

原子吸光法による サプリメント中ミネラルの測定

Measurement of Minerals in Dietary Supplements by Atomic Absorption

■はじめに

Introduction

昨今、健康への関心の高まりを背景として様々な種類のサプリメントが開発販売されています。今回は3兆円規模とも言われるサプリメント市場を抱く米国の薬局方（USP32）に準拠したサプリメント中ミネラル成分の分析法をご紹介します。

一例として、Oil- and Water-Soluble Vitamins with Minerals Tabletsの項では、ミネラル成分について、Ca, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Mo, Se, Znを定量する際の前処理や測定法などの記載があり、これらの定量ではフレーム原子吸光法が用いられています。

M. Takasaka

■試料の前処理法

Sample Preparation

上記のサプリメント中の①Ca, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Znと②Mo, Seとでは前処理法が異なります。①では試料を20錠以上粉碎した後、5錠相当分量を磁製ルツボに取り、マッフル炉にて550℃で灰化後、塩酸を加え加熱溶解し、最終的に0.125 N塩酸酸性に調製します。②では試料を20錠以上粉碎し、測定元素が1000 μg相当含まれるよう秤量し、これを硝酸と過塩素酸で分解したものを最終的に2%塩化アンモニウム溶液で定容します。

■検量線の濃度

Standard Concentrations of Elements

USPでは、Table 2に示す濃度の標準液で検量線を作成し、太字の濃度付近に調製した検液を直線で近似した検量線で定量します。測定対象の元素の検量線例をFig. 1～10に示しますが、USPに準拠した標準系列には0 μg/mLを含みません。また、Znについては、標準液濃度が高く、通常の感度では検量線が湾曲するため、直線性を高める目的でバーナ角度を変更し感度を下げて測定しています。

■測定条件

Measurement Conditions

各元素の測定波長と使用するフレーム、干渉抑制剤をTable 1に示します。Ca, Moの測定ではN₂O-C₂H₂フレームを、それ以外の元素では空気-C₂H₂フレームを使用します。干渉抑制剤としてCa, Mgの測定ではLaを、Mo, Seの測定では塩化アンモニウムを添加します。

Table 1 測定条件
Measurement Conditions

| Element | Wavelength | Flame | Matrix modifier |
|---------|------------|--|-----------------------|
| Ca | 422.7 nm | N ₂ O-C ₂ H ₂ | 0.1 % La |
| Cr | 357.9 nm | Air-C ₂ H ₂ | |
| Cu | 324.7 nm | Air-C ₂ H ₂ | |
| Fe | 248.3 nm | Air-C ₂ H ₂ | |
| K | 766.5 nm | Air-C ₂ H ₂ | |
| Mg | 285.2 nm | Air-C ₂ H ₂ | 0.1 % La |
| Mn | 279.5 nm | Air-C ₂ H ₂ | |
| Mo | 313.0 nm | N ₂ O-C ₂ H ₂ | 2 % Ammonium Chloride |
| Se | 196.0 nm | Air-C ₂ H ₂ | 2 % Ammonium Chloride |
| Zn | 213.8 nm | Air-C ₂ H ₂ | |

Table 2 検量線濃度
Concentrations of Elements

| Element | STD(μg/mL) | | | | | | | |
|---------|------------|-----|------|-----|-----|-----|---|--|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 8 | |
| Mn | | 0.5 | 0.75 | 1 | | 1.5 | 2 | |
| K | 0.5 | 1 | 1.5 | 2 | 2.5 | | | |
| Zn | 0.5 | 1 | 1.5 | 2 | 2.5 | | | |
| Cu | 0.5 | 1 | | 2 | | 3 | 4 | |
| Cr | | 1 | | 2 | | 3 | 4 | |
| Fe | | 2 | | 4 | 5 | 6 | 8 | |
| Mg | | 0.2 | 0.3 | 0.4 | 0.5 | 0.6 | | |
| Ca | | 1 | 1.5 | 2 | 2.5 | 3 | | |
| Mo | 5 | 10 | | | 25 | | | |
| Se | 5 | 10 | | | 25 | | | |

