

101 マグネシウム塩類

Magnesium Salts

塩化マグネシウム Magnesium Chloride $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$: 203.30	酸化マグネシウム Magnesium Oxide MgO : 40.30
炭酸マグネシウム Magnesium Carbonate	硫酸マグネシウム(結晶) Magnesium Sulfate (crystal) $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$: 246.48
	硫酸マグネシウム(乾燥) Magnesium Sulfate (dry) $\text{MgSO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$: 174.41

1. 試験法の概要

食品中のマグネシウム塩類は、原子吸光法によりマグネシウムとして定量する。必要があれば分子量比を乗じてそれぞれのマグネシウム塩類の量として求める。食品中には天然のマグネシウムが広く分布している。したがって、定量値は食品由来のマグネシウムと添加されたものとの合計値である。

2. 試験法 (原子吸光法)

(1) 検体の採取と試料の調製

一般試料採取法を準用する。

(2) 試料液の調製

試料約 2g を精密に量り、250~300ml の分解フラスコ¹⁾に入れ、硝酸 20ml を加えて穏やかに加熱する²⁾。最初の激しい反応が弱まるにつれ、加熱を強めて均一な黄色液体となるまで加熱する。次に過塩素酸 5ml を加えて穏やかに加熱して³⁾、二酸化窒素の発生が終わり、発泡が激しく、液が濃褐色になったとき、加熱を止め、硝酸約 2ml をきわめて静かに加えて再び加熱する⁴⁾。液が濃褐色を呈したならば、以下同様に硝酸の添加と加熱とを繰り返す⁵⁾、過塩素酸の白煙が生じて液がほとんど無色になったとき、加熱を止める。冷後、少量の水を用いて定量的に磁製蒸発皿⁶⁾に移し、これをホットプレート上で蒸発乾固する⁷⁾。残留物に塩酸 (1 → 4) 10ml を加え、加温してかき混ぜ、100ml のメスフラスコに移し、水を加えて正確に 100ml

とする。この液 1ml を正確に量り、塩酸 (1 → 40) を加えて正確に 50ml とし、試料液とする。

(3) 検量線用標準液の調製

塩化マグネシウム 8.363g を正確に量り、塩酸 (1 → 4) 100ml を加えて溶かし、水を加えて正確に 1,000ml とする⁸⁾。この液 1ml を正確に量り、塩酸 (1 → 40) を加えて正確に 200ml とし、標準液とする (この液 1ml は、マグネシウム 5 μ g を含む)。

標準液 0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0ml 及び 3.0ml をそれぞれ正確に量り、50ml のメスフラスコに入れ、それぞれに塩酸 (1 → 40) を加えて正確に 50ml とし、検量線用標準液とする (これらの液 1ml は、それぞれマグネシウム 0, 0.05, 0.10, 0.15, 0.20 μ g 及び 0.30 μ g を含む)。

(4) 空試料液の調製

水 2ml を用い(2)と同様に操作し、空試料液とする。

(5) 測定法

① 測定条件

原子吸光光度計を用い、次の条件によって測定する。

光源：マグネシウム中空陰極ランプ

燃料ガス：アセチレン-空気フレーム (アセチレン 2.0~2.5L/分, 空気 14L/分)

測定波長：285.2nm

② 検量線

検量線用標準液それぞれにつき原子吸光度を測定し、波高から検量線を作成する。

③ 定量

試料液及び空試料液につき、原子吸光度を測定する。両者の吸光度の差を求め、その値と検量線から試料液中のマグネシウム濃度 (μ g/ml) を求め、次式によって検体中の含量 (%) を計算する。

$$\text{マグネシウム含量 (\%)} = \frac{C}{2 \times W}$$

C：試料液中のマグネシウム濃度 (μ g/ml)

W：試料の採取量 (g)

塩化マグネシウム含量 (%) = マグネシウム含量 (%) \times 8.365

酸化マグネシウム含量 (%) = マグネシウム含量 (%) \times 1.658

硫酸マグネシウム (結晶) 含量 (%) = マグネシウム含量 (%) \times 10.14

硫酸マグネシウム (乾燥) 含量 (%) = マグネシウム含量 (%) \times 7.176

試 薬

1. 塩酸：市販の有害金属用を用いる。
2. 過塩素酸：市販の有害金属用を用いる。
3. 硝酸：市販の有害金属用を用いる。

[注]

- 1) 試験に用いるガラス器具は、すべて使用前に硝酸（1→3）で十分洗うか、又はこの硝酸に一夜つけておく。
- 2) 必要があれば、少量の水を加える。
- 3) 過塩素酸添加後の加熱が強すぎるとマグネシウムの損失があるので、静かに沸騰させる。
- 4) 硝酸を加えずに加熱を続けると爆発することがあるので十分注意する。
- 5) クッキーのような脂肪含有食品では、この操作を2~3回必要とする。その他の食品では硝酸の追加はほとんど必要としない。
- 6) 使用する前に塩酸（1→2）で煮沸洗浄しておく。
- 7) 過塩素酸除去の操作は省略しても差し支えない。その場合、反応液中の硝酸を完全に除くため、次の操作を行う。無色になった液を放冷した後、水約30mlを加えて熱し、過塩素酸の白煙が生じてから更に20~30分間加熱を続ける。
- 8) この液1mlは、マグネシウム1mgを含む。この濃度の標準液は市販されている。