

(別添)

ケイ酸マグネシウム
Magnesium Silicate

1. 試験法の概要

油脂中のケイ酸マグネシウムは、原子吸光法によりマグネシウムとして定量し、分子量比を乗じてケイ酸マグネシウムの量として求める。油脂中には天然のマグネシウムが分布している。したがって、定量値は油脂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¹⁾

試料 5.0g を量り、灰化容器に入れる²⁾。これを熱板上で加熱し³⁾、着火して⁴⁾炭化させる。ろつぼにふた⁵⁾をし、電気マッフル炉に入れて室温から 30 分間に約 500°C の速度で昇温させ、500°C に達したら 5 時間保持して灰化させる⁶⁾。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°C 以下に下がったら、灰化容器を取り出す。黒色の炭素粒が残っている場合は同じ条件で再灰化を行う⁶⁾。放冷後、20%塩酸 5mL を加えて灰を溶解させ、熱板上で加熱して、蒸発乾固させる。20%塩酸 3mL を加えて 60°C の水浴中で加温しながら残留物を溶かし、100mL のメスフラスコに移す⁷⁾。灰化容器内を 20%塩酸 1mL で洗浄し、洗液はメスフラスコに合わせる⁷⁾。容器に 20%塩酸 1mL を加えて同様の操作を繰り返す⁸⁾。水を用いて正確に 100mL とし、試料液とする。

(3) 検量線用標準液の調製¹⁾

マグネシウム標準原液 1mL を正確に量り、1%塩酸を加えて正確に 100mL とし、標準液とする（この液 1mL は、マグネシウム 10 μ g を含む）。

標準液を適宜 1%塩酸で希釈し、0.05~0.5 μ g/mL の検量線用標準液とする⁹⁾。

(4) 空試料液の調製

水 5mL 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¹⁰⁾

原子吸光度計を用い, 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測定液の調製¹¹⁾

検量線用標準液, 試料液及び空試料液それぞれに, ストロンチウム濃度が 0.5w/v%となるようにストロンチウム溶液を一定量混合したものを測定液とする.

③検量線

検量線用標準液の測定液それぞれにつき吸光度を測定し, 検量線を作成する.

④定量¹²⁾

試料液及び空試料液の測定液につき吸光度を測定する. 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 ($\mu\text{g/mL}$) を求め, 次式によって試料中のマグネシウム含量 ($\mu\text{g/g}$) を計算する.

$$\text{マグネシウム含量 } (\mu\text{g/g}) = C \times 100 / W$$

C: 試料液中のマグネシウム濃度 ($\mu\text{g/mL}$)

W: 試料の採取量(g)

$$\text{ケイ酸マグネシウム含量 } (\mu\text{g/g}) = \text{マグネシウム含量 } (\mu\text{g/g}) \times 8^{13)}$$

試薬

- 20%塩酸: 市販の精密分析用を用いる.
- 1%塩酸: 20%塩酸を水で 20 倍に希釈する.
- マグネシウム標準原液¹⁴⁾: 市販の原子吸光分析用標準液 (Mg:1000mg/L) 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 $10 \pm 0.1\text{w/v}\%$ のもの)を用いる¹⁵⁾.

[注]

- 1) 試験に用いる器具類は, 使用前に 1%塩酸で十分洗うか, 又は 1%塩酸に一夜つけておき, 水で洗浄後, 乾燥させたものを用いる. 特にガラス器具は, 高濃度のコンタミネーションがあるため注意する.
- 2) ふた付きの磁製るつぼが適当である.

- 3) ホットプレートや電熱器等 500°C程度まで加熱できるものを用いる。ただし、試料温度が 500°Cを越えないよう注意する。
- 4) 油脂が引火点付近まで十分加熱され、蒸発が激しくなった時点で着火する。着火操作は、マグネシウムの蒸発を抑えるため、電子ライター等、極力低温の炎を用いて、短時間で行う。
- 5) 灰化時の試料の飛散を防ぐ。るつぼ用のふたの代わりに時計皿等を用いてもよい。
- 6) 試料に応じ、灰化を十分にするために昇温速度、灰化時間は変更してもよい。ただし、マグネシウムの蒸発を防ぐため、500°C以下で灰化を行う。
- 7) 不溶物が残っている場合は、原子吸光光度計のネブライザーが詰まるため、あらかじめ、1%塩酸を用いて数回洗浄し、マグネシウムの溶出が無いことを確認した JIS5 又は 6 種のろ紙を用い、メスフラスコにろ過する。あるいは、試料液の上澄液を測定液の調製に用いてもよい。
- 8) 試料液の塩酸濃度は 1%となる。
- 9) 3 濃度以上の検量線用標準液を調製する。また、検量線の範囲は、直線性が得られることを確認した上で、必要に応じて変更してもよい。
- 10) マグネシウム濃度が高すぎる場合は、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。又は、試料液を 1%塩酸で希釈した液を試料液とし、測定液を調製する。
- 11) マグネシウムは、試料液中にリン酸、硫酸あるいはケイ酸の化学干渉を受けると言われているため、干渉抑制剤としてストロンチウムを加える。
- 12) 本法の定量限界（信頼性をもって定量することのできる被分析物質の最小濃度）はマグネシウムとして $1\ \mu\text{g/g}$ とする。空試料液からは $0\sim 0.02\ \mu\text{g/mL}$ 程度（試料 $0\sim 0.4\ \mu\text{g/g}$ 程度相当）が検出される。各油脂等の分析 2 回の平均値は、コーン油、オリーブオイル、キャノーラ油、グレープシードオイル、紫蘇油、純製ラード、胡麻油、サラダ油(大豆油 60%、なたね油 40%)では定量限界未満であった。サラダ油にマグネシウム標準液を $1\ \mu\text{g/g}$ 相当量添加した場合の回収率は 91.0%（試行数 5）、また、 $10\ \mu\text{g/g}$ 相当量添加した場合の回収率は 99.5%（試行数 11）であった。なお試験を実施する際にあつては当該製品のろ過前のマグネシウム濃度を確認の上、実施することが望ましい。
- 13) ケイ酸マグネシウムは、酸化マグネシウム ($\text{MgO} : 40.30$) と二酸化ケイ素 ($\text{SiO}_2 : 60.08$) のモル比が約 2 : 5 の合成化合物であると定義されている。マグネシウムの原子量は、24.30 であるため、分子量比 $= (40.30 \times 2 + 60.08 \times 5) / (24.30 \times 2) \approx 8$ を乗じる。
- 14) 塩化マグネシウム六水和物 8.363g を正確に量り、1%塩酸 100mL を加えて溶かし、水を加えて正確に 1000mL としたもの(この液 1mL はマグネシウム $1000\ \mu\text{g}$ を含む)を用いてもよい。
- 15) 塩化ストロンチウム六水和物(原子吸光分析用)15.215g に 1%塩酸を加えて 100mL

としたものを用いてもよい(ストロンチウムとして 5w/v%).