

牛乳・ヨーグルト中の Na, K, Ca 定量

目的

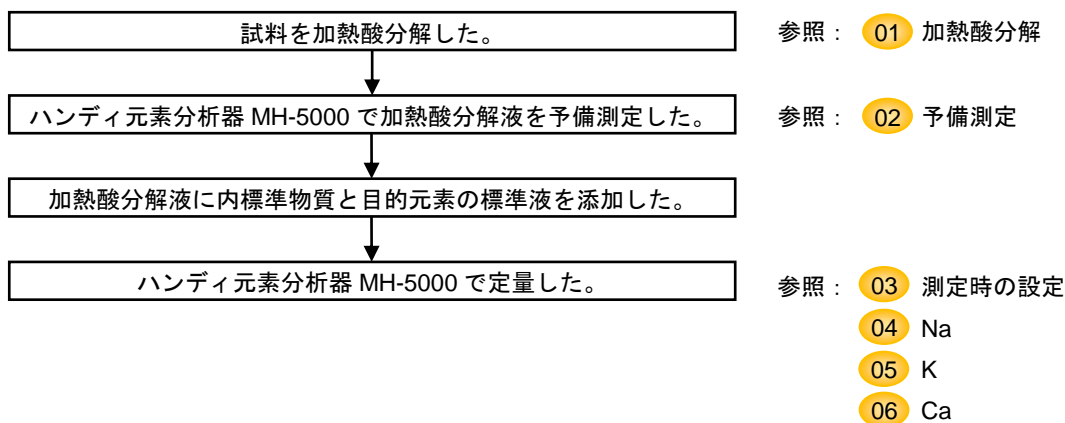
ハンディ元素分析器 MH-5000 を用いて、牛乳・ヨーグルトを分析します。対象元素は、Na, K, Ca です。

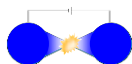
分析

下記の 5 種類の試料を使用しました。

No.	試料名	種類別名称	原材料名
1	牛乳	牛乳	生乳 100%
2	Ca, Fe 強化の乳飲料	乳飲料	乳製品、ミルクカルシウム、乳清ミネラル、セルロース、ピロリン酸鉄、乳化剤、ビタミン D、葉酸
3	プレーンヨーグルト（全脂）	はっ酵乳	生乳、乳製品
4	プレーンヨーグルト（脱脂）	はっ酵乳	乳製品、乳たんぱく質
5	加糖ヨーグルト	はっ酵乳	生乳、乳製品、砂糖、甘味料（ステビア）

<分析の流れ>

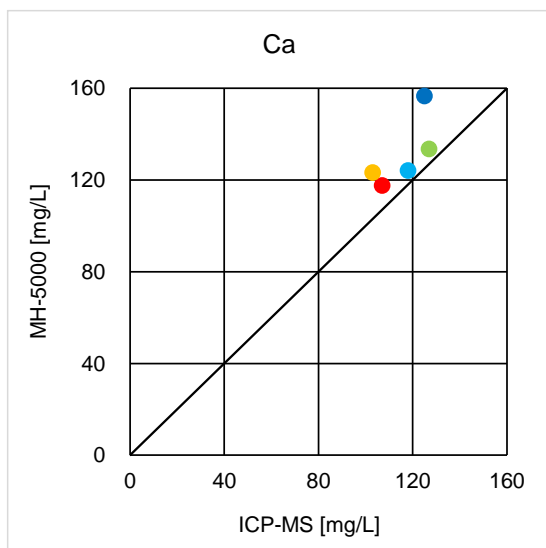
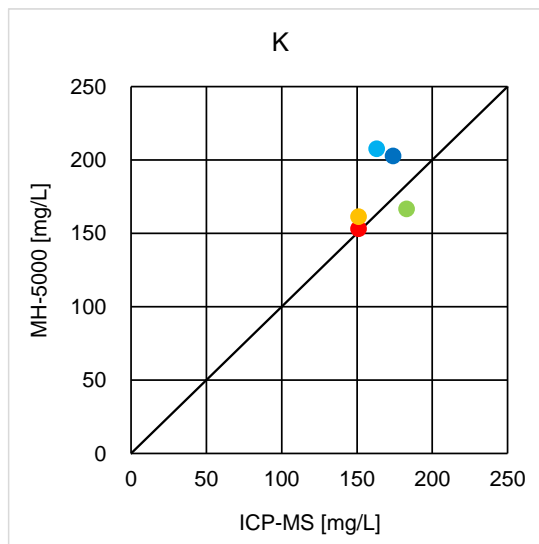
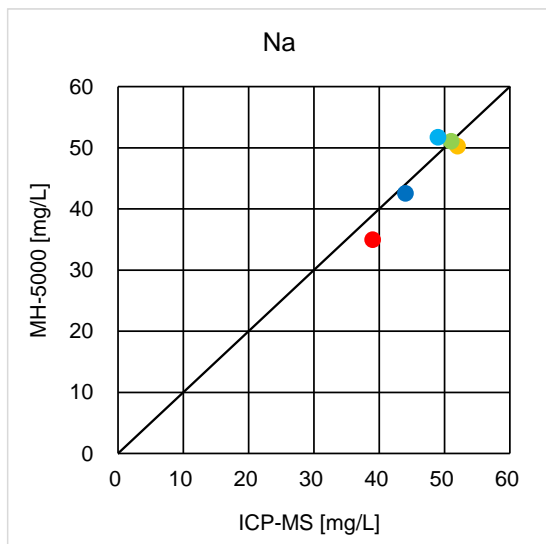




