

## 牛乳中および白糖中Pb（鉛）の測定

### Measurement of Pb in Milk and Sugar

鉛は人体に対し有害なため、食品中に含まれる鉛の許容量が低くなる傾向があり、その測定には、原子吸光分析で感度の良い電気加熱原子化法が有効です。

今回は牛乳に含まれる鉛と、日本薬局方の13改定から新たに採用された、精製白糖中の鉛分析について、電気加熱原子化法を用いた測定法を示します。

#### 牛乳中のPb分析

##### Measurement of Pb in Milk

牛乳中のPb分析では、酸などを添加して加熱分解し、フレイム法や電気加熱原子化法で測定されるのが一般的ですが、前処理に時間がかかるなどの欠点があります。電気加熱原子化法による直接分析では、牛乳に多く含まれる有機物の分解を効果的に行うために、灰化中に酸素を流す方法が試みられていますが、この方法では、酸素によるグラファイトチューブの劣化が激しくなることが予想されます。しかし今回、電気加熱原子化法でも、プラットチューブを使用することにより、酸素あるいは空気添加が無くても、精度良く測定できる

ことがわかりました。

Table 1に使用した加熱プログラム、Fig.1に牛乳中Pbが示したピークプロファイルと検量線を示します。市販の牛乳には、Pbがほとんど含まれていませんので、既知量を添加して評価しました。Table 2にその結果を示します。添加量にはほぼ等しい値が得られていることにより、検量線法でも正確に測定できることがわかります。今回の測定では、定量限界は5ppb程度あることがわかりました。

Table 1 測定に使用した加熱プログラム  
Furnace Program Used

空気添加無し						
ステージ	温度 (°C)	時間 (秒)	加熱モード	ガス種類	インナーガス流量	
1	70	3	ランプ	Ar	0.20	
2	120	30	ランプ	Ar	0.50	
3	400	20	ランプ	Ar	0.50	
4	500	10	ランプ	Ar	1.00	
5	700	10	ステップ	Ar	1.00	
6	700	3	ステップ	Ar	0.0H	
7	2400	3	ステップ	Ar	0.0H	
8	2600	2	ステップ	Ar	1.00	

Table 2 牛乳中のPbの測定結果  
Result of Measurement Pb in Milk

	測定結果	添加量
空気添加有り	10.5ppb	10.0ppb
空気添加無し	10.4ppb	10.0ppb

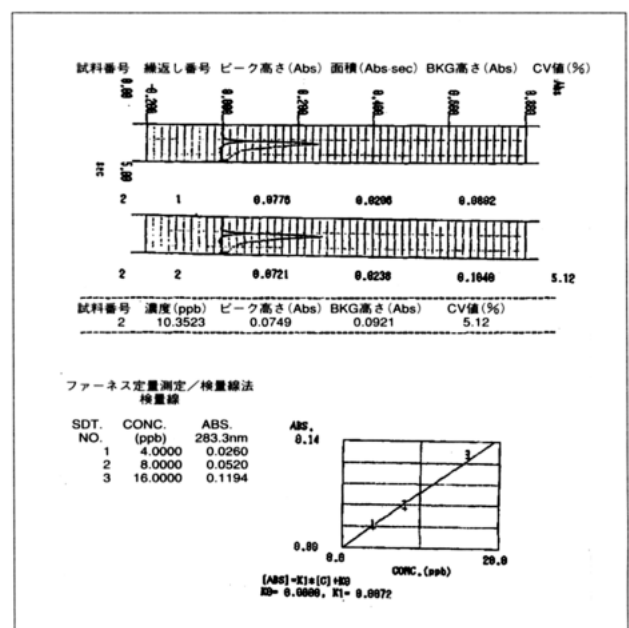


Fig.1 牛乳中のPbが示すピークプロファイルと使用した検量線  
Peak Profiles of Pb in Milk and the Calibration Curve for Measurement

おもな測定条件:

波長; 283.3nm, スリット; 0.5nm

サンプル注入量; 10μl+2μl (Pb: 100ppm)

## 精製白糖中のPb測定 Determination of Pb in Refined White Sugar (-D-fructofuranosyl- -D-glucopyranoside)

日本薬局方第13改正から、精製白糖中の純度試験に今までに重金属にかわり、Pbを電気加熱原子化法で測定することが加えられました。今回、この局方に従ったTable 3に示すような前処理を行い、標準添加法のための試料調製はオートサンプラーにて行い測定しました。測定条件をTable 4に、測定結果をFig.3に示します。測定した白糖では鉛が検出されませんでした。検量線中で1ppbの鉛がはっきり検出されていることより、白糖中で0.5ppm以下（処理した溶液中では5ppb以下）という基準は十分測定が可能であることがわかります。

