

Application News

No. A464

光吸収分析
Spectrophotometric Analysis

原子吸光法によるペットフード中の重金属 (Cd, Pb) の分析

Measurement of Heavy Metal (Cd, Pb) in Pet Food by AAS

はじめに

Introduction

2007年(平成19年)に海外でペットフード中にメラミンが混入し、多くの犬や猫の命を奪う事件が起きました。日本にもこのようなペットフードが輸入販売されていたことから、農林水産省および環境省が研究会を設置し、2008年(平成20年)、「愛がん動物用飼料の安全性の確保に関する法律」(ペットフード安全法)が制定されました。この法律に基づき「愛がん動物用飼料の成分規格等に関する省令」(改正平成23年9月1日農林水産省令・環境省令第3号)が公布され、2012年(平成24年)3月1日から施行されています。この中にはカビ毒、有機塩素系化合物と、重金属類としてカドミウム、鉛、ヒ素の3元素があげられています。販売用愛がん動物用飼料(ペットフード)中の重金属の含有率は、含水率10%換算でTable 1の基準を満たさなければいけません。

Table 1 ペットフード中重金属の基準値
Regulation of Heavy Metals in Pet Food

Cd	1 ppm以下
Pb	3 ppm以下
As	15 ppm以下

ここでは原子吸光分光光度計 AA-7000 を用いたペットフード中の Cd と Pb の分析例をご紹介します。

T. Kawakami

前処理

Sample Preparation

ドライペットフードをフードプロセッサで細かく粉砕したものを検体としました。

電気加熱原子吸光用の分解処理はマイルストーンゼネラル製のマイクロ波試料前処理装置 ETHOS One を用いて行いました。分解処理のフロー図を Fig. 1 に示します。妥当性評価のために分解処理前に標準液を添加したものに対しても同様の処理を行いました。添加濃度は固体中含有率で Cd が 0.5 ppm, Pb が 1 ppm となるように調製しました。

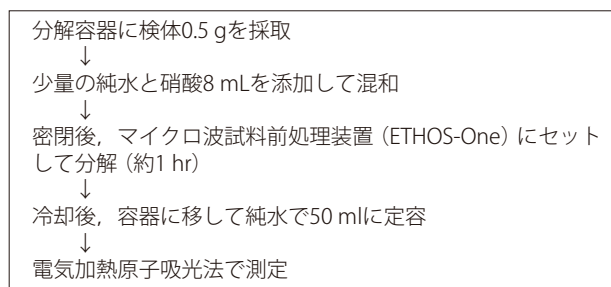


Fig. 1 電気加熱測定用の分解処理のフロー図
Flow Chart of Sample Decomposition for ETAAS

フレイム測定用の処理は、「愛がん動物用飼料等の検査法」(平成21年9月1日21消技第1764号)に準拠して行いました。分解処理のフロー図を Fig. 2 に、溶媒抽出処理のフロー図を Fig. 3 に示します。溶媒抽出処理は共存物の除去と測定元素の濃縮を目的としています。

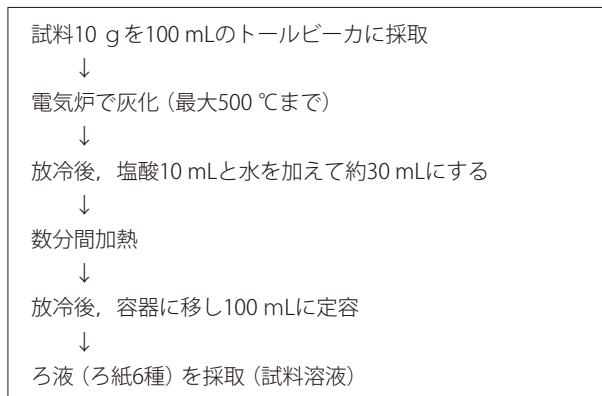


Fig. 2 フレイム測定用の分解処理のフロー図
Flow Chart of Sample Decomposition for Flame AA

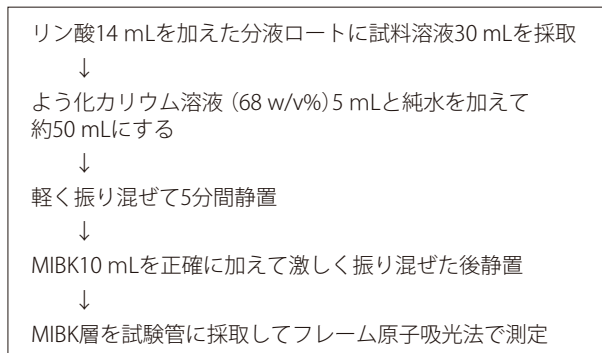


Fig. 3 フレイム測定用の溶媒抽出処理のフロー図
Flow Chart of Organic Solvent Extraction Preparation for Flame AA