結果

測定結果の妥当性を確認するため、ICP-MS で測定した値と比較しました。

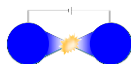
試料 No. ● 1 ● 2 ● 3 ● 4 ● 5



注記：加熱酸分解後に定容した液中の Na, K, Ca 濃度です。試料 100 g あたりの含有量ではありません。

詳細は、各項を参照してください。

- 04 Na
- 05 K
- 06 Ca ●



01

加熱酸分解

加熱酸分解に使用した試薬、装置、器具および、加熱酸分解の手順は下記のとおりです。

試薬：以下の2種類の試薬を使用します。

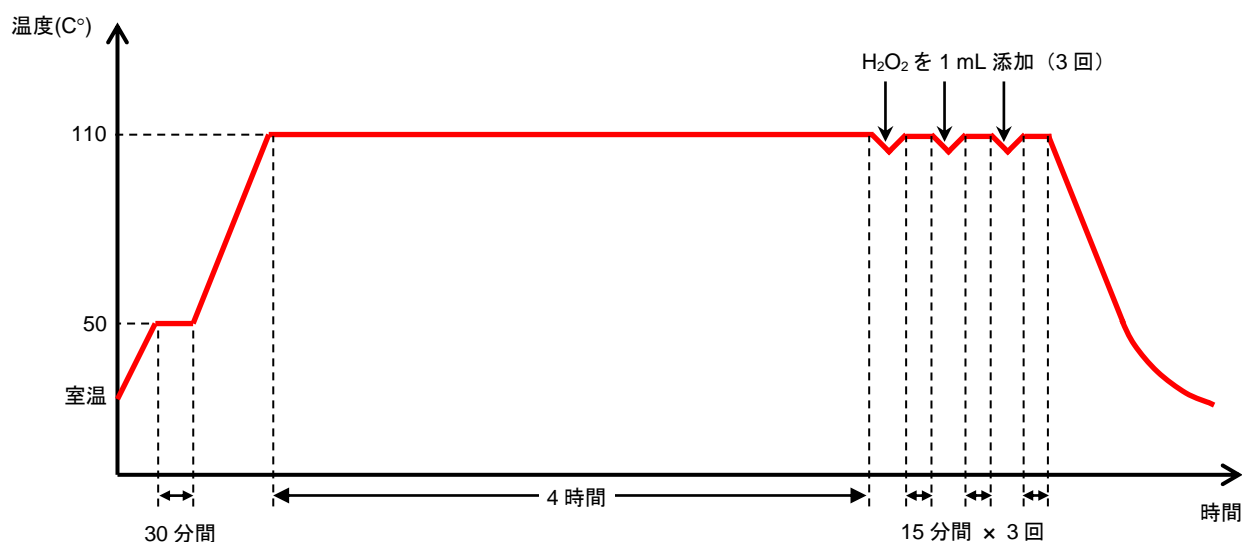
製品名	規格	純度	メーカー
硝酸 1.38	原子吸光分析用	60 - 61% (T)	関東化学
過酸化水素	原子吸光分析用	35.0 - 35.5% (T)	関東化学

