

製造用剤

ケイ酸マグネシウム

Magnesium Silicate

1. 分析法の概要

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。(2010 設定、2019 年改正)

2. 分析法 (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) 試験溶液の調製¹⁾

試料約 5 g を精密に量り、灰化容器²⁾に入れる。これを熱板上で加熱し³⁾、着火して⁴⁾炭化させる。灰化容器にふた⁵⁾をし、電気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⁾。電気炉の電源を切り、扉を少し開けて温度を下げる。電気炉の炉内温度が約 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 5 mL を加えて残留物を溶解させ、熱板上で加熱して、蒸発乾固させる。20%塩酸 3 mL を加えて 60°C の水浴中で加温しながら残留物を溶かし、100 mL のメスフラスコに移す⁷⁾。灰化容器内を 20%塩酸 1 mL 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 1 mL を加えて同様の操作を繰り返す⁸⁾。水を用いて正確に 100 mL とし、試験溶液とする。

(3) 検量線用標準溶液の調製^{1,9)}

マグネシウム標準原液 1 mL を正確に量り、1%塩酸を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする (濃度 10 µg/mL)。標準溶液を適宜 1%塩酸で希釈し、0.05~0.5 µg/mL の検量線用標準溶液とする。

(4) 空試験溶液の調製

水 5 mL を用い、(2) 試験溶液の調製と同様に操作し、空試験溶液とする。

(5) 測定溶液の調製

検量線用標準溶液、試験溶液及び空試験溶液それぞれに、ストロンチウム濃度が 0.5 w/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溶液とする¹⁰⁾。

(6) 測定法

① 測定条件¹¹⁾

原子吸光度計を用い、次の条件によって測定する。

光源ランプ：マグネシウム中空陰極ランプ

分析線波長：285.2nm

可燃性ガス（流量）：アセチレン（2.0～2.5L/分）

支燃性ガス（流量）：空気（14L/分）

② 検量線¹²⁾

検量線用標準溶液の測定溶液それぞれにつき吸光度を測定し、得られた吸光度から検量線を作成する。

③ 定量^{13,14)}

試験溶液及び空試験溶液の測定溶液につき吸光度を測定する。得られた両者の吸光度の差を求め、その値と検量線から試験溶液中のマグネシウム濃度（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）を求め、次式によって検体中のマグネシウム含量（ g/kg ）を計算する。

$$\text{マグネシウム含量 (g/kg)} = \frac{C \times 100}{W \times 1000}$$

C：試験溶液中のマグネシウム濃度（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）

W：試料の採取量（g）

ケイ酸マグネシウム含量（ g/kg ）＝マグネシウム含量（ g/kg ） $\times 8$ ¹⁵⁾

④ 定量限界 マグネシウムとして 0.001 g/kg

試薬・試液

1. マグネシウム標準原液¹⁶⁾：市販の原子吸光分析に適した標準液（Mg:1000mg/L）を用いる。
2. 20%塩酸：市販の精密分析用を用いる。
3. 1%塩酸：20%塩酸を水で20倍に希釈する。
4. ストロンチウム溶液¹⁷⁾：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 0.1w/v%のもの）を用いる。

[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) ふた付きの磁製のつぼが適当である。

- 3) 熱板や電熱器等 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を超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。ろ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、原子吸光分析装置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 J I S 5 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、試験溶液の上清を測定溶液の調製に用いてもよい。
- 8) 試験溶液の塩酸濃度は 1%となる。
- 9) 3 濃度以上の検量線用標準溶液を調製する。また、検量線の範囲は、直線性が得られることを確認したうえで、必要に応じて変更してもよい。
- 10) マグネシウムは、試験溶液中にリン酸、硫酸あるいはケイ酸の化学干渉を受けるといわれているため、干渉抑制剤としてストロンチウムを加える。
- 11) マグネシウム濃度が高すぎる場合は、原子吸光分析装置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、試験溶液を 1%塩酸で希釈した液を試験溶液とし、測定液溶を調製する。
- 12) 必要に応じて、検量線用標準溶液の調製に用いた溶媒を分析し、溶媒由来の夾雑物のないことを確認する。
- 13) 空試験溶液からは 0~0.02 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 程度 (試料 0~0.4 $\mu\text{g}/\text{g}$ 程度相当) が検出される。
- 14) サラダ油にマグネシウム標準溶液を 0.001 g/kg 相当量添加した場合の回収率は 91.0% (試行数 5 回)、また、0.010 g/kg 相当量添加した場合の回収率は 99.5% (試行数 11 回) であった。なお試験を実施する際にあっては当該製品のろ過前のマグネシウム濃度を確認のうえ、実施することが望ましい。
- 15) ケイ酸マグネシウムは、酸化マグネシウム (MgO : 40.30) と二酸化ケイ素 (SiO₂ : 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 = $(40.30 \times 2 + 60.08 \times 5) / (24.30 \times 2) \div 8$ を乗じる。
- 16) 塩化マグネシウム六水和物 8.363 g を量り、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 (Mg : 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$) を用いてもよい。
- 17) 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 としたものをを用いてもよい (ストロンチウムとして 5 w/v%)。