液^{注4)}

② 試料の調製

(1), 1), ②と同様に処理する。

③ 試験溶液の調製

1) 基本操作

50ml容ビーカーに試料の適当量(0.5~5g)を精密に量り、約30mlの水を加え、液性が酸性の場合には水酸化ナトリウム溶液及び/又は塩酸溶液で中和する。30分間超音波抽出した後、水で全量を50ml容メスフラスコに移して定容する。不溶物がある場合はろ紙^{注5)}でろ過し、ろ液をメンブランフィルター(0.45μm)でろ過して試験溶液とする。不溶物の量が多い場合は、定容する前にろ紙でろ過し、ビーカー及びろ紙を水で洗浄してからろ液を集めて定容する。試験溶液

は目的成分の濃度によって適宜希釈又は濃縮して HPLC 用試料溶液とする。

2) たんぱく質又は多糖類を多く含む食品の場合

水の代わりに 50% (V/V) エタノールを用いて 1)と同様の操作を行う。ただし、配位子交換系カラムを使用する場合は、試験溶液の一定量を採取して一旦ロータリーエバポレーターで減圧乾固した後、残留物を一定量の水に溶かし、メンブランフィルター (0.45 μm) でろ過した液を HPLC 用試験溶液とする^{注6)}。

3) 塩類を多く含む食品の場合

1)又は2)により調製した試験溶液 (水溶液にしたもの) 5~10ml を採取して電気透析装置を用いて脱塩し^{注7)}、HPLC 用試験溶液とする。

4) 脂質を多く含む食品の場合

50ml 容遠心管に試料の適当量 (0.5~5g)を精密に量る。これに石油エーテル 40ml を加えてときどきかくはんしながら 15 分間放置した後、遠心分離 (2,000rpm, 10 分間) して上澄み液を傾斜法により除去する。この脱脂操作を再度繰り返した後、窒素気流中あるいは 40℃の水浴中で残存する石油エーテル分を完全に蒸散させる。得られた残留物について、1)又は2)と同様の操作を行う。

④ 標準溶液の調製^{注8)}

1) HPLC 用試験溶液の溶媒が水の場合

糖アルコール標準品各 100mg を精密に量り、水に溶解して 25ml に定容する。この液 2, 5 及び 10ml を採取して水で 20ml に定容する。

2) HPLC 用試験溶液の溶媒が 50% (V/V)エタノールの場合

糖アルコール標準品各 100mg を精密に量り、50% (V/V) エタノールに溶解して 25ml に定容する。この液 2, 5 及び 10ml を採取して 50% (V/V) エタノールで 20ml に定容する^{注9)}。

⑤ 測定

HPLC 用試験溶液の一定量を HPLC に注入し、各糖アルコールのピーク高さ^{注10)}を測定する。

同様に各標準溶液の一定量を HPLC に注入して各糖アルコールのピーク高さを測定し、検量線を作成する。

⑥ 高速液体クロマトグラフ操作条件例

1) カラム：アミノ (プロピル) 基を結合させたシリカ (又はポリマ) ゲルを充てんしたカラム^{注11)}、内径 4.6mm, 長さ 250mm, ステンレス管

移動相：アセトニトリル-水 (75 : 25V/V) ^{注12)}

検出器：屈折率検出器

流速：1.0ml/分

温度：室温

注入量：20 μl

2) カラム：スルホン化ポリスチレンゲル (鉛型又はカルシウム型) を充てんしたカラム^{注13)}、内径 7.8~8.0mm, 長さ 300mm, ステンレス管

移動相：水

検出器：屈折率検出器

流速：0.6ml/分

温度：カラム 85℃

注入量：5 μl

⑦ 計算

試料中の各糖アルコール含量 (g/100g) = $C \times V \times D \times W^{-1} \times 100 \times 10^{-3}$

C：検量線より求めた糖アルコール濃度 (mg/ml)

V：定容量 (ml)

D：希釈率

W：試料採取量 (g)

[注]

1) 糖アルコールの検出には、屈折率検出器のほかにパルス電気化学検出器なども利用できる。

2) 測定する糖アルコールの種類や試料により種々のカラムが利用可能であるが、ここでは汎用性の高い代表的なもののみを示す。

3) 通常カールフィッシャー法により測定する。標準品の量が少ない場合は、減圧加熱乾燥法（例えば 60℃，5 時間）で乾燥したものを用いる。

4) pH 調整用として約 1mol/L～3mol/L の濃度のものを適宜調製して用いる。

5) No. 5B (アドバンテック東洋) 又は相当品を用いる。

6) 配位子交換系カラムを使用する場合には移動相として水を流すため、HPLC 用試験溶液の溶媒を水に置換しておく。

7) HPLC 用試験溶液中にナトリウムイオンなどが多量に存在すると、妨害ピークを与えたり、カラムの劣化原因にもなるので、脱塩処理を行ったほうがよい。脱塩の方法は、電気透析装置のほか、イオン交換樹脂によってもよい。