装置：電子天秤、ヒートブロック (*Digi PREP CUBE*)

器具：PP製分解チューブ (*Digi TUBEs 65 mL*)、樹脂製時計皿、10 mL メスシリンダー、20 mL メスフラスコ、ビーカー、ピストン式ピペット

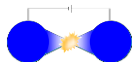
手順：

- 1) 試料約 2 g をチューブにはかりとります。
- 2) 硝酸 10 mL を 1) に添加します。
- 3) チューブをヒートブロックにセットします。樹脂製時計皿を載せます。
- 4) 設定温度 50°C で 30 分間加熱します。
- 5) 設定温度 110°C で 4 時間加熱します。
- 6) ヒートブロックから出して、過酸化水素を 1 mL 添加します。
- 7) 発泡が穏やかになったら、ヒートブロックにセットし、設定温度 110°C で 15 分間加熱します。
- 8) 上記 6), 7) を 3 回繰り返します。
- 9) 放冷後、水を添加して 20 mL に定容します。



定容後の液は、約 5 mol/L HNO₃ 溶媒です。

注記：以後、加熱酸分解後 20 mL に定容した液を「酸分解液」と略記します。 ●



02

予備測定

酸分解液を予備測定しました。

測定液： 試料の酸分解液 (Sample)

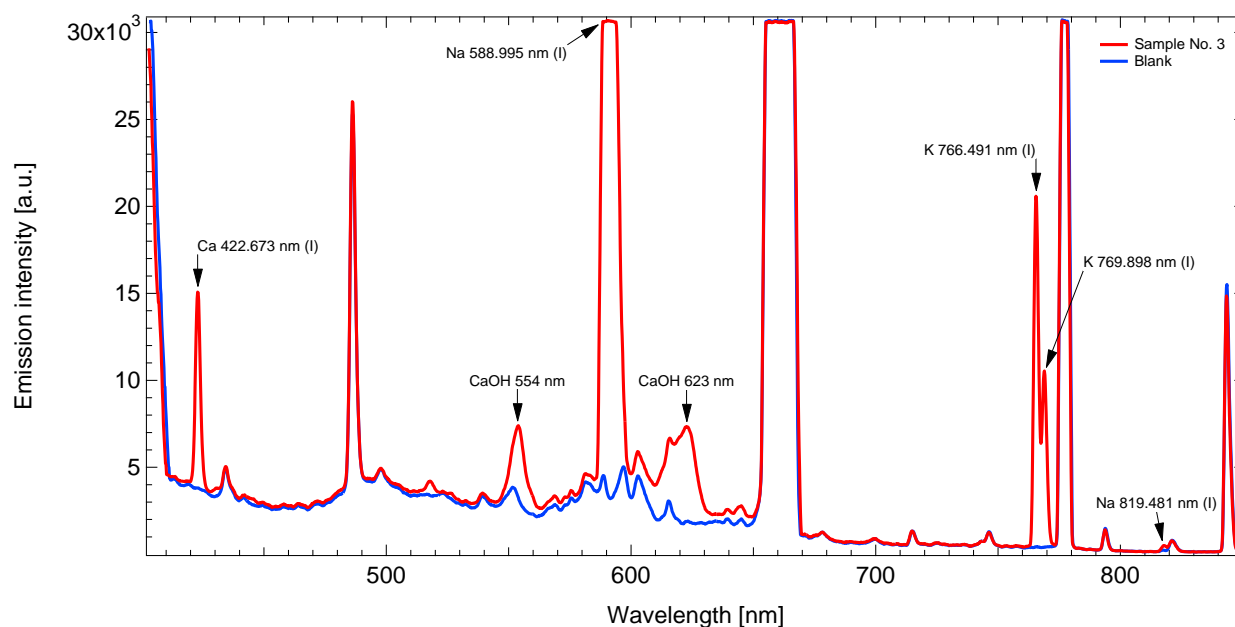
比較として、試料の代わりに水を加熱酸分解した液 (Blank)

