

分析事例の紹介

波長分散型蛍光 X 線分析装置を用いた食品分析方法の検討

キーワード

- ✓ 蛍光 X 線分析
- ✓ 波長分散
- ✓ 微量元素分析
- ✓ 食品
- ✓ 前処理

装置 ZSX Primus II Rigaku



はじめに

波長分散型蛍光 X 線分析装置 (XRF)を用いた食品の分析事例を紹介する。本センターに設置されている XRF は Rh を線源とし、容易に B~U までの元素分析が行える。Na より原子番号の小さい軽元素の分析では、真空雰囲気下の測定が必要であるため、比較的水分量の多い試料では適切な前処理を行うことが重要である。そこで、本稿では、水分を多く含む食品サンプルの前処理方法と真空到達時間、微量元素検出と測定時間・サンプルサイズとの関係性を検討した。

実験

サンプルには市販の食パンを用いた。水分含有量が多い場合、真空にすることが困難であるとともに、真空ポンプの寿命を縮める可能性があるため、事前に乾燥させることが望ましい。食パンは、110℃に設定したオーブンをを用いて一晩乾燥後、粉末にした。試料粉末は、種々のポリ塩化ビニル管 (図 1) に充填後、プレス成型し、測定用ホルダー (図 2) に固定した。測定では、測定時間を 10 もしくは 40 分とし、真空到達までの時間を計測した。

(a) 直径10 mm 高さ 5 mm (b) 直径30 mm 高さ 5 mm (c) 直径30 mm 高さ 3 mm



図 1 サイズの異なるポリ塩化ビニル管

(a) 直径10 mm用ホルダー (b) 直径30 mm用ホルダー



図 2 測定用ホルダー

結果

種々のポリ塩化ビニル管サイズと測定時間に対する真空到達時間と検出された元素を表 1 に示す。10 mm 径の測定ホルダーを

用いた場合、真空到達時間は 1 分であったが、サンプル充填量が増加すると最大 10 倍の時間を要した。

図 3 に、サイズの異なるポリ塩化ビニル管を用いて測定した蛍光 X 線スペクトルを示す。サンプル充填量が最も多い場合、微量元素である Fe、Zn、Br が検出され、半定量分析値はそれぞれ 15、257、12 mass ppm であった。一方、サンプル充填量と

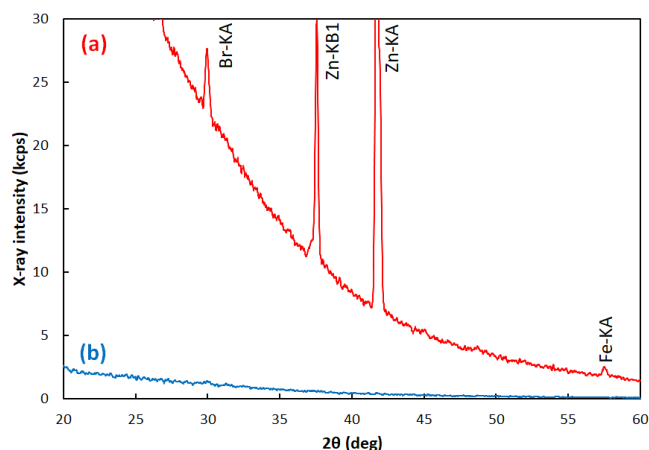


図 3 蛍光 X 線スペクトル。ポリ塩化ビニル管は、直径 30 mm・高さ 3 mm (a)、直径 10 mm、高さ 5 mm (b) を用い、測定時間は 40 分とした。

測定時間の縮小に伴い、微量元素の検出が困難となった。以上より、微量元素の検出には、測定対象元素の含有量を考慮して、適切な測定時間およびサンプル充填量を選択する必要がある。

表 1 分析結果まとめ

	測定時間 (分)	真空到達時間 (分)	元素
直径 10 mm, 高さ 5 mm	10	1	C, O, Na, P, S, Cl, K, Ca
〃	40	〃	C, O, N, Na, Mg, Al, Si, P, S, Cl, K, Ca
直径 30 mm, 高さ 3 mm	10	5	C, O, N, Na, Mg, Al, Si, P, S, Cl, K, Ca, Zn, Br
〃	40	〃	C, O, N, Na, Mg, Al, Si, P, S, Cl, K, Ca, Zn, Br, Fe
直径 30 mm, 高さ 5 mm	〃	10	C, O, N, Na, Mg, Al, Si, P, S, Cl, K, Ca, Zn, Br, Fe

まとめ

波長分散型蛍光 X 線装置を用いた食品の分析方法を検討した。真空到達時間の短縮には食品サンプルの乾燥と固定に用いるポリ塩化ビニル管の小型化が有効である。微量元素の分析では、適切な測定時間とサンプル充填量を十分に検討する必要がある。

静岡理科大学 先端機器分析センター www.sist.ac.jp/kiki/

Advanced Instrumental Analysis Center,
Shizuoka Institute of Science and Technology



〒437-8555
 静岡県袋井市豊沢2200-2
 TEL : 0538-45-0175
 E-mail : kiki@ob.sist.ac.jp