8) 溶媒の種類はピークの高さに影響するので、HPLC 用試験溶液と標準溶液の溶媒を統一する必要がある。試験溶液にエタノール等の揮発成分を含む場合、その一定量を減圧乾固した後、残留物を一定量の水に溶解し、メンブランフィルター (0.45 μm) でろ過した液を HPLC 用試験溶液とすることにより、水で調製した標準溶液を使用することも可能である。

9) 標準溶液の濃度は、使用する検出器の感度を考慮して設定する。

1 0) 完全分離しないようなきょう雑ピークが認められる場合、ピーク面積測定では誤差が大きくなるのでピーク高さ測定を採用する。

1 1) Wakosil 5NH₂ (和光純薬工業) 又は相当品。Shodex Asahipak NH₂P-50 (昭和電工) などのアミノポリマ系カラムを使用可能。

1 2) 適切な移動相の条件を調整すること。アミノシリカ系カラムは使用時間とともに徐々に溶出時間が短くなるので、溶出時間をほぼ一定に保つように混合比率を調整する。なお、アセトニトリルの割合を増やすと溶出は遅くなる。

1 3) 強陽イオン交換樹脂 (スルホン化ポリスチレンゲル) を充てんしたカラムで、対イオンが鉛又はカルシウム型になっているもの。Aminex HPX-87P, Aminex HPX-87C (Bio-Rad) 又は相当品。糖及び糖アルコールの水酸基が、鉛又はカルシウムイオンに配位する強さの差により分離される。

8 食物繊維（変更なし、省略）

9 亜鉛

（1） 原子吸光光度法

① 試薬

・20%塩酸：塩酸(精密分析用)^{注1)}を水で希釈して用いる。

・1%塩酸：20%塩酸を水で希釈して用いる。

・亜鉛標準溶液：市販の金属分析用標準溶液（MRA 又は JCSS 認定品）を1%塩酸で希釈して用いる。

② 試験溶液の調製

試料 1~10g^{注2)}をビーカーに精密に量り、電熱器上で予備灰化した後、500℃の電気炉中で灰化する。放冷後、灰に 20%塩酸 3ml^{注3)}を加え、100℃以下^{注4)}で蒸発乾固する。更に、20%塩酸 2ml を加え、時計皿で覆い 30 分間熱板上（150~200℃）で加温した後、ろ紙^{注5)}を用いて、メスフラスコ中にろ過する。水で洗い込む操作を繰り返し、ろ紙及びビーカーを数回洗浄する。残渣があれば、ろ紙とともに元のビーカーに入れ、熱板上で乾燥させ、同様に灰化^{注6)}、塩酸乾固を行う。20%塩酸 2ml 及び少量の水を加えて加温溶解した後、先のメスフラスコにろ過する。ろ液及び洗液を合わせ、水で 50ml に定容し、試験溶液とする^{注7)}。

③ 測定

原子吸光光度計を用いて、試験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験溶液中の濃度を求める。このとき、濃度の高い試験溶液については、1%塩酸を用いて、適当な濃度に希釈した後測定する。

④ 原子吸光測定条件

フレーム：空気-アセチレン

測定波長：213.8nm^{注8)}

⑤ 計算

亜鉛含量 (mg/100g) = $A \times V \times P \times W^{-1} \times 10^{-1}$

A：検量線から求めた亜鉛の濃度(μg/ml)

V：最終液量 (ml)

P：希釈率

W：試料採取量 (g)

[注]

1) 予め汚染がないことを確認した後、他の等級、濃度の試薬を使用してもよい。その場合は適宜、使用濃度の調整を行なう。

2) 対象元素の濃度が高い場合または他元素の妨害がある場合は、予めデータを確認した後、試料採取量を減じて 0.1 g 以上とする。

3) 炭酸塩が残留する場合は発泡するが、発泡が終了するまで加えた後、3~5 ml 過剰に加える。

4) 水浴上や熱板を使用することができる。

5) JIS 5種A又は同等品のろ紙を用いる。

6) 灰化時間については、予めデータを確認して設定する。

7) 目的物質の濃度によって定容量を変更してもよい。定容後の試験溶液の塩酸濃度が1%になるようにする。

8) 分光干渉や妨害物質の影響が疑われる場合は、予めデータを確認した後、別の吸光波長で測定して確認し、適切な波長を選択する。

(2) キレート抽出—原子吸光光度法

① 試薬

・25%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）25g を水に溶かして100ml とする。

・10%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）10g を水に溶かして100ml とする。この溶液は用時調製する。

・40%硫酸アンモニウム溶液：硫酸アンモニウム（原子吸光分析用）40g を水に溶かして100ml とする。

・ブロムチモールブルー指示薬：0.1%エタノール溶液。

・塩酸，アンモニア水：原子吸光分析用注1)