測定容器： 石英製測定容器 LepiCuvette-C

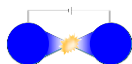
測定装置： MH-5000 モデル s2086

測定条件： 700 V、(ON: 2 ms / OFF: 80 ms) × 25 パルス

スペクトル： どの試料でもほぼ同じなので、3 プレーンヨーグルト (全脂) のみ示します。



Na, K, Ca の輝線が見えました。 ●



03

測定時の設定

測定条件

テスト測定時の目的元素の発光強度に応じて、測定液に含まれる酸分解液の比率を決めました。測定液中の目的元素の発光強度および測定液の酸濃度に応じて、測定条件を決めました。

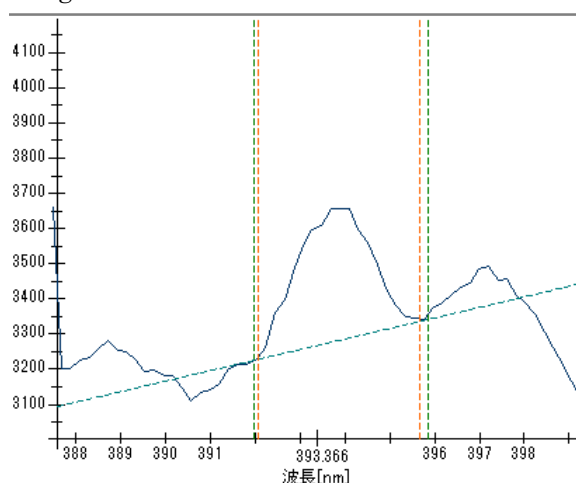
目的元素	内標準元素	モデル	酸分解液の比率	測定条件
Na 588.995 nm (I)	Rb 794.760 nm (I)	s2086	2 v/v%	900 V, (ON: 2 ms / OFF: 40 ms) × 20 パルス
K 766.491 nm (I)	Rb 794.760 nm (I)	s2086	2 v/v%	900 V, (ON: 2 ms / OFF: 40 ms) × 40 パルス
Ca 393.366 nm (II)	Sr 407.771 nm (II)	s2086	20 v/v%	700 V, (ON: 2 ms / OFF: 60 ms) × 25 パルス

以下、測定専用アプリ LepiSuite LEP_Analyzer 上の機能で、定量に際して特に重要な 2 点を説明します。

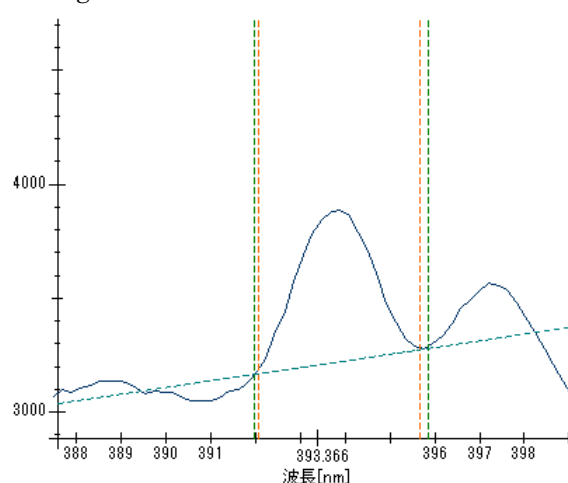
ベース補正

発光強度を算出する際のベースを補正します。測定後に複数の濃度で確認して、適切に調整します。

例： 0 mg/L Ca 添加

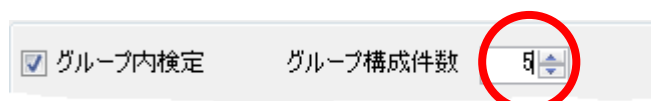


21 mg/L Ca 添加

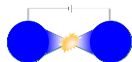


測定回数と後処理

以下のように、LepiSuite LEP_Analyzer の後処理設定で、5 回の測定を 1 グループとして扱うよう指定し、3 グループ分の 15 回の繰り返し測定を行いました。



