

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。内標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。

14 鉄

(1) オルトフェナントロリン吸光光度法

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%アスコルビン酸溶液：アスコルビン酸(特級) 1g を水に溶かして 100ml としたものを用いる。

・0.5%o-フェナントロリン溶液：o-フェナントロリン(特級) 1g を水に溶かして 200ml としたものを

用いる。

・25%クエン酸ナトリウム溶液：クエン酸ナトリウム(特級) 50g を水に溶かして 200ml としたものを

用いる。

・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0.1g 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 としたものを

用いる。

・鉄標準溶液：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

試験溶液から適当量を 25ml 容メスフラスコ及び三角フラスコに正確に同量ずつ分取する。メ

スフラスコに 1%アスコルビン酸溶液 1ml 及び 0.5%o-フェナントロリン溶液 2ml を加える。三

角フラスコには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 (pH3.5~4.0) 25%クエン酸ナトリウム溶液を滴下する。この滴下量と同量の 25%

クエン酸ナトリウム溶液をメスフラスコに加え、水で定容する。20℃以上で 3 時間放置後、波長

510nm における吸光度を測定し、あらかじめ作成した検量線から試験溶液中の含量を求め、試料

中の含量を算出する。

④ 計算

試料中の鉄含量 (mg/100g)=C×P×W⁻¹×100

C：検量線から求めた鉄の含量 (mg)

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

・1%塩酸：塩酸（精密分析用）を水で希釈して用いる^{注1)}。

・鉄標準溶液：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

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：248.3nm ^{注2)}

⑤ 計算

試験中の鉄含量 (mg/100g) = $A \times V \times P \times W^{-1} \times 10^{-1}$

A：検量線から求めた鉄の濃度 ($\mu\text{g/ml}$)

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。その場合は適宜水で希釈し、使用濃度の調整を行なう。

2) 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。

(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：一般的に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

鉄標準溶液：市販の金属分析用標準溶液（MRA 又は JCSS 認定品）を用い、適宜希釈して、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), ①に準拠する。

③ 試験溶液の調製

(1), ②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ネブライザーで吸入噴霧し、アルゴンプラズマに導入して、238.204nm 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

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

A：検量線から求めた鉄の濃度 ($\mu\text{g/ml}$)

V：試験溶液量 (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。

15 銅

(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。

・銅標準溶液：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℃の電気炉上で灰化する。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：324.7nm^{注8)}

⑤ 計算

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

A：検量線から求めた銅の濃度 ($\mu\text{g/ml}$)

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。

・3%ピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム (APDC) 溶液：APDC (原子吸光分析用) 3g 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。

・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，硝酸，硫酸，過塩素酸：原子吸光分析用^{注1)}

・酢酸ブチル：特級

・銅標準溶液：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

a. 乾式灰化法

(1), ②に準拠する。

b. 湿式灰化法

試料1~10g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，硝酸10ml及び硫酸5mlを加え，再び加熱する。内容液が褐色~黒色になったら硝酸2mlを加える。内容液が無色~淡黄色になったら，過塩素酸2mlを加え再び硫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，硫酸の白煙が生じるまで再び加熱する。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 測定

試験溶液の適当量を正確に分液ロートにとり，25%クエン酸二アンモニウム溶液10mlを加えた後，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。3%APDC溶液5mlを加え，5分間放置後，酢酸ブチル^{注3)}10mlを正確に加え5分間振とうする。静置後，酢酸ブチル層をとり，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：324.7nm

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。その場合は適宜，使用濃度の調整を行なう。

2) 目的物質の濃度によって定容量を変更してもよい。

3) ジイソブチルケトン (DIBK, 原子吸光分析用) を用いてもよい。

(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

銅標準溶液：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て、アルゴンプラズマに導入して324.754nm^{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

(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。

16 ナトリウム^{注1)}

(1) 原子吸光光度法（灰化法）

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)}。

・ナトリウム標準溶液：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入ろ過する^{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、水で定容し、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：589.0nm ^{注10)}

⑤ 計算

試料中のナトリウム含量 (mg/100g) = $A \times V \times P \times W^{-1} \times 10^{-1}$

A：検量線から求めたナトリウムの濃度 ($\mu\text{g/ml}$)