・メチルイソブチルケトン（MIBK）：特級

・亜鉛標準溶液：市販の金属分析用標準溶液（MRA 又は JCSS 認定品）を1%塩酸で希釈して用いる。

② 試験溶液の調製

(1)，②と同様に調製する。

③ 測定

試験溶液の適当量を正確に分液漏斗にとり、25%クエン酸二アンモニウム溶液10mlを加えた後、ブロムチモールブルー指示薬を用いてアンモニア水で中和し、40%硫酸アンモニウム溶液10ml及び水を加えて約100mlとする。10%DDTC溶液注2)10mlを加え、5分間放置後、MIBK10mlを正確に加え5分間振とうする。静置後、MIBK層をとり原子吸光光度計を用いて吸光度を測定し、同様に操作して作成した検量線から試験溶液中の濃度を求め、試料中の含量を算出する。

④ 原子吸光測定条件

フレーム：空気—アセチレン

測定波長：213.8nm

⑤ 計算

(1)，⑤と同様に計算する。

[注]

1) 予め汚染がないことを確認した後、他の等級、濃度の試薬を使用してもよい。

2) 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）を用いることもで

きる。

(3) 誘導結合プラズマ発光分析法

① 機器

誘導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

亜鉛標準溶液：市販の金属分析用標準溶液(MRA 又は JCSS 認定品)を1%塩酸で希釈して、検量線作成用の0.5, 5.0ppmの濃度の標準溶液を調製する^{注1)}。ポリエチレンあるいはポリプロピレン瓶に保存する。

他は、(1), ①に準拠する。

③ 試験溶液の調製

(1), ②と同様に調製する。

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^{注2)}。

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て、アルゴンプラズマに導入して213.856nm^{注3)}における発光強度を測定する。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を求める。

⑤ 計算

$$\text{亜鉛含量 (mg/100g)} = A \times V \times P \times W^{-1} \times 10^{-1}$$

A：検量線から求めた亜鉛の濃度($\mu\text{g/ml}$)

V：最終液量 (ml)

P：希釈率

W：試料採取量 (g)

[注] 1) 予めデータを確認した後、装置の性能や測光方法により検量線の直線性が確認できる範囲で変更してもよい。また、MRA 又は JCSS 認定の金属混合標準溶液を使用してもよい。

2) 予めデータを確認した後、測定用試験溶液に内部標準元素を添加して内部標準法により補正することもできる。

3) 分光干渉や妨害物質の影響が疑われる場合は、予めデータを確認した後、別の発光波長で測定して確認し、適切な波長を選択する。

10 カリウム

(1) 原子吸光光度法 (灰化法)^{注1)}

① 試薬

・10%塩酸, 1%塩酸：塩酸(精密分析用)を水で希釈して用いる^{注2)}。

・カリウム標準溶液：市販の金属分析用標準溶液 (MRA 又は JCSS 認定品) を1%塩酸で希釈して用いる。

② 試験溶液の調製

試料 1~10g^{注3)} を石英ビーカーに精密に量り、電熱器上で予備灰化した後、500℃の電気炉中で灰化する。放冷後、灰に 10%塩酸 5ml を加え^{注4)}、100℃以下^{注5)} で蒸発乾固する。更に、10%塩酸 5ml を加え^{注6)}、時計皿で覆って 30 分間熱板上で加温した後、ろ紙^{注7)}を用いて、50ml 容ポリエチレン製メスフラスコ中にろ過する^{注8)}。水で洗い込む操作を繰り返し、ろ紙及びビーカーを十分に洗浄した後、水で正確に 50ml とし、試験溶液とする^{注9)}。

③ 測定

原子吸光光度計を用いて、試験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験溶液中の濃度を求める。このとき、濃度の高い試験溶液については、1%塩酸を用いて、適当な濃度に希釈した後測定する。

④ 原子吸光測定条件

フレーム：空気—アセチレン

測定波長：766.5nm^{注10)}

⑤ 計算

カリウム含量 (mg/100g) = $A \times V \times P \times W^{-1} \times 10^{-1}$

A：検量線から求めたカリウムの濃度(μg/ml)

V：最終液量 (ml)

P：希釈率

W：試料採取量 (g)

[注]

