

ICP 発光分光分析法を用いたカキの迅速な体成分分析法の開発

依田毅 (地方独立行政法人青森県産業技術センター弘前工業研究所技術支援部)

1.背景と目的

国際連合食糧農業機関より、養殖が人口急増に対応する食糧増産の有効な手段の一つと位置づけられ、重要性がますます高まる牡蠣は必須ミネラルである亜鉛を特異的に多く含む。それ以外にもナトリウム、カリウム、カルシウム、マグネシウム等のミネラル元素を豊富に含む。

牡蠣中のミネラル元素は、これまでは主に湿式灰化法によるサンプル調製後、原子吸光法により調べられていた。この方法は、危険な酸を複数用いる、サンプル調製に長時間必要、複数の元素を同時に測定することが困難であるという課題があった。

本研究では、酸を用いてマイクロウェーブによるサンプル処理後、ICP 発光分光分析装置を用いて、牡蠣中のミネラル元素含有量を迅速で正確な分析手法を開発することを目的とした。

2.材料と方法

2.1 サンプルの用意

使用する牡蠣の品種は、これまでよく調べられてきて入手が容易であるマガキ *Crassostrea gigas* もしくはイワガキ *Crassostrea nippona* を使用した(図 1)。マガキは宮城産のものを市場から入手し、使用直前まで冷凍庫で保管した。用意したマガキを貝殻のフチに沿ってはさみで切った後、セラミック製スパチュラで可食部分をかき出し、ミキサーで均一化したものをサンプルとした。



図 1 マガキ *Crassostrea gigas*

2.2 マイクロウェーブ処理

サンプルをベッセルへ測り取った後、酸を加えマイクロウェーブ装置により分解を行った。このマイクロウェーブでの分解は、従来の湿式灰化法によるサンプル調製法よりも短時間であり、密閉して行うためサンプルへの混入物がなく、またミネラル成分の揮散がないという利点がある。

2.3 ICP 発光分光分析

ICP 発光分光分析装置により、ミネラル元素の測定を行った。測定にあたっては測定試料溶液に内部標準元素として同量のイットリウムを加え、流量のわずかなずれから生じる補正を行った上で、結果を得た。

①サンプルの用意 ②マイクロウェーブ処理 ③ICP発光分光分析



図2 実験フロー

3.結果と考察

マガキを用いて、試料重量、酸の使用量、酸の種類を条件検討しながらマイクロウェーブを用いて分解しミネラル元素含量の測定を行った。牡蠣中に特徴的に含まれているミネラル元素である亜鉛の含量を指標に検討を繰り返した。

試料となる牡蠣の重量を 2g、分解に使用する酸を濃硝酸 60%6ml,もしくは濃硝酸 60%6ml および過酸化水素 30%1ml を用いてマイクロウェーブの最高到達温度 230 度に設定することによる分解を行った試料を ICP 発光分光分析装置により亜鉛の測定を行った。結果、既報のデータとほぼ一致した測定濃度でばらつきが少なく測定できることが分かった。そこで、この条件で他の食品栄養成分表の対象となっているミネラル元素(ナトリウム、カルシウム、マグネシウム、カリウム)を測定したところ、亜鉛と同様に少ないばらつきで測定できることが分かった。

同様の方法をイワガキに適用したところ、ミネラル元素(亜鉛、ナトリウム、カルシウム、マグネシウム、カリウム)の測定を行うことが出来た。

さらに、マガキを用いてマイクロウェーブの条件を検討した。カリウムにおいては、マイクロウェーブ分解を行わず酸溶液と混合したサンプルでも精度良く分析できることが分かった。他の、亜鉛、ナトリウム、カルシウム、マグネシウムにおいては 230 度まで加温し分解することで、バラツキがなく、また高い検出濃度で測定結果を得ることが出来た。このことから、有機物の分解等により、複数のミネラル分を同時に正確に測定するためにマイクロウェーブを用いて 230 度に設定して分解を行うことが重要であることが分かった。また、測定結果は従来の酸分解法と比べて大きなずれなどは見ら

れず、マイクロウェーブ分解により従来の方法と同様、ミネラル分の数値が測定できることを確認した。これらの結果から、我々は、牡蠣に含まれるミネラル分の迅速な体成分分析法を行うための分解条件を確立することができた。

4.謝辞

実験計画等に関して多大な助言をいただいた青森県産業技術センター水産総合研究所杉浦大介研究員とそうべえ国際特許事務所鈴木壯兵衛博士に深く感謝いたします。

5.研究成果

5.1 依田毅・一戸聡子・横澤幸仁

牡蠣の ICP 発光分析法による含有元素濃度測定に向けたマイクロウェーブ分解

平成 30 年 12 月 6 日 知的基盤部会分析分科会 第 50 回分析技術討論会 口頭発表

5.2 依田毅・一戸聡子・横澤幸仁

ICP 発光分光分析法による迅速な牡蠣の含有ミネラル元素濃度測定

平成 30 年 12 月 22 日 日本生物工学会北 日本支部秋田シンポジウム ポスター発表

5.3 依田毅・横澤幸仁 分析方法及びその試料の調製方法 特願 2019- 14929

平成 31 年 1 月 31 日

5.4 依田毅・一戸聡子・横澤幸仁

Rapid decomposition for analysis by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES) of minerals in oysters using microwave

平成 31 年 3 月 16 日 日本化学会第 99 春季年会 口頭発表

5.5 依田毅・一戸聡子・横澤幸仁

Rapid analysis of minerals in oysters using microwave decomposition and inductively coupled plasma atomic emission spectrometry 論文投稿中

5.6 依田毅・一戸聡子・横澤幸仁

Effect of microwave decomposition on inductively coupled plasma spectrometry analysis of minerals in oysters 論文投稿中