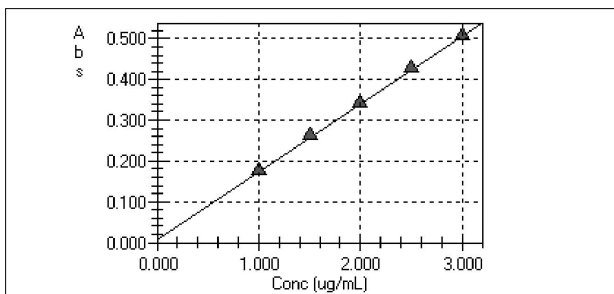


Fig.1 Caの検量線
Calibration Curve of Ca

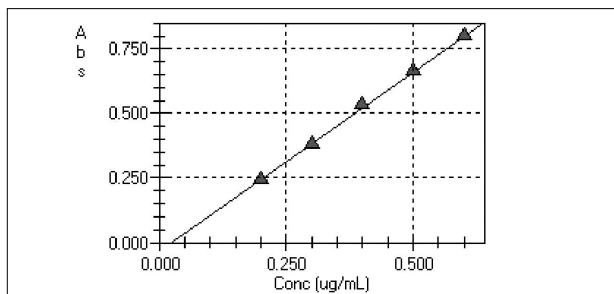


Fig.6 Mgの検量線
Calibration Curve of Mg

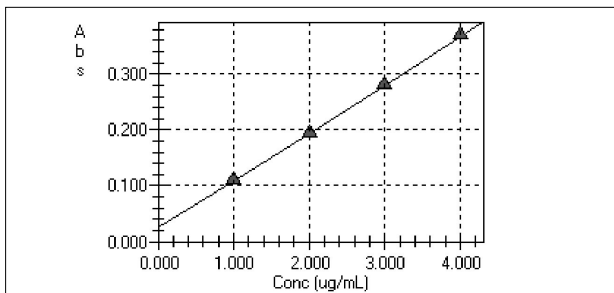


Fig.2 Crの検量線
Calibration Curve of Cr

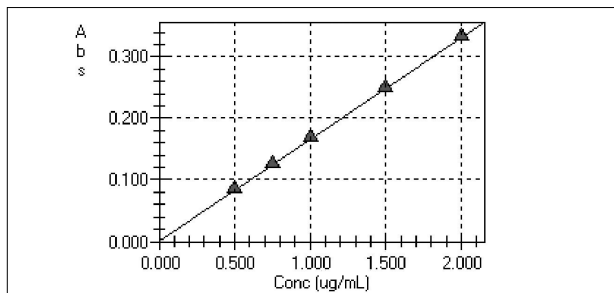


Fig.7 Mnの検量線
Calibration Curve of Mn

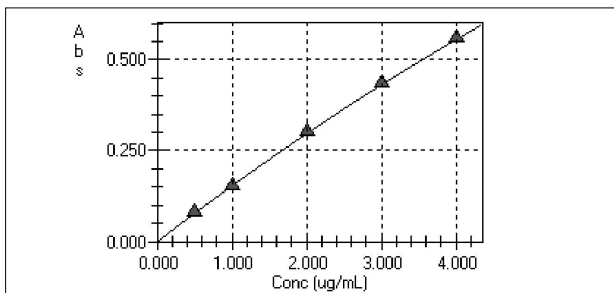


Fig.3 Cuの検量線
Calibration Curve of Cu

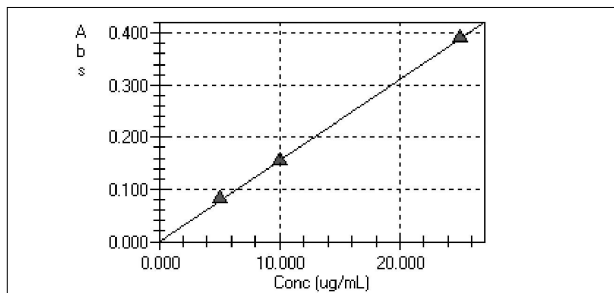


Fig.8 Moの検量線
Calibration Curve of Mo

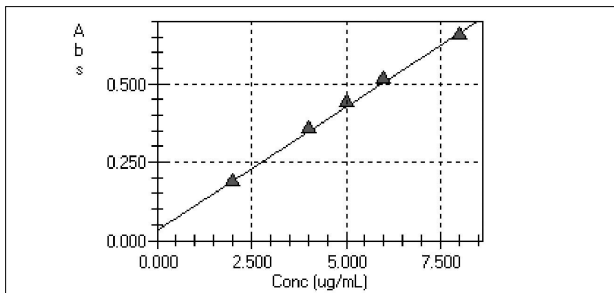


Fig.4 Feの検量線
Calibration Curve of Fe

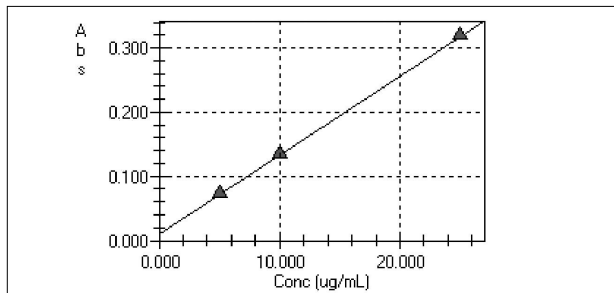


Fig.9 Seの検量線
Calibration Curve of Se

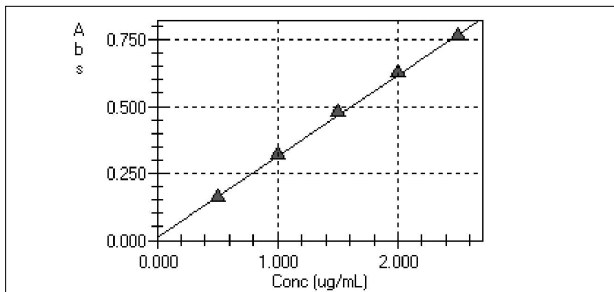


Fig.5 Kの検量線
Calibration Curve of K

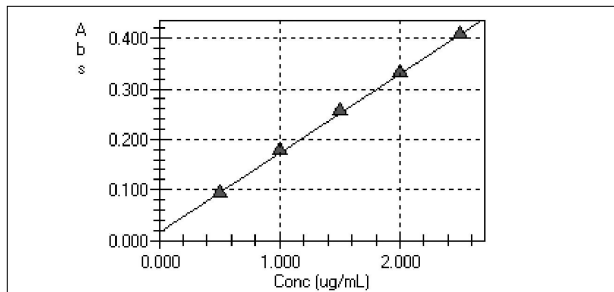


Fig.10 Znの検量線
Calibration Curve of Zn

初版発行：2009年10月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

● 0120-131691 (携帯電話不可)
● 携帯電話専用番号 (075) 813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。