1) 脂質含量の高い試料は灰化法が望ましい。

2) 予め汚染がないことを確認した後、他の等級、濃度の試薬を使用してもよい。その場合は適宜、使用濃度の調整を行なう。

3) 対象元素の濃度が高い場合または他元素の妨害がある場合は、予めデータを確認した後、試料採取量を減じて 0.1 g 以上とする。

4) 炭酸塩が残留する場合は発泡するが、発泡が終了するまで加えた後、3~5 ml 過剰に加える。

5) 水浴上や熱板を使用することができる。

6) ミネラル分を可溶化する目的のため、高濃度の酸を使用して 10%塩酸相当量として 3~5 ml になればよい。

7) JIS 5種A又は同等品のろ紙を用いる。

8) ~~食塩の含有量が多く、残渣が多い試料については、再灰化を、灰化時間のデータを確認して行い、ろ液を合わせる。~~

9) 目的物質の濃度によって定容量を変更してもよい。定容後の試験溶液の塩酸濃度が 1%になるようにする。

10) 分光干渉や妨害物質の影響が疑われる場合は、予めデータを確認した後、別の吸光波長で測定して確認し、適切な波長を選択する。

(2) 原子吸光光度法 (塩酸抽出法)

① 試薬

(1), ①に準拠する。

② 試験溶液の調製

試料 2g を精密に量り、ポリエチレン瓶に入れ、1%塩酸 200ml を正確に加え^{注1)}、30 分間振とうした後ろ過^{注2)}し、試験溶液とする。

③ 測定

(1), ③と同様に行う。

④ 原子吸光測定条件

(1), ④と同様に行う。

⑤ 計算

(1), ⑤と同様に行う。

[注]

1) 予めデータを確認した後、抽出割合を変更してもよい。

2) JIS 5種A又は同等品のろ紙を用いる。

(3) 誘導結合プラズマ発光分析法

① 機器

誘導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

カリウム標準溶液：市販の金属分析用標準溶液 (MRA 又は JCSS 認定品) を 1%塩酸で希釈して、検量線作成用の 50, 500ppm の濃度の標準溶液を調製する^{注1)}。ポリエチレンあるいはポリプロピレン瓶に保存する。他は、原子吸光光度法に準拠する。

③ 試験溶液の調製

原子吸光光度法に準拠する。

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^{注2)}。

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を求める。測定波長は 766.491nm を用いる^{注3)}。

⑤ 計算

(1), ⑤と同様に計算する。

[注]

1) 予めデータを確認した後、装置の性能や測光方法により検量線の直線性が確認できる範囲で変更してもよい。また、MRA 又は JCSS 認定の金属混合標準溶液を使用してもよい。

2) 予めデータを確認した後、測定用試験溶液に内部標準元素を添加して内部標準法により補正することもできる。

3) 分光干渉や妨害物質の影響が疑われる場合は、予めデータを確認した後、別の発光波長で測

定して確認し、適切な波長を選択する。

11 カルシウム

(1) 過マンガン酸カリウム容量法

① 試薬

- ・20%塩酸：塩酸(精密分析用)^{注1)}を水で希釈して用いる。
- ・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（特級）を水に溶解して用いる。
- ・尿素：特級
- ・0.5%アンモニア水：アンモニア水（特級）を希釈して用いる。
- ・1/250mol/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（特級）31.61g に水 800ml を加えて加温しながらかくはんし、溶解する。放冷後、水で 1L に定容し、暗所に一夜放置する。ガラスフィルター（3G-4）でろ過したものを水で 50 倍に希釈し、褐色瓶に保存する。1/100mol/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を求める。
- ・シュウ酸ナトリウム：標準試薬
- ・4%硫酸：硫酸（特級）を希釈して用いる。

② 試験溶液の調製

試料 1~10g^{注2)}をビーカーに精密に量り、電熱器上で予備灰化した後、500℃の電気炉中で灰化する。放冷後、灰に 20%塩酸 3ml^{注3)}を加え、100℃以下^{注4)}で蒸発乾固する。更に、20%塩酸 2ml を加え、時計皿で覆い 30 分間熱板上（150~200℃）で加温した後、ろ紙^{注5)}を用いて、メスフラスコ中にろ過する。水で洗い込む操作を繰り返し、ろ紙及びビーカーを数回洗浄する。残渣があれば、ろ紙とともに元のビーカーに入れ、熱板上で乾燥させ、同様に灰化し^{注6)}、20%塩酸 2ml 及び少量の水を加えて加温溶解した後、先のメスフラスコにろ過する。ろ液及び洗液を合わせ、水で 50ml に定容し、試験溶液とする^{注7)}。

③ 測定

試験溶液からカルシウムとして 3~8mg を含む一定量を 300ml 容共栓付き三角フラスコに正確に分取し、メチルレッド指示薬数滴及び 20%塩酸を総量として 3ml になるように加えた後、3%シュウ酸アンモニウム溶液 10ml 及び尿素約 4g を加え、水で全量を約 100ml とする。電熱器上で穏やかに加熱し、沸騰させ、溶液が赤色から黄色に変わったら加熱を止め、一夜放置する。生成したシュウ酸カルシウムの沈殿をガラスフィルター（3G-4）中に注ぎ、吸引ろ過する。0.5%アンモニア水 数 ml ずつで三角フラスコ及びガラスフィルターを数回洗う。ガラスフィルターを元の三角フラスコに付け、70~80℃に加温してある 4%硫酸をガラスフィルター中に注ぎ、沈殿を溶解し、吸引ろ過する。この操作を数回繰り返し、ガラスフィルター内の沈殿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 1/250mol/L 過マンガン酸カリウム標準溶液で滴定する。30 秒たっても赤紫色が消失しないところを終点とする。

