

電気加熱原子吸光法による玄米中カドミウムの分析

Measurement of Cadmium in Brown Rice by Electrothermal Atomic Absorption Method

■はじめに

Introduction

厚生労働省告示第183号(平成22年4月8日告示)により、食品衛生法に基づく、米中のカドミウムの基準が、1.0 mg/kg未満から0.4 mg/kg未満に強化されました。この基準は、平成23年2月28日から適用されます。従来は、玄米のみが規制の対象でしたが、今回の改正により、精米も含まれることになりました。

ここでは、AA-7000を用いて玄米粉末標準物質(NIES No.10-a)中のカドミウムを、高感度な電気加熱原子吸光法で分析した例をご紹介します。フレイム法による分析については、参考資料1を、ICP発光分光分析法による分析については、参考資料2をそれぞれご参照下さい。

T. Kawakami

■前処理

Sample Preparation

1gのサンプルをビーカーにはかり取り、硝酸と過酸化水素を添加して加熱分解処理を行いました。分解処理のフロー図をFig. 1に示します。前処理の再現性も評価するために、同一試料について6回の前処理を行いました。

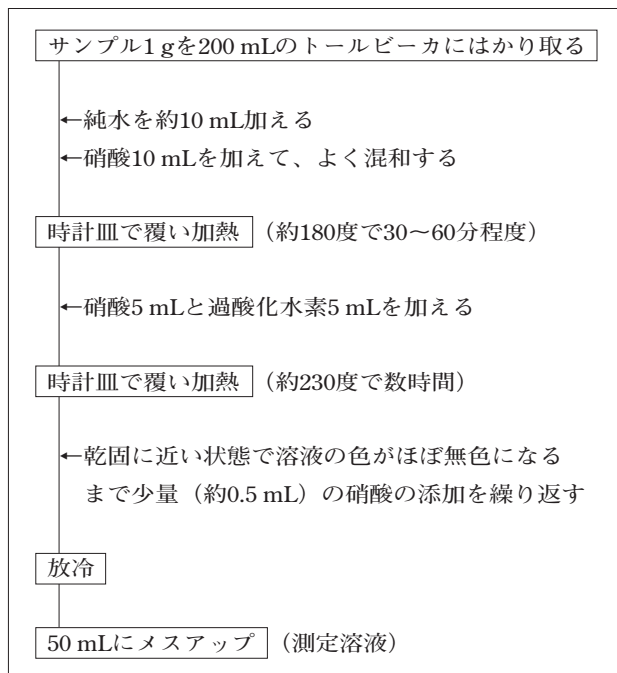


Fig. 1 分解処理のフロー図
Flow Chart of Sample Decomposition

■測定方法と条件

Analysis Method and Condition

測定は検量線法で行いました。標準液は、原子吸光分析用の1000 mg/L標準液を希釈して2 µg/L標準液を作成しました。オートサンプラを用いて、この標準液の注入量を段階的に変えることにより検量線を作成しました。また、マトリックス修飾剤として、硝酸パラジウム溶液(パラジウム含有量100 mg/L)を標準液も含めて全ての試料に5 µL添加しました。

主な測定条件をTable 1と2に示します。

Table 1 分光器パラメータ
Optics Parameters

分析波長	228.8 nm
スリット幅	0.7 nm
電流値	Low 8 mA High 100 mA
点灯モード	BGC-SR

Table 2 原子化パラメータ
Atomizing Parameters

	No	温度 (°C)	時間 (sec)	加熱モード	ガス流量 (L/min)
温度 プログラム	1	60	3	RAMP	0.1
	2	150	15	RAMP	0.1
	3	250	10	RAMP	0.1
	4	600	10	RAMP	0.2
	5	600	15	STEP	0.2
	6	600	3	STEP	0.0
	7	2200	3	STEP	0.0
	8	2400	2	STEP	1.0
原子化ステージはNo.7					
試料注入量	20 µL				
マトリックス修飾剤	硝酸パラジウム溶液(パラジウム含有量100 ppm)を5 µL				
チューブタイプ	高密度グラファイトチューブ				
信号処理	ピーク高さ				

測定結果

Results

Table 3にサンプルの測定結果を示します。基準値の1/10以下の低濃度において、濃度、再現性ともに良好な結果が得られていることがわかります。

Fig. 2と3に検量線と標準液のピークプロファイルの抜粋を示します。

Fig. 4にサンプルのピークプロファイルの抜粋を示します。

Table 3 測定結果
Measurement Results of Cd in Brown Rice

	NIES No.10-a (保証値 0.023 ± 0.003 mg/kg)
処理1	0.024 mg/kg
処理2	0.024 mg/kg
処理3	0.023 mg/kg
処理4	0.023 mg/kg
処理5	0.024 mg/kg
処理6	0.023 mg/kg
平均	0.024 mg/kg
標準偏差	0.0004 mg/kg
相対標準偏差 (%RSD)	1.7 %