3 グループ (n = 3) の平均値、標準偏差を求め、得られた検量線から、目的元素の濃度を算出しました。



04

Na

測定液に含まれる加熱酸分解液の割合は 2 v/v% です。共存元素の影響を受けるため、標準添加法により定量しました。内標準として Rb を使用しました。

<測定条件>

測定液： 加熱酸分解液 2 v/v%、標準添加 0~1.2 mg/L Na、内標準として 250 mg/L Rb

装置： MH-5000 モデル s2086

測定容器： 石英製 LepiCuve-C

測定条件： 900 V, (ON: 2 ms / OFF: 40 ms) × 20 パルス

目的元素輝線： Na 588.995 nm (I)

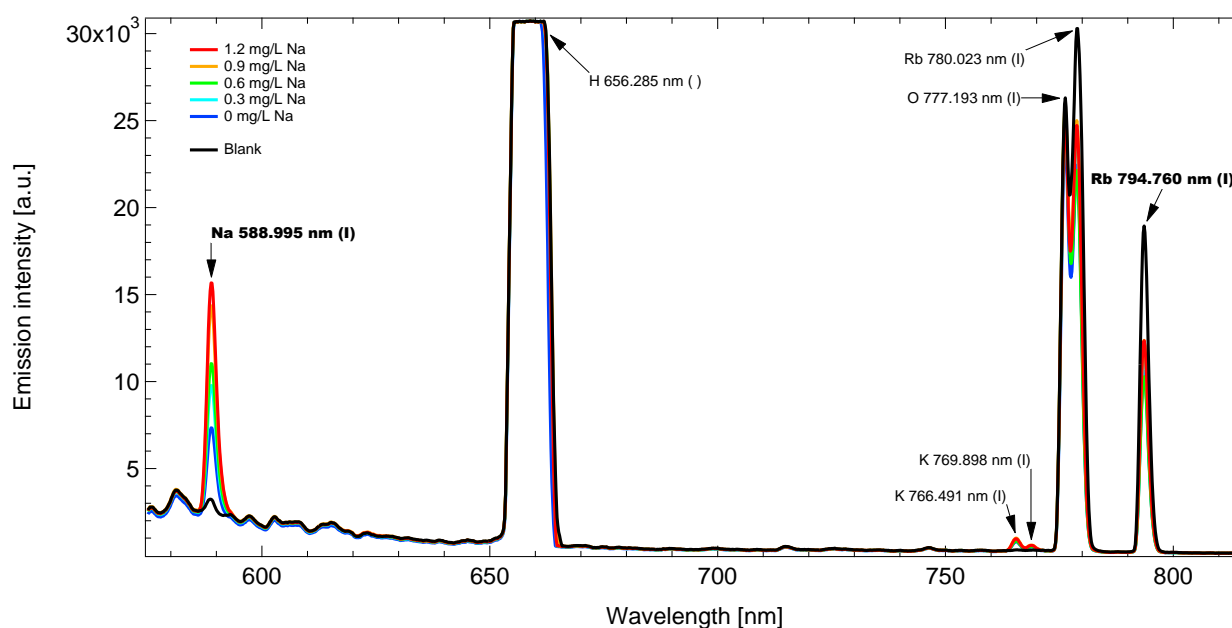
内標準元素輝線： Rb 794.760 nm (I)

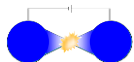
<測定結果>

No.	試料名	MH-5000 mg/L	ICP-MS mg/L	ICP-MS に対する百分率 %
1	牛乳	35	39	90
2	Ca, Fe 強化の乳飲料	50	52	97
3	プレーンヨーグルト (全脂)	51	51	100
4	プレーンヨーグルト (脱脂)	52	49	106
5	加糖ヨーグルト	43	44	97