④ 計算

1/250mol/L 過マンガン酸カリウム標準溶液 1ml は、カルシウム 0.4008mg 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。

$$\text{試料中のカルシウム含量 (mg/100g)} = T \times 0.4008 \times F \times P^{-1} \times V \times W^{-1} \times 100$$

T : 滴定に要した 1/250mol/L 過マンガン酸カリウム標準溶液の量 (ml)

F : 1/250mol/L 過マンガン酸カリウム標準溶液のファクター

V : 最終液量 (ml)

P : 分取量 (ml)

W : 試料採取量 (g)

[注]

1) 予め汚染がないことを確認した後、他の等級、濃度の試薬を使用してもよい。その場合は適宜、使用濃度の調整を行なう。

2) 対象元素の濃度が高い場合または他元素の妨害がある場合は、予めデータを確認した後、試料採取量を減じて 0.1 g 以上とする。

3) 炭酸塩が残留する場合は発泡するが、発泡が終了するまで加えた後、3~5 ml 過剰に加える。

4) 水浴上や熱板を使用することができる。

5) JIS 5種A又は同等品のろ紙を用いる。

6) 灰化時間については、予めデータを確認して設定する。

7) 目的物質の濃度によって定容量を変更してもよい。定容後の試験溶液の塩酸濃度が 1%になるようにする。

(2) 原子吸光光度法

① 試薬

・塩化ストロンチウム溶液：塩化ストロンチウム・六水和物（原子吸光分析用）38.04g を 1%塩酸に溶かして正確に 250ml とする。この溶液は、ストロンチウムとして 5%となる。

・1%塩酸：塩酸（精密分析用）^{注1)}を水で希釈して用いる。

・カルシウム標準溶液：市販の金属分析用標準溶液（MRA 又は JCSS 認定品）を 1%塩酸で希釈して用いる。

② 試験溶液の調製

(1), ②と同様に調製する。

③ 測定

試験溶液の適当量をメスフラスコに正確に分取し、塩化ストロンチウム溶液を、ストロンチウムとして 0.5%になるように加え、1%塩酸で定容した後、原子吸光光度計を用いて、吸光度を測定し、あらかじめ作成した検量線から試験溶液中の濃度を求め、試料中の含量を算出する。

④ 原子吸光測定条件

フレーム：亜酸化窒素－アセチレン又は空気－アセチレン

測定波長：422.7nm

⑤ 計算

試料中のカルシウム含量 (mg/100g) = $A \times V \times P \times W^{-1} \times 10^{-1}$

A : 検量線から求めたカルシウムの濃度 (μ g/ml)

V : 最終液量 (ml)

P : 希釈率

W：試料採取量 (g)

[注]

1) 予め汚染がないことを確認した後、他の等級、濃度の試薬を使用してもよい。

(3) 誘導結合プラズマ発光分析法

① 機器

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

カルシウム標準溶液：市販の金属分析標準溶液 (MRA 又は JCSS 認定品) を 1% 塩酸で希釈して、検量線作成用の 1.0, 10.0ppm の濃度の標準溶液を調製する^{注1)}。ポリエチレンあるいはポリプロピレン瓶に保存する。

他は、(2) 原子吸光光度法に準拠する。

③ 試験溶液の調製

原子吸光光度法に準拠する。

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^{注2)}。

④ 測定

測定用試験溶液を、直接的に誘導結合プラズマ発光分析装置のネブライザーで吸入噴霧して、アルゴンプラズマに導入して、393.366nm における発光強度を測定する^{注3)}。あらかじめ作成した検量線から試験溶液中の濃度を求める。

⑤ 計算

カルシウム含量 (mg/100g) = $A \times V \times P \times W^{-1} \times 10^{-1}$

A：検量線から求めたカルシウムの濃度 ($\mu\text{g/ml}$)

V：試験液量 (ml)

P：希釈率

W：試料採取量 (g)

[注]

1) 予めデータを確認した後、装置の性能や測光方法により検量線の直線性が確認できる範囲で変更してもよい。また、MRA 又は JCSS 認定の金属混合標準溶液を使用してもよい。

