

米中カドミウムの分析

Measurement of Cadmium in Rice

はじめに

Introduction

国内では、食品衛生法や食糧庁通達に基づき、米中のカドミウム濃度が規制されていますが、近年、国際的な動向として、CODEX委員会（FAO/WHO合同食品規格委員会）において、国内流通基準より低い0.2ppm（mg/kg）を基準とする案が議論されています。今回は、市販の玄米と精白米中のカドミウムをフレイム法とファーンネス法を用い、島津原子吸光分光光度計AA-6300で分析した例をご紹介します。AA-6300は、フレイム法では光学的ダブルビーム、ファーンネス法では電気的ダブルビームを採用し、安定したベースラインと高感度の両立を可能にしています。また、迅速なフレイム法と高感度なファーンネス法の切り替えも、工具なしで簡単に行えます。 T.Kawakami

前処理について

Sample preparation

サンプル5gをピーカにとり、硫酸と硝酸を加えて加熱分解し、50mLにメスアップしました。今回は、前処理として酸分解法を用いましたが、その他に、乾式灰化法、マイクロウェーブ分解法、酸抽出法、などがあります。また、得られた分解液に対して、干渉の原因となるアルカリ元素やアルカリ土類元素などを分離し、カドミウムを濃縮する目的で、キレート有機溶媒抽出の処理を行う方法もあります。

測定方法と条件

Analysis method and condition

今回は測定方法として、フレイム法とファーンネス法を用いました。またフレイム法では、高感度化を実現するために、アトムプースターを用いた測定も行いました。

主な測定条件をTable1と2に示します。

Table 1 分光器パラメータ
Optics parameters

分析波長	228.8nm
スリット幅	2.0nm
電流値	8mA
点灯モード	BGC-D2

Table 2 原子化パラメータ
Atomizing parameters

フレイム法	フレイムタイプ	Air-C ₂ H ₂
	バーナ高さ	7mm（プースターなし） 11mm（プースターあり）
ファーンネス法	温度プログラム	乾燥 120（20秒）、250（10秒） 灰化 400（20秒） 原子化 1800（3秒） クリーニング 2600（2秒）
	チューブタイプ	パイロ化チューブ
	試料注入量	2～10 μL（今回は2 μL）
	合計注入量	15 μL
	干渉抑制剤	硝酸パラジウム100ppmを5 μL

測定結果

Results

Fig.1～3に各分析法の検量線を示します。またTable3に各測定法の1%吸収値の比較を示します。通常のフレイム法と比較して、プースターを用いた場合は2.5倍、ファーンネス法を用いた場合は約300倍の感度差があることがわかります。Table4に各分析方法での、玄米と精白米の測定結果を示します。いずれの分析方法でも、ほぼ一致した結果が得られています。今回の測定結果から予想される米中カドミウムの定量下限レベルは、フレイム法で0.10ppm程度、プースターを用いた場合は0.05ppm程度、ファーンネス法では、試料注入量を10 μLとした場合で、0.001ppm程度であり、いずれの方法でも0.2ppmの定量が可能です。

Table 3 各測定法の1%吸収値の比較（溶液中）
The comparison table of 1% absorbance value between three methods

測定法	1%吸収値
フレイム法（プースターなし）	0.007 ppm
フレイム法（プースターあり）	0.003 ppm
ファーンネス法	0.02 ppb

Table 4 分析結果（各米中）
Measurement results of Cd in Rice by three methods

	フレイム法 （プースターなし）	フレイム法 （プースターあり）	ファーンネス法
玄米	0.073ppm	0.066ppm	0.070ppm
精白米	0.118ppm	0.127ppm	0.118ppm