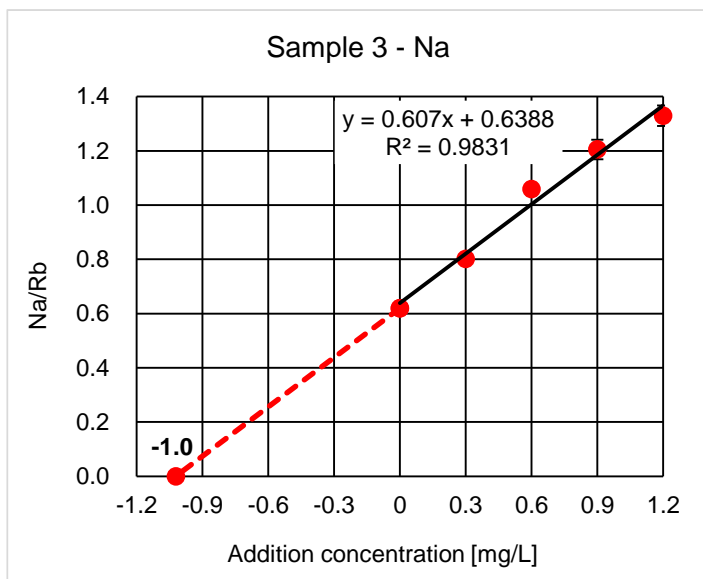
スペクトルと検量線は、どの試料でもほぼ同じなので、3 プレーンヨーグルト (全脂) のみ示します。

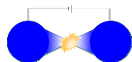
<スペクトル>





<検量線>





05

K

測定液に含まれる加熱酸分解液の割合は 2 v/v% です。共存元素の影響を受けるため、標準添加法により定量しました。内標準として Rb を使用しました。

<測定条件>

測定液： 加熱酸分解液 2 v/v%、標準添加 0~4 mg/L K、内標準として 15 mg/L Rb

装置： MH-5000 モデル s2086

測定容器： 石英製 LepiCuve-C

測定条件： 900 V, (ON: 2 ms / OFF: 40 ms) × 40 パルス

目的元素輝線： K 766.491 nm (I)

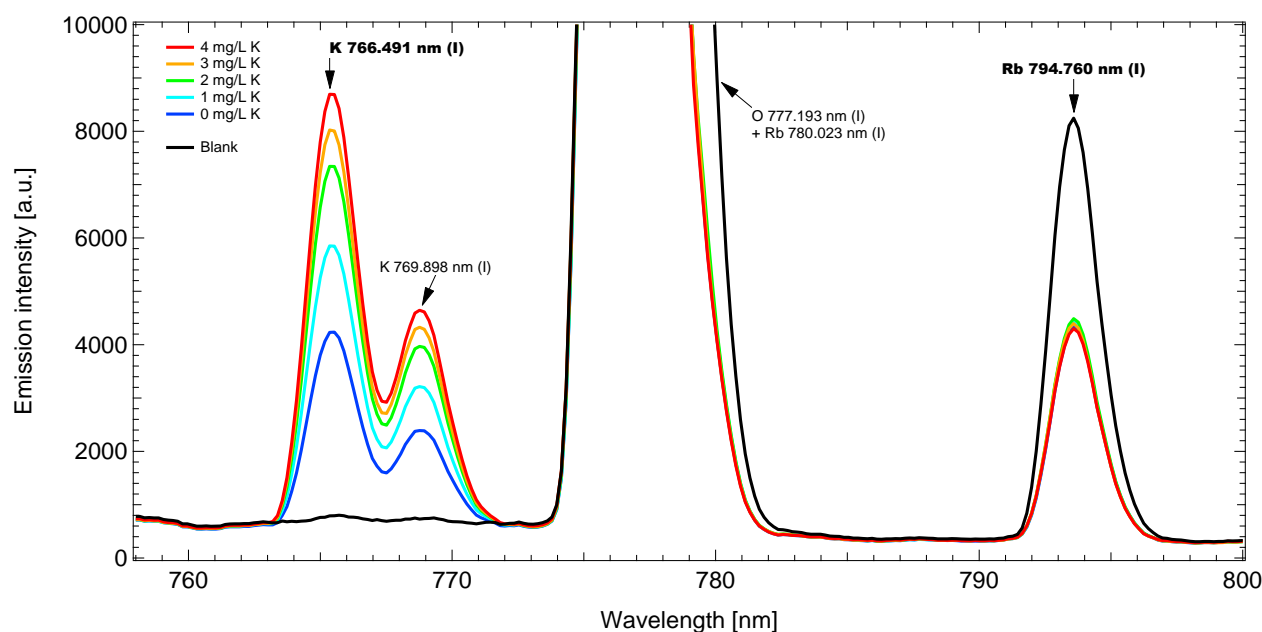
内標準元素輝線： Rb 794.760 nm (I)