2) 予めデータを確認した後、測定用試験溶液に内部標準元素を添加して内部標準法により補正することもできる。

3) 分光干渉や妨害物質の影響が疑われる場合は、予めデータを確認した後、別の発光波長で測定して確認し、適切な波長を選択する。

12 クロム

(1) キレート抽出—原子吸光光度法

① 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 (原子吸光用) 2g を水に溶かして100mlとする。この溶液は用時調製する。
- ・10%ベルオキシニ硫酸アンモニウム溶液：ベルオキシニ硫酸アンモニウム(特級) 10g を水に溶かして100mlとする。
- ・酢酸緩衝液：1mol/L 酢酸 59ml と 1mol/L 酢酸ナトリウム 141ml を混合し pH5 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%) ^{注1)} を水で2倍に希釈する。
- ・希硝酸：硝酸 (原子吸光分析用 60~61%) ^{注1)} を水で希釈して10%とする。
- ・塩酸：塩酸 (原子吸光測定用 35~37%) ^{注1)}
- ・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0.1g を乳鉢に入れ、少量の 1/20mol/L 水酸化ナトリウム溶液を加えて十分すり混ぜ、水に溶かして250mlとする。
- ・クロム標準溶液：市販の金属分析用標準溶液 (MRA 又は JCSS 認定品) を1%塩酸で希釈して用いる。

② 試験溶液の調製

乾式灰化法^{注2)}

試料 1~10g ^{注3)} をビーカーに精密に量り、ホットプレート上^{注4)} で予備灰化後 500℃の電気炉中で灰化する。放冷後、灰に 20%塩酸 3ml を加え^{注5)}、100℃以下^{注6)} で蒸発乾固する。更に、20%塩酸 2ml を加え、時計皿で覆い 30 分間ホットプレート上 (150~200℃) で加温した後、ろ紙^{注7)} を用いて、メスフラスコ中にろ過する。水で洗いこむ操作を繰り返し、ろ紙及びビーカーを数回洗浄する。ろ紙上に黒色の炭素が残っている場合は、ろ紙とともに元のビーカーに入れ、ホットプレート上で乾燥させ、同様に灰化^{注8)}、塩酸乾固を行う。

20%塩酸 2ml 及び少量の水を加えて加温溶解した後、先のメスフラスコにろ過する。ろ液及び洗液を合わせ、水で 50ml に定容し、試験溶液とする^{注9)}。

③ 測定^{注10)}

試験溶液の適当量を正確に 100ml ビーカーに分取する。希硝酸 10ml を加えた後、ベルオキシニ硫酸アンモニウム溶液 5ml 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かわるまで希アンモニア水を滴下する。(pH3~4) 時計皿で蓋をして沸騰 100℃以下で 15 分加熱する。冷後 100ml の分液ロートに移し水 45ml を 3 回に分けビーカーを洗い、洗液を分液ロートに合わせる。酢酸緩衝液 5ml を加え振り混ぜる。DDTC 溶液 5ml を加え、5分放置後、MIBK10ml を正確に加え5分振とうする。静置後、MIBK 層をとり原子吸光光度計を用いて吸光度^{注11)}を測定し、同様に操作して作成した検量線から試験溶液中の濃度を求め、試料中の含量を算出する。

④ 原子吸光測定条件

フレーム：空気—アセチレン

測定波長：357.9nm

⑤ 計算

クロム含量 ($\mu\text{g}/100\text{g}$) = $A \times V \times P \times W^{-1} \times 100$

A : 検量線から求めたクロムの濃度 ($\mu\text{g}/\text{ml}$)

V : 最終液量 (ml)

P : 希釈率

W : 試料採取量 (g)

[注]

1) 予め汚染がないことを確認した後、他の等級、濃度の試薬を使用してもよい。その場合は適宜、使用濃度の調整を行なう。

2) 灰化が難しい試料の場合は、試験溶液の調製を湿式灰化法によることができる^{注1 2)}。

3) 対象元素の濃度が高い場合または他元素の妨害がある場合は、予めデータを確認した後、試料採取量を減じて0.1 g以上とする。

4) 電熱器を使用してもよい。赤外線ランプを併用すると炭化を早めることができる。

5) 炭酸塩が残留する場合は発泡するが、発泡が終了するまで加えた後、3~5 ml 過剰に加える。

6) 水浴上や熱板を使用することができる。

7) JIS 5種A又は同等品のろ紙を用いる。

8) 灰化時間については、予めデータを確認して設定する。

9) 目的物質の濃度によって定容量を変更してもよい。定容後の試験溶液の塩酸濃度が1%になるようにする。

1 0) クロム含有量が低い場合は、乾式灰化法で調製した試験溶液について、フレイムレス原子吸光法によることができる。ただし、試験溶液は硝酸溶液とする。

1 1) クロムは金属や酸による干渉があるため、MIBK抽出とした。

1 2) この他の試験溶液調製法として、凍結乾燥後、低温灰化装置等を使うこともできる。

(池辺克彦, 西宗高弘, 田中涼一: 食衛誌, 382 (1990))

(2) 誘導結合プラズマ発光分析法

① 機器

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

クロム標準溶液: 市販の金属分析用標準溶液 (MRA 又は JCSS 認定品) を1%塩酸で希釈して、検量線作成用の0.1, 1.0ppm 濃度の標準溶液を作成する^{注1)}。ポリエチレンあるいはポリプロピレン瓶に保存する。