測定方法と条件

Analysis Method and Conditions

電気加熱測定用の標準液は、原子吸光分析用の 1000 mg/L 標準液を希釈して Cd は 2 ppb ($\mu\text{g/L}$), Pb は 20 ppb 標準液をそれぞれ作製しました。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 ppm (mg/L))を全ての試料に 5 μL 添加しました。

フレイム法の標準液は、分解液と同様に溶媒抽出処理を行い作製しました。

分光器と原子化に関する主な条件を Table 2 ~ 4 に示します。

Table 2 分光器の条件
Optics Parameters

	Cd	Pb
分析波長	228.8 nm	283.3 nm
スリット幅	0.7 nm	
点灯モード	BGC-D2	

Table 3 電気加熱法の原子化の条件
Atomizing Conditions for ETAAS

	Cd	Pb
灰化温度	600 °C	900 °C
原子化温度	2200 °C	2400 °C
標準液濃度 (ppb)	0.5, 1.0, 2.0	5, 10, 20
チューブタイプ	プラットホーム	
マトリックス修飾剤	硝酸パラジウム100 ppmを5 µL	

Table 4 フレーム法の原子化の条件
Atomizing Conditions for Flame AA

	Cd	Pb
フレームタイプ	空気-アセチレン	
アセチレン流量	0.8 L/min	
標準液濃度 (ppm)	0.05, 0.10, 0.20	0.25, 0.50, 1.00

標準液濃度は溶媒中濃度

測定結果とまとめ

Results and Conclusion

Table 5 にサンプルの測定結果を示します。値は固体中含有率に換算したものです。Table 6 に定量下限の目安を示します。電気加熱法は吸光度 0.01 Abs, フレーム法は吸光度 0.004 Abs を与える固体中含有率として算出しました。

Fig. 4 と 5 に電気加熱法による検量線と測定溶液のピークプロファイルを示します。

Table 5 測定結果
Measurement Results of Cd and Pb in Dog Food

元素	Cd	Pb
規格	1 ppm以下	3 ppm以下
電気加熱法	0.19 ppm (94 %)	0.26 ppm (106 %)
フレーム法	0.20 ppm	< 0.3 ppm

カッコ内は添加回収率

Table 6 定量下限
LOQ of Cd and Pb

元素	Cd	Pb
電気加熱法	0.003 ppm	0.07 ppm
フレーム法	0.01 ppm	0.3 ppm

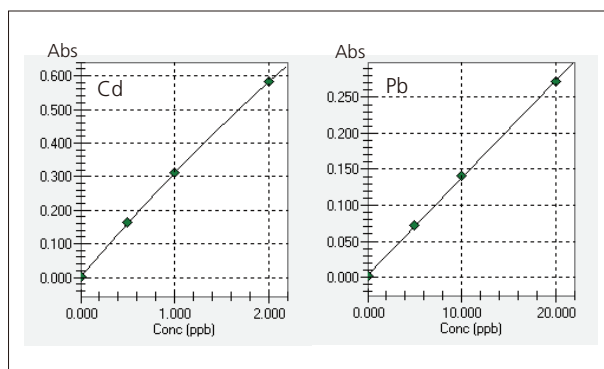


Fig. 4 電気加熱法の検量線
Calibration Curves by ETAAS

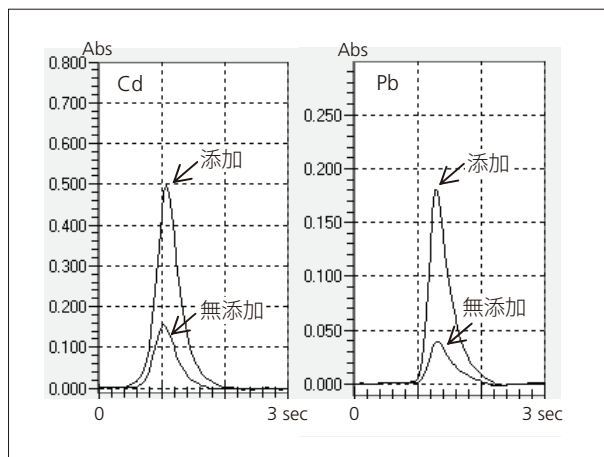


Fig. 5 サンプルと添加試料のピークプロファイル (電気加熱法)
Peak Profiles of Sample and Added Sample by ETAAS

マイクロ波分解法—電気加熱原子吸光法による測定結果は、「愛がん動物用飼料等の検査法」による測定結果と良く一致した結果が得られ、添加回収も良好な結果が得られました。また、マイクロ波分解法は、乾式灰化—溶媒抽出による前処理と比較して短時間で測定溶液を調整することができ、AA-7000 の電気加熱原子吸光法と組み合わせることにより、重金属類を高感度に分析することができました。

AA-7000 シリーズには、フレーム法、電気加熱法の専用機だけではなく、両方の原子化法を自動切換え可能なタイプもラインナップしており、幅広いニーズに対応することができます。