

# Application News

## No. X275

### X線分析

## EDXによる食品原料中ナトリウムの定量分析

食品原料中に含まれるミネラル成分や塩分の元素分析では、一般的に原子吸光度法(以下AA)が用いられます。AAで固形物や粉末を分析する際には、酸を加えた加熱分解処理等の化学的前処理が必要です。一方、蛍光X線分析法は固体、粉体、液体のまま、簡便な前処理で測定できることから、AAの代替法として採用・検討が行われています。

AAによる工程管理が行われている食品原料粉末中ナトリウムについて、エネルギー分散型蛍光X線分析装置EDX-8100を用いて比較検討を行いました。加圧成型法(以下プレス法)と粉末容器法(以下粉末法)の2種類の前処理方法にて、ともにAAと一定の相関が得られました。

T. Nakao, H. Nakamura

### ■ 元素

Na

### ■ 試料

固体の食品原料を粉末化したもの

(1) 検量線試料：2.67%、11.56%、20.21% (AA分析値)

各1点で計3水準

(2) 未知試料：1種類から①、②、③の3点作製

### ■ 試料の前処理

以下の2種類の方法で試料の前処理を行いました(図1)。

#### (A) プレス法

内径22mmφの塩化ビニルリングに試料を詰め、50kN、30秒にて加圧成型しました。

#### (B) 粉末法

厚さ5μmポリプロピレンフィルムを張った試料容器に、試料6gを入れ、簡易圧縮しました。



(A) プレス法



(B) 粉末法

図1 試料前処理 (図は一例)

### ■ 検量線

3水準をそれぞれ3回測定し、計9点で検量線を作成しました。プレス法、粉末法の検量線を重ね合わせたものを図2に示します。感度はプレス法が粉末法より約3倍良いことがわかります。正確度はともに良好です。

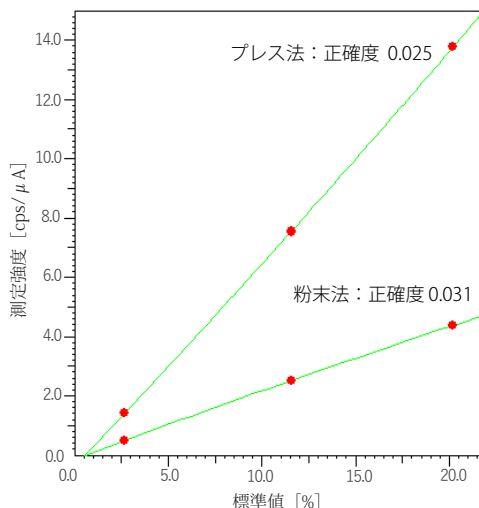


図2 検量線

### ■ 未知試料の定量分析

未知試料①～③を検量線により連続3回繰返し定量分析しました。結果をAA分析値と共に表1に示します。

管理値は一例として、AAの分析値の±10%以内と設定しました。

表1 未知試料の定量分析結果、AAとの比較 単位[%]

試料/繰返し	プレス法	粉末法	AA
①	1	6.54	6.45
	2	6.56	6.43
	3	6.56	6.45
②	1	6.42	6.40
	2	6.43	6.41
	3	6.40	6.29
③	1	6.42	6.33
	2	6.45	6.39
	3	6.41	6.37
平均値	6.46	6.18	6.39
標準偏差	0.07	0.12	0.05
RSD [%]	1.05	1.99	0.80
管理値	5.7~7.0		

### <考察>

AAとの比較においてプレス法、粉末法とも平均値での差が4%以内で一致しています。

測定誤差を考慮しても管理値以内の値であることがわかります。

## ■装置併行精度

未知試料①の連続10回繰返し測定結果を表2に示します。プレス法、粉末法ともにRSD 0.5%以下と高い精度です。

表2 未知試料①の装置併行精度 単位[%]

n	プレス法	粉末法
1	6.54	6.33
2	6.56	6.34
3	6.56	6.36
4	6.55	6.36
5	6.58	6.34
6	6.55	6.36
7	6.61	6.35
8	6.57	6.38
9	6.58	6.35
10	6.58	6.34
平均値	6.57	6.35
標準偏差	0.02	0.01
RSD [%]	0.32	0.23

## ■まとめ

- ・食品原料中ナトリウムの定量分析において、AAと一定の相関が得られたことで、EDXの採用が可能です。
- ・前処理法は、含有量、精度、管理値、簡便性等に応じて、より適切な方を選択できます。まとめを表3に示します。
- ・EDXの使用（代替、併用）により、管理や分析手順の簡素化、生産工場における設備やコスト削減に有効と考えられます。

表3 プレス法と粉末法の違い

前処理方法	プレス法	粉末法
簡便さ	○ 加圧成型機、 成型リング必要	◎ フィルムを張った容器 に入れる
ピーク強度	◎ 試料に直接X線照射 されるため減衰無	○ 軽元素はフィルムによる 減衰有
定量下限 (参考)	0.035%~	0.067%~

## ■スペクトル

1. NaKa分析線スペクトルを図3、図4に示します。

- 1) プレス法の検量線試料3水準、未知試料①
- 2) プレス法、粉末法の未知試料①

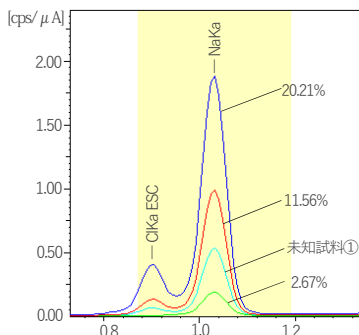
それぞれピークは明瞭で強度も十分です。

2. 共存元素Clの影響、強度計算

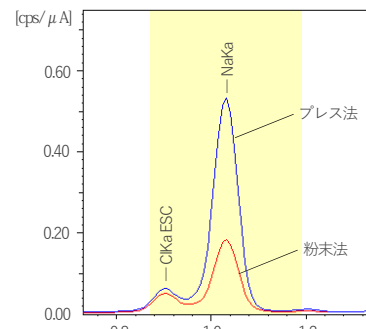
- 1) 低エネルギー側に隣接するClKaエスケープピークを分離しました。
- 2) 高エネルギー側に隣接するClKβエスケープピークを強度重なり補正により差し引きしました。

表4 測定条件

装置	: EDX-8100 (8000)、12試料ターレット
元素	: Na
分析グループ	: 定量
検出器	: SDD
X線管球	: Rhターゲット
管電圧	: 15 [kV]
管電流	: Auto [ $\mu$ A]
コリメータ	: 10 [mm $\phi$ ]
1次フィルタ	: なし
雰囲気	: 真空
積分時間	: 300 [秒]
デッドタイム	: 最大30 [%]



検量線試料、未知試料① (プレス法)  
図3 分析線スペクトル



未知試料① (プレス法と粉末法)  
図4 分析線スペクトル