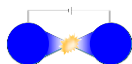
<測定結果>

No.	試料名	MH-5000 mg/L	ICP-MS mg/L	ICP-MS に対する百分率 %
1	牛乳	153	151	101
2	Ca, Fe 強化の乳飲料	161	151	107
3	プレーンヨーグルト (全脂)	167	183	91
4	プレーンヨーグルト (脱脂)	208	163	127
5	加糖ヨーグルト	203	174	117

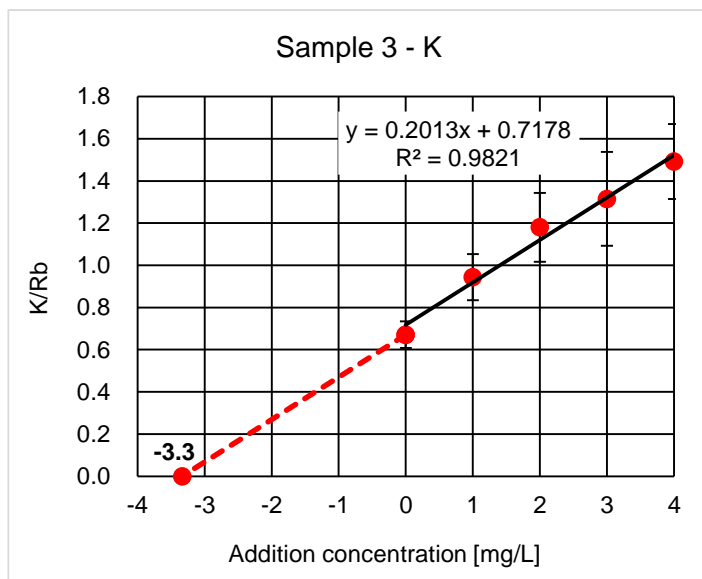
スペクトルと検量線は、どの試料でもほぼ同じなので、3 プレーンヨーグルト (全脂) のみ示します。

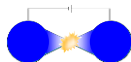
<スペクトル>





<検量線>





06

Ca

測定液に含まれる加熱酸分解液の割合は 20 v/v% です。共存元素の影響を受けるため、標準添加法により定量しました。内標準として Sr を使用しました。

<測定条件>

測定液： 加熱酸分解液 20 v/v%、標準添加 0~28 mg/L Ca、内標準として 40 mg/L Sr

装置： MH-5000 モデル s2086

測定容器： 石英製 LepiCuve-C

測定条件： 700 V, (ON: 2 ms / OFF: 60 ms) × 25 パルス

目的元素輝線： Ca 393.366 nm (II)