他は、(1), ①に準拠する。

③ 試験溶液の調製

(1), ②に準拠する^{注2)}。

④ 測定

誘導結合プラズマ発光装置を用いて、測定用試験溶液を直接ネブライザーで吸入噴霧^{注3)}し、試験溶液の発光強度を測定し^{注4)}、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を求める。測定波長は206.15nmを用いる^{注5)}。

⑤ 計算

(1), ⑤と同様に計算する。

[注]

1) 予めデータを確認した後、装置の性能や測光方法により検量線の直線性が確認できる範囲で変更してもよい。また、MRA 又は JCSS 認定の金属混合標準溶液を使用してもよい。

2) MIBK による抽出を行った場合には MIBK 溶媒がネブライザーを詰まらせる原因となるためホットプレート上で MIBK を揮散させてから 1% 硝酸に再溶解し測定用試験溶液とする。

3) 試料中のクロム含有量が低い場合は、超音波ネブライザーを使用することができる。

4) 予めデータを確認した後、測定用試験溶液に内部標準元素を添加して内部標準法により補正することもできる。

5) 分光干渉や妨害物質の影響が疑われる場合は、予めデータを確認した後、別の発光波長で測定して確認し、適切な波長を選択する。

(3) 誘導結合プラズマ質量分析法^{注1)}

① 機器

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

マイクロウェーブ分解装置：一般的なすべてのマイクロウェーブ分解装置を用いることができる。

② 試薬

硝酸：金属分析用超高純度試薬^{注2)}

過酸化水素水(30%)：原子吸光分析用^{注2)}

酢酸：特級^{注2)}

クロム標準溶液：市販の金属分析用標準溶液 (MRA 又は JCSS 認定品) に水、硝酸及び酢酸を加えて、各々硝酸 10%、酢酸 2%、クロム 0.2, 0.5, 1.0, 5 ppb 濃度になるように各検量線用標準溶液を作成する^{注3)}。

③ 試験溶液の調製

試料 0.1~1g^{注4)} をマイクロウェーブ用分解容器^{注5)} に精密に量り、硝酸 5 ml 及び過酸化水素水 1 ml を加えて密封した後、マイクロウェーブ分解装置で分解する^{注6)}。放冷後、水を加えて分解液を取りだし、酢酸 1 ml を添加し、水で 50 ml としたものを試験溶液とする^{注7)}。

④ 測定

誘導結合プラズマ質量分析装置を用いて、試験溶液のイオンカウント比を測定し、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を求める^{注8)}。

⑤ 計算

クロム含量 ($\mu\text{g}/100\text{g}$) = $A \times V \times P \times W^{-1} \times 10^{-1}$

A：検量線から求めたクロムの濃度 (ng/ml)

V：最終液量 (ml)

P：希釈率

W：試料採取量 (g)

[注]

- 1) 試料中の濃度が微量の場合に適用する。
- 2) 予め測定元素の汚染がないことを確認した後、他の等級の試薬を使用してもよい。
- 3) 予めデータを確認した後、装置の性能により検量線の直線性が確認できる範囲で変更してもよい。また、MRA 又は JCSS 認定の金属混合標準溶液を使用してもよい。低濃度の標準溶液は用時調製とし、器具からの汚染がないようにする。
- 4) 予めデータを確認した後、試料採取量を増減してもよい。
- 5) 使用する器具は希硝酸で洗浄し、汚染がないようにする。
- 6) 分解条件については、予めデータを確認して設定する。
- 7) 目的物質の濃度によって定容量を変更してもよい。
- 8) 検量線用標準溶液及び測定用試験溶液に内部標準元素を添加して内部標準法により補正する。内部標準元素及び測定質量数は、予めデータを確認し選択する。予めデータを確認した後、測定質量数、測定モードなどの条件設定を行う。

13 セレン

(1) 蛍光光度法

① 試薬

- ・硝酸、過塩素酸、塩酸、アンモニア水、シクロヘキサン：特級
- ・0.1mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム (EDTA) 溶液：EDTA37.22g を水に溶かして 1L 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 100g を水に溶かして 500ml 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 0.1g を 0.1mol/L 塩酸 100ml 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 10～20ml を加え、5 分間振とうする。この操作を繰り返し行い、水層をろ過した後使用する。この溶液は用時調製する。
- ・セレン標準溶液：市販の金属分析用標準溶液 (MRA 又は JCSS 認定品) を 1%塩酸で希釈して用いる。

② 試験溶液の調製

試料約 1g^{注1)} をケルダールフラスコに精密に量り、硝酸 10ml 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 10ml を加え、再び加熱する。内容液が褐色～黒色になったらただちに硝酸 2ml を加える。内容液が無色～淡黄色になったら、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 3ml を加え、沸騰水浴中で 30 分間加温する。放冷後、溶液をメスフラスコに洗い流した後、水で 50ml に定容し、試験溶液とする^{注2)}。