Table 3 精製白糖中のPbの前処理法  
Pretreatment Method for Pb in Sugar

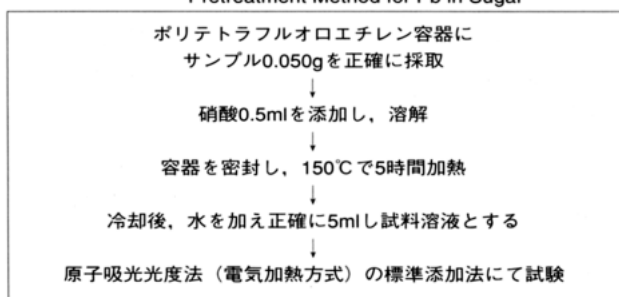


Table 4 おもな測定条件  
The Parameters Used for Analysis of Pb in Sugar

点灯条件								
元素: Pb								
ターゲット番号: 1								
ランプ電流 Low(mA): 10								
ランプ電流 High(mA): 0								
波長(nm): 283.3								
スリット幅(nm): 0.5								
点灯モード: BGC-D2								
温度プログラム								
炉内濃縮最終ステージ番号: 5								
濃縮回数: 1								
温度 (°C)	時間 (sec)	加熱 モード	感度	ガス 種類	インナー ガス流量	サンプ リング	前ステージ (sec)	
1	110	30	Ramp	Regular	Gas #1	0.20	Off	0
2	250	10	Ramp	Regular	Gas #1	0.20	Off	0
3	600	20	Ramp	Regular	Gas #1	1.00	Off	0
4	600	20	Step	Regular	Gas #1	1.00	Off	0
5	600	5	Step	High	Gas #1	0.00	Off	0
6	2100	3	Step	High	Gas #1	0.00	On	2
7	2600	2	Step	Regular	Gas #1	1.00	Off	0
オートサンプラーの混合条件								
添加濃度(ppb)	サンプル採取量	R2(Pb:10ppb標準液)	R1(純水)	合計				
ブランク	0μl	0μl	200μl	200μl				
0	100μl	0μl	100μl	200μl				
1	100μl	20μl	80μl	200μl				
2	100μl	40μl	60μl	200μl				
3	100μl	60μl	40μl	200μl				

Pb: 10ppbの標準液および純水には約1.1mol/lの硝酸を含む  
注入量: 20μl

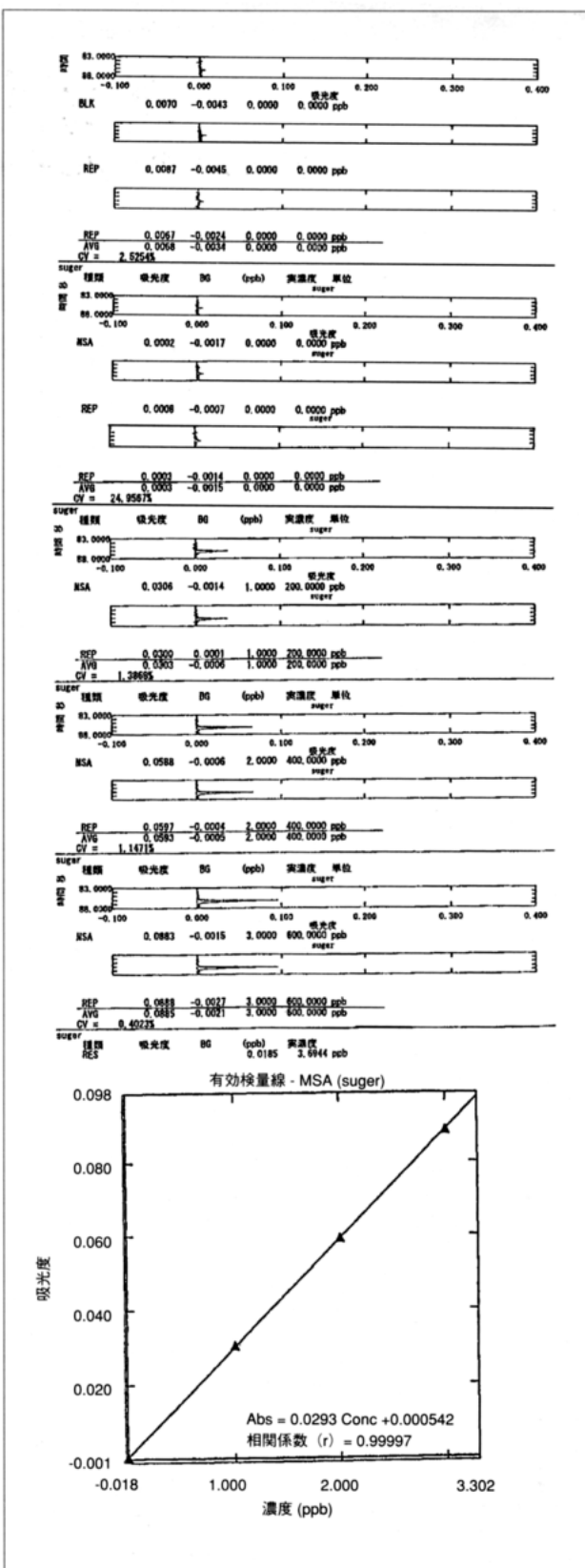


Fig.3 精製白糖中のPbの測定結果  
The Result of Analysis of Pb in Sugar