V：最終液量 (ml)

P：希釈率

W：試料採取量 (g)

[注]

1) 塩分 (NaCl として) のナトリウム換算値 = ナトリウム含量 $\times 2.5421$

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) ^{注1) 注2)}

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 を正確に加える^{注3)}、30 分間

振とうした後ろ過し^{注4)}、試験溶液とする。

③ 測定

以下、(1)と同様に行う。

[注]

- 1) 脂質含量の高い試料は灰化法が望ましい。
- 2) 塩酸抽出法については、ガラス器具はナトリウムの溶出があるので、一切用いない。
- 3) 予めデータを確認した後、抽出割合を変更してもよい。
- 4) JIS5 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^{注1)}

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

ナトリウム標準溶液：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 1.0, 10.0ppm の濃度の標準溶液を調製する^{注2)}。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3)}。

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 588.995nm^{注4)} を用いる。

⑤ 計算

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

A：検量線から求めたナトリウムの濃度 ($\mu\text{g/ml}$)

V：試験溶液量 (ml)

P：希釈率

W：試料採取量 (g)

[注]

- 1) ナトリウムの含有量が少ない試料は原子吸光光度法が望ましい。
- 2) 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。
- 3) 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。

4) 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。

17 マグネシウム

(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。

・塩化ストロンチウム溶液：塩化ストロンチウム(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。

・マグネシウム標準溶液：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

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 を加え^{注3)}、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：空気-アセチレン

測定波長：285.2nm^{注8)}

⑤ 計算

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

A：検量線から求めたマグネシウムの濃度 (μg/ml)

V：最終液量 (ml)

P：希釈率

W：試料採取量 (g)

[注]

1) 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) 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

マグネシウム標準溶液：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、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、(1), ①に準拠する。

③ 試験溶液の調製

(1), ②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279.553nm^{注3)}を用いる。

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。

18 マンガン

(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。
- ・マンガン標準溶液：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 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：279.5nm^{注8)}

⑤ 計算

マンガン含量 (mg/100g) = $A \times V \times P \times W^{-1} \times 10^{-1}$

A：検量線から求めたマンガンの濃度(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
- ・マンガン標準溶液：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 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：279.5nm

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。その場合は適宜，使用濃度の調整を行う。

(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

マンガン標準溶液：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，検量線作成用の 0.1，1.0ppm 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) 原子吸光光度法に準拠する。

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 257.610nm^{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

(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。

19 ヨウ素

(1) 滴定法

① 試薬

・50%水酸化ナトリウム溶液：水酸化ナトリウム（特級）を水に溶かして用いる。

・フェノールフタレイン指示薬：1%エタノール溶液。

・エタノール，ヨウ化カリウム：特級

・1mol/L 次亜塩素酸ナトリウム溶液：過マンガン酸カリウム 32g を 200ml 容三角フラスコに入れ、減圧下、塩酸 100ml を徐々に滴下する。発生する塩素ガスを 2%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 44g を水 200ml に溶かした液に吸収させる。（この溶液は約 2mol/L である。）0.05mol/L チオ硫酸ナトリウム標準溶液で滴定し、1mol/L に調製したものを用いる。

・40%ギ酸ナトリウム溶液：ギ酸ナトリウム 400g に水を加えて 1L とする。

・3mol/L 硫酸：硫酸（特級）を希釈して用いる。

・0.01mol/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。

・デンプン指示薬：可溶性デンプン 1g を沸騰水約 60ml に溶かし、放冷後、塩化ナトリウム 20g を加え、水で 100ml とする。

② 試験溶液の調製

試料 1~10g をニッケルるつぼに精密に量り、50%水酸化ナトリウム溶液 2ml 及びエタノール 5ml を加え、電熱器上で予備灰化した後、500℃の電気炉中で約 3 時間灰化する^{注1)}。放冷後、

灰に水約 20ml を加え、時計皿で覆い 30 分間熱板上で加温した後、ろ紙^{注2)} を用いてメスフラスコ中にろ過する。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 50ml に定容し、試験溶液とする。