③ 試験操作

試験溶液の適当量を正確に 100ml 容トールピーカーに分取し、0.1mol/L EDTA 溶液 4ml 及び 20%塩酸ヒドロキシルアミン溶液 2ml を加え、10%塩酸及び 10%アンモニア水を用いて pH1～1.5 に調整する。0.1%2,3-ジアミノナフタレン溶液 5ml を加え混合後、50℃の水浴中で 30 分

間加温する。放冷後、200ml 容分液漏斗に移し、シクロヘキサン 10ml を加え 5 分間振とうした後、シクロヘキサン層の蛍光強度を測定する。同様に操作して作成した検量線から、試験溶液中の含量を求め、試料中の含量を算出する。

④ 蛍光光度計測定条件

励起波長：378nm

蛍光波長：520nm

⑤ 計算

$$\text{セレン含量} (\mu\text{g}/100\text{g}) = C \times \underline{V} \times P^{-1} \times W^{-1} \times 100$$

C：検量線から求めたセレン含量(μg)

V：最終液量(ml)

P：分取量(ml)

W：試料採取量 (g)

[注]

1) 対象元素の濃度が高い場合は、予めデータを確認した後、試料採取量を減じて 0.1 g 以上とする。

2) 目的物質の濃度によって定容量を変更してもよい。

(2) 水素化物—原子吸光光度法

① 試薬

・硝酸、過塩素酸、塩酸：特級

・水素化ホウ素ナトリウム溶液：水素化ホウ素ナトリウム 5g 及び水酸化ナトリウム（特級）2.5g を水に溶かして 500ml とする。

・セレン標準溶液：市販の金属分析用標準溶液 (MRA 又は JCSS 認定品) を 1% 塩酸で希釈して用いる。

② 試験溶液の調製

(1), ②と同様に調製する。

③ 測定

試験溶液（濃度により希釈）、20%塩酸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、更に、発生したセレン化水素を加熱セルに導入する。原子吸光光度計を用いて吸光度を測定し、同様に操作して作成した検量線から、試験溶液中の濃度を求め、試料中の含量を算出する。

④ 原子吸光測定条件

加熱セル温度：1,000°C

測定波長：196.0nm

⑤ 計算

$$\text{セレン含量} (\mu\text{g}/100\text{g}) = A \times V \times P \times W^{-1} \times 100$$

A：検量線から求めたセレンの濃度($\mu\text{g}/\text{ml}$)

V：最終液量 (ml)

P：希釈率

W：試料採取量 (g)

(3) 誘導結合プラズマ質量分析法^{注1)}

① 機器

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

マイクロウェーブ分解装置：一般的なすべてのマイクロウェーブ分解装置を用いることができる。

② 試薬

硝酸：金属分析用超高純度試薬^{注2)}

過酸化水素水(30%)：原子吸光分析用^{注2)}

酢酸：特級^{注2)}

セレン標準溶液：市販の金属分析用標準溶液 (MRA 又は JCSS 認定品) に水、硝酸及び酢酸を加えて、各々硝酸 10%、酢酸 2%、セレン 0.2, 0.5, 1.0, 5 ppb 濃度になるように各検量線用標準溶液を作成する^{注3)}。

③ 試験溶液の調製

試料 0.1~1g^{注4)} をマイクロウェーブ用分解容器^{注5)} に精密に量り、硝酸 5 ml 及び過酸化水素水 1 ml を加えて密封した後、マイクロウェーブ分解装置で分解する^{注6)}。放冷後、水を加えて分解液を取りだし、酢酸 1 ml を添加し、水で 50 ml としたものを試験溶液とする^{注7)}。

④ 測定

誘導結合プラズマ質量分析装置を用いて、試験溶液のイオンカウント比を測定し、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を求める^{注8)}。

⑤ 計算

セレン含量 ($\mu\text{g}/100\text{g}$) = $A \times V \times P \times W^{-1} \times 10^{-1}$

A：検量線から求めたセレンの濃度 (ng/ml)

V：最終液量 (ml)

P：希釈率

W：試料採取量 (g)

[注]

1) 試料中の濃度が微量の場合に適用する。

2) 予め測定元素の汚染がないことを確認した後、他の等級の試薬を使用してもよい。

3) 予めデータを確認した後、装置の性能により検量線の直線性が確認できる範囲で変更してもよい。また、MRA 又は JCSS 認定の金属混合標準溶液を使用してもよい。低濃度の標準溶液は用時調製とし、器具からの汚染がないようにする。

4) 予めデータを確認した後、試料採取量を増減してもよい。

5) 使用する器具は希硝酸で洗浄し、汚染がないようにする。