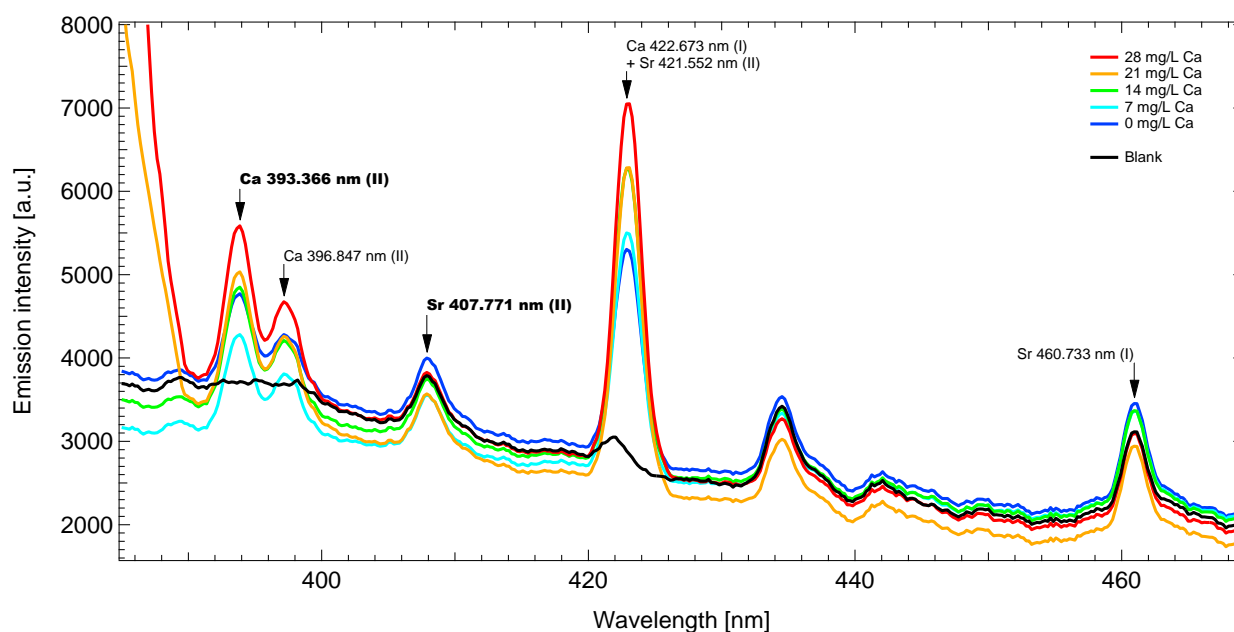
内標準元素輝線： Sr 407.771 nm (II)

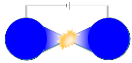
<測定結果>

No.	試料名	MH-5000 mg/L	ICP-MS mg/L	ICP-MS に対する百分率 %
1	牛乳	118	107	110
2	Ca, Fe 強化の乳飲料	123	103	120
3	プレーンヨーグルト (全脂)	134	127	105
4	プレーンヨーグルト (脱脂)	124	118	105
5	加糖ヨーグルト	157	125	125

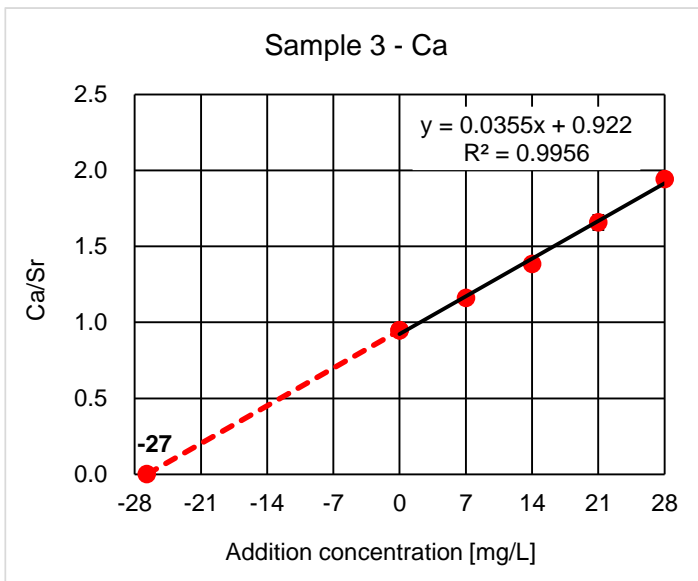
スペクトルと検量線は、どの試料でもほぼ同じなので、3 プレーンヨーグルト (全脂) のみ示します。

<スペクトル>





<検量線>



MICRO EMISSION
株式会社マイクロエミッション
〒923-1211 石川県能美市旭台 2-13 いしかわクリエイトラボ
TEL 050-5236-1111 Mail sales@microem.co.jp <http://www.microem.co.jp/>