③ 測定

試験溶液の適当量を正確に 200ml 容コニカルビーカーに分取し、フェノールフタレイン指示薬を用いて 3mol/L 硫酸で中和後、水で約 70ml とする。1mol/L 次亜塩素酸ナトリウム溶液 1ml を加え、pH メーターを用いて 3mol/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%ギ酸ナトリウム溶液 5ml を加え、更に、5 分間煮沸し、放冷後、ヨウ化カリウム 0.5g、3mol/L 硫酸 6ml を加え、5 分間放置後、デンプン溶液数滴を加え、0.01mol/L チオ硫酸ナトリウム標準溶液で滴定する。溶液が 30 秒間無色を保つ点を終点とする。

④ 計算

0.01mol/L チオ硫酸ナトリウム標準溶液 1ml は、ヨウ素 0.2115mg 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。

$$\text{ヨウ素含量 (mg/100g)} = T \times 0.2115 \times F \times \frac{V}{P} \times W^{-1} \times 100$$

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

F：0.01mol/L チオ硫酸ナト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) 灰化時間については、予めデータを確認して設定する。

2) JIS 5種A 又は同等品のろ紙を用いる。

(2) ガスクロマトグラフ法^{注1)}

① 機器

・ガスクロマトグラフ：μ-ECD 検出器付き

② 試薬

・硫酸溶液：水 1 容に硫酸（原子吸光分析用）1 容を加える。

・水酸化ナトリウム、エタノール、メチルエチルケトン：特級

・ヘキサン：残留農薬分析用

・200ppm 亜硝酸ナトリウム溶液：亜硝酸ナトリウム（特級）を希釈して用いる。

・ヨウ素標準溶液：ヨウ化カリウム 130.8mg を正確に量り、水に溶かして正確に 100ml としたものを標準原液とし、水で希釈して用いる。標準原液 1ml 中にヨウ素 1mg を含む。

③ 試験溶液の調製

(1), ②と同様に調製する。

④ 測定

試験溶液最大 10ml を正確に共栓付き試験管に量りとり、硫酸溶液 0.7ml、メチルエチルケトン 0.5ml 及び 200ppm 亜硝酸ナトリウム溶液 0.5ml を加え混和し、20 分間放置後、ヘキサン 20ml

を正確に加え、5分間振とうする。ヘキサン層 2 μ l を ECD—ガスクロマトグラフに注入する。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。

⑤ ガスクロマトグラフ測定条件²⁾

検出器： μ -ECD

カラム：20%DEGS+1%リン酸/Chromosorb WAW 60~80mesh

ガラス管，3mm \times 1.5m

温度：試料注入口 250 $^{\circ}$ C，カラム 120 $^{\circ}$ C，検出器 250 $^{\circ}$ C

⑥ 計算

ヨウ素含量 (mg/100g) = $C/2 \times 20 \times V \times P^{-1} \times W^{-1} \times 10^{-1}$

C：検量線から求めたヨウ素含量(ng)

V：最終液量 (ml)

P：分取量 (ml)

W：試料採取量 (g)

[注]

1) ヨウ素をヨードケトン誘導体 (3-モノヨード-2-ブタノン) とし、ECD 検出器付きガスクロマトグラフで測定する。ヨウ素含量の少ない場合に適用できる。

[参考文献]

1) 山野辺秀男ら：東京衛研年報，31-1，137 (1980)

~~2) 装置の感度を考慮し、予めデータを確認した後、ヘキサン抽出量、注入量及び測定条件を変更してもよい。~~

(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。

② 試薬

TMAH：25%テトラメチルアンモニウムハイドロオキシド(超高純度試薬)^{注2)}

0.5%TMAH 溶液：TMAH を水で希釈して用いる。

ヨウ素標準溶液：ヨウ化カリウム 130.8mg を正確に量り、水に溶かして正確に 100ml としたものを標準原液とし、そこから分取し、TMAH を加え、TMAH 0.5%，ヨウ素 0.2，0.5，1.0，5.0 ppb 濃度になるように水で希釈したものを各検量線用標準溶液とする^{注3)}。