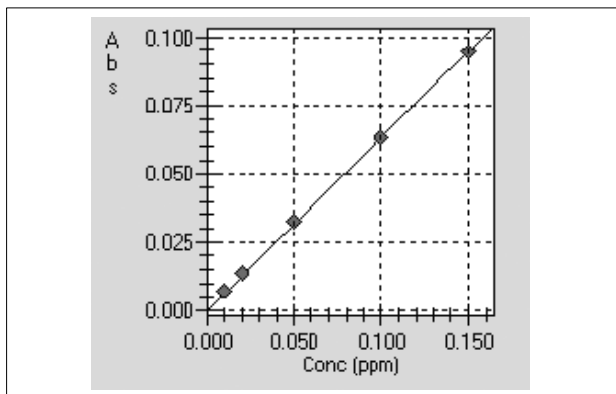


Fig.1-1 フレーム法(ブースターなし)の検量線
The calibration curve by flame method

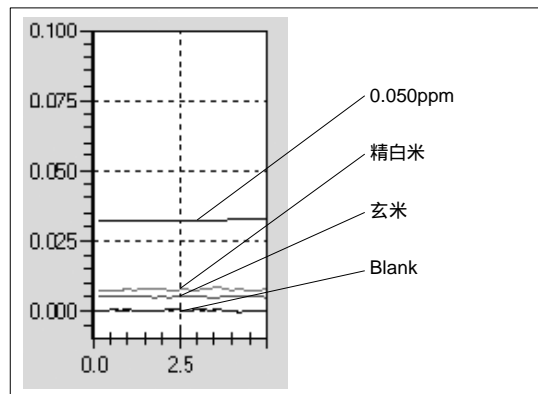


Fig.1-2 フレーム法(ブースターなし)のシグナルプロファイル
Signal profiles by flame method

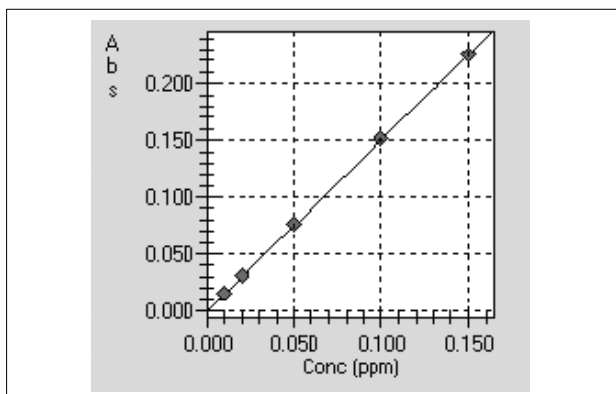


Fig.2-1 フレーム法(ブースターあり)の検量線
The calibration curve by flame method with atom booster

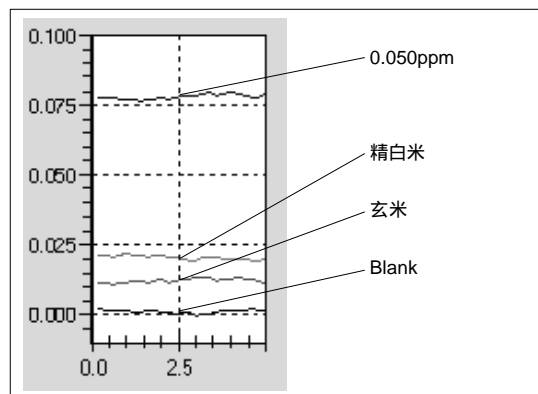


Fig.2-2 フレーム法(ブースターあり)のシグナルプロファイル
Signal profiles by flame method with atom booster

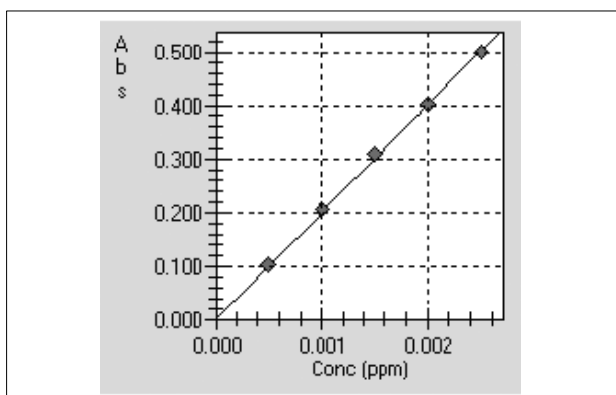


Fig.3-1 ファーネス法の検量線
The calibration curve by furnace method

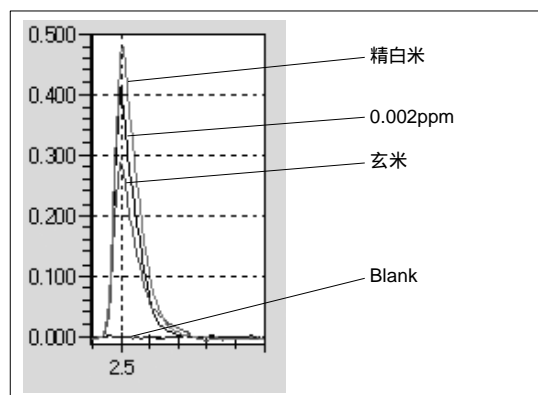


Fig.3-2 ファーネス法のシグナルプロファイル
Signal profiles by furnace method

参考

References

島津アプリケーションニュース No.A277 ,
「ブースターを用いたフレーム原子吸光法」(2000)