各値はn=2の平均です

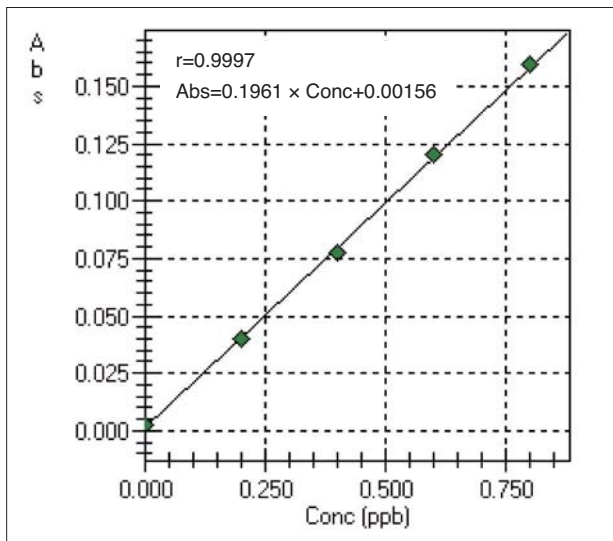


Fig. 2 検量線
Calibration Curve

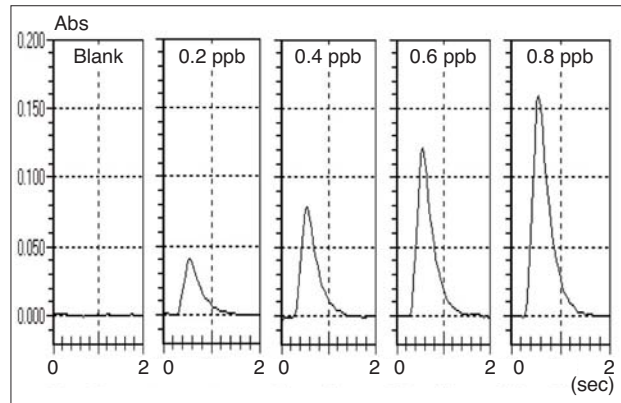


Fig. 3 標準液のピークプロファイル (抜粋)
Peak Profiles of Standards

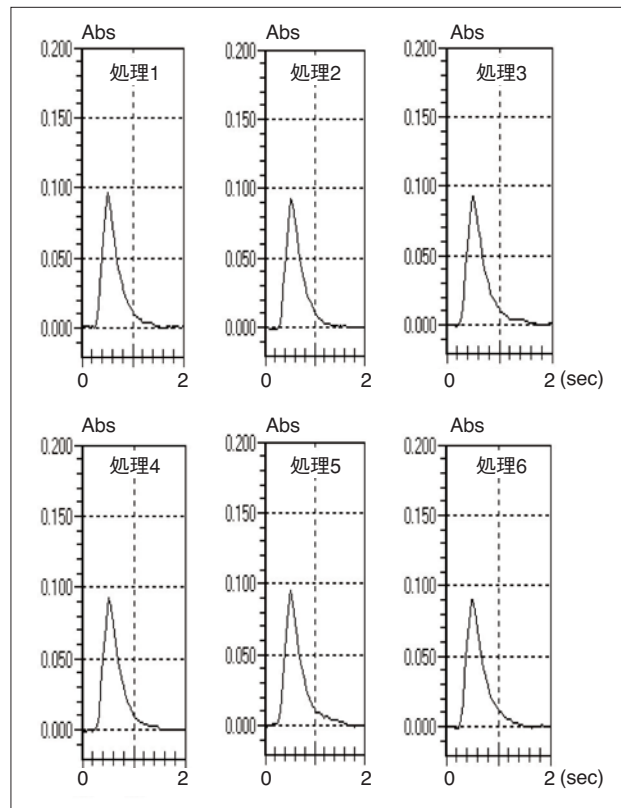


Fig. 4 サンプルのピークプロファイル (抜粋)
Peak Profiles of Samples

参考資料

References

- 1: 島津アプリケーションニュース No.A427 「フレーム原子吸光法による玄米中カドミウムの分析」(2010)
- 2: 島津アプリケーションニュース No.J87 「ICPE-9000による玄米中の栄養成分と有害成分の多元素同時分析」(2007)

初版発行：2011年1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。