③ 試験溶液の調製

試料 0.5~3 g をプラスチック容器に採り、0.5 %TMAH 溶液 50 ml を加え、蓋をしてよく混和し、60 $^{\circ}$ C で 1 夜放置する。放冷後、3000 回転で 10 分間遠心分離した後、上澄液を 10 ml をとり試験溶液とする^{注4)}。

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5)}。

⑤ 計算

$$\text{ヨウ素含量 } (\mu\text{g}/100\text{g}) = A \times V \times P \times W^{-1} \times 10^{-1}$$

A：検量線から求めたヨウ素の濃度 (ng/ml)

V：最終液量 (ml)

P：希釈率

W：試料採取量 (g)

[注]

1) K.Tagami et al, *Analyt. Chemi. Acta* 570(2006),88-92。

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、濃度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。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) 目的物質の濃度によって定容量を変更してもよい。

5) 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。

20 リン

(1) バナドモリブデン酸吸光光度法

① 試薬

・発色試薬：メタバナジン酸アンモニウム 1.12g を水 200～300ml に溶かし、硝酸 250ml を加える。この液にモリブデン酸アンモニウム 27.0g を水に溶かしたものを攪拌しながら加え、水で 1L とする。褐色瓶に保存する。

・フェノールフタレイン指示薬：1%エタノール溶液。

・硝酸、硫酸、過塩素酸：特級

・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：塩酸を水で希釈して用いる。

・0.5%アンモニア水、6%硝酸：特級試薬を水で希釈して用いる。

・リン標準溶液：市販の金属分析用標準溶液を水で希釈して用いる。

② 試験溶液の調製

a. 乾式灰化法

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。残さがあれば、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)}。

b. 湿式灰化法

試料 1~10g^{注2)} 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、硝酸 10ml 及び硫酸 5ml を加え、再び加熱する。内容液が褐色~黒色となったら硝酸 2ml を加える。内容液が無色~淡黄色となったら、過塩素酸 2ml を加え再び硫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、硫酸の白煙が生じるまで再び加熱する。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8)}。

③ 測定

試験溶液の適当量を正確に 100ml 容メスフラスコに分取し、フェノールフタレイン指示薬を数滴加え、2%アンモニア水を微紅色を呈するまで加えた後、6%硝酸で中和する。水で全量を約 70ml とし、発色試薬 20ml を加え、水で 100ml とする。混和し 30 分間放置した後、波長 410nm 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、試験溶液中の含量を求め、試料中の含量を算出する。

④ 計算

$$\text{リン含量 (mg/100g)} = C \times \frac{V}{P} \times W^{-1} \times 100$$

C : 検量線から求めたリン含量 (mg)

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) 目的物質の濃度によって定容量を変更してもよい。

(2) モリブデンブルー吸光光度法

① 試薬

- ・p-ニトロフェノール指示薬：0.1% エタノール溶液。
- ・発色試薬：モリブデン酸アンモニウム 6g 及び酒石酸アンチモニルカリウム 0.24g を加え、これに硫酸溶液（水 1 容に硫酸 2 容を加えたもの）120ml を加え、次いでスルファミン酸アンモニウム 5g を溶かして水で 500ml とする。
- ・1% アスコルビン酸溶液：L-アスコルビン酸（特級）1g を水に溶かして 100ml とする。
- ・塩酸、アンモニア水：特級

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 50ml 容メスフラスコに分取し, p-ニトロフェノール指示薬を数滴加え, 0.5%アンモニア水をわずかに黄色を呈するまで加えた後, 水で全量を約 40ml とする。発色試薬 5ml 及び 1%アスコルビン酸溶液 5ml を加え, 水で 50ml とし, 15 分間放置した後, 波長 880nm 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試験溶液中の含量を求め, 試料中の含量を算出する。

④ 計算

(1), ④と同様に計算する。

(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

リン標準溶液:市販の金属分析用標準溶液を 1%塩酸で希釈して, 検量線作成用の 10, 100ppm 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 213.618nm^{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

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

A : 検量線から求めたリンの濃度($\mu\text{g/ml}$)

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。

21 ナイアシン（ナイアシン当量として）

ナイアシンはニコチン酸及びニコチン酸アミドを総称する名称である。なお、肝臓において重量比でトリプトファン 60 からナイアシン 1 を合成できるため、ニコチン酸とニコチン酸アミドの合計量に 1/60 トリプトファン量を加えたものをナイアシン当量とする。

<ニコチン酸及びニコチン酸アミドの定量>

高速液体クロマトグラフ法は、食品中にニコチン酸又はニコチン酸アミドが 100g 当たり 1mg 以上は含まれていて、さらにその存在形態が明らかの場合に適用できる。一般的な食品においては、ニコチン酸及びニコチン酸アミドを分別して定量する必要はなく、感度及び特異性に優れた微生物定量法が汎用されている。

(1) 高速液体クロマトグラフ法

① 機器，試薬

- ・高速液体クロマトグラフ（HPLC）：紫外分光光度計付き
- ・カラム：逆相型
- ・ニコチン酸標準溶液：国立衛生試験所標準品 日本薬局方標準品 を水に溶かして、2、5、10 及び 20 $\mu\text{g/ml}$ 溶液を調製する^{注1)}。
- ・ニコチン酸アミド標準溶液：国立衛生試験所標準品 日本薬局方標準品 を水に溶かして、2、5、10 及び 20 $\mu\text{g/ml}$ 溶液を調製する^{注1)}。

② 試験溶液の調製

試料の適量の水で振とうあるいはホモジナイズ抽出する。得られた抽出液をろ過し、一定容とする。し、約 10 $\mu\text{g/ml}$ ニコチン酸及びニコチン酸アミドの濃度が検量線の範囲内になるように適宜水で希釈し、の試験溶液とする。

③ 測定

試験溶液の一定量を高速液体クロマトグラフに注入し、ニコチン酸又はニコチン酸アミドのピーク面積または高さを測定し、あらかじめ同量の標準溶液を注入して得られた検量線を用いて試験溶液中の濃度を求め、試料中のニコチン酸又はニコチン酸アミド含量を算出する。

④ 高速液体クロマトグラフ操作条件例

1) ニコチン酸

カラム：内径 4.6mm，長さ 150mm，ステンレス製^{注2)}
移動相：3mmol/L テトラブチルアンモニウムブロマイド含有
5mmol/L 酢酸ナトリウム (pH5.0)：メタノール (9：1V/V)
測定波長：260nm
流量：1.5ml/分
注入量：20 μl

2) ニコチン酸アミド

カラム：内径 4.6mm, 長さ 150mm, ステンレス製^{注2)}

移動相：10mmol/L オクタンスルホン酸ナトリウム含有

20mmol/L 酢酸ナトリウム (pH3.5) : メタノール (98 : 2V/V)

測定波長：260nm

流量：1.2ml/分

注入量：20 μ l

[注]

- 1) 予めデータを確認し、検量線の直線性が得られる範囲で標準溶液濃度を変更することができる。
- 2) Inertsil ODS-2 (ジーエルサイエンス製) 又は同等品を用いる。

(2) ナイアシン定量用基礎培地法

① 機器, 試薬

・分光光度計

・ナイアシン標準溶液：ニコチン酸 (国立衛生試験所標準品日本薬局方標準品) 100mg を水に溶かし、希釈して正確に100mlとする。更に、希釈して50ng/mlとなるようにする。

・使用菌株：Lactobacillus plantarum (ATCC 8014)

・ナイアシン測定用培地 (1L 中, pH6.8 \pm 0.1)

カザミノ酸	14g
L-シスチン	400mg
DL-トリプトファン	200mg
アデニン硫酸塩	20mg
グアニン塩酸塩	20mg
ウラシル	20mg
リポフラビン	400 μ g
チアミン塩酸塩	200 μ g
ビオチン	0.8 μ g
p-アミノ安息香酸	200 μ g
パントテン酸カルシウム	400 μ g
ピリドキシン塩酸塩	800 μ g
リン酸水素二カリウム	1g
リン酸二水素カリウム	1g
硫酸マグネシウム	400mg
硫酸第一鉄	20mg
硫酸マンガン	20mg
酢酸ナトリウム	20g
グルコース	40g