

Application News

No. A487

光吸収分析
Spectrophotometric Analysis

食用油中鉛のグラファイトファーネス 原子吸光法による直接測定

Direct Determination of Pb in Edible Oils by GF-AAS

はじめに

Introduction

食用油はおそらく世界中で最も普及している料理の材料であり、果物（オリーブ、ココナッツ、ヤシなど）、ナッツ類（ウォールナッツ、マカダミアナッツ、アーモンドなど）、種（ゴマ、ひまわりなど）、そして植物（大豆、キャノーラ、唐辛子など）など様々な原料から生産されています。これらの油は、焼いたり揚げたりの調理用だけでなく、ドレッシングやトッピングなど食品としても用いられます。

このように食用油は幅広く消費されており、その安全性、無毒性、そして規定の品質を確認することは重要です。

ここでは、島津原子吸光分光光度計 AA-7000 とグラファイトアトマイザ GFA-7000 を使用し、AOAC International Official Method 994.02 “グラファイトファーネス法による食用油と脂質中鉛の直接測定” に従い、食用油中の鉛を直接定量した例をご紹介します。

T. Kawakami

試料

Sample

ごま油（1点）

試料の前処理

Sample Preparation

2 g のレシチンをシクロヘキサンで溶解し 100 mL としたものをマトリックス修飾剤として使用しました（レシチン 2 %w/v 溶液）。

ごま油 5 g とレシチン 2 %w/v 溶液 5 g を混合したものを測定試料としました。測定の妥当性確認のため、50 ppb の鉛を添加したのもも作製し、添加回収試験試料としました。

装置と測定条件

Instrument and Analytical Conditions

測定には、島津原子吸光分光光度計 AA-7000 とグラファイトアトマイザ GFA-7000、そしてオートサンブラ ASC-7000 を用いました。

分光器パラメータを Table 1 に温度プログラムを Table 2 にそれぞれ示します。

有機溶媒および有機化合物を多く含む試料の分析では、溶媒や有機化合物の蒸発、分解除去のために、乾燥から原子化まで正確な温度とガス流量の制御が重要になります。

グラファイトアトマイザ GFA-7000 は、室温から 3000 °C までの加熱が可能であり、高感度光センサーとデジタル温度制御方式の採用で、乾燥から原子化まで全温度領域で正確な温度制御を実現しています。さらに、独立 2 系統の電気制御流量コントロールの採用により、アルゴンインナーガス流量は 0.01 L/min 単位で設定可能です。これらにより、高感度で高精度な測定を可能にしています。

Table 1 分光器パラメータ
Optics Parameters

ランプ電流値 (mA)	10
測定波長 (nm)	283.3
スリット幅 (nm)	0.7
点灯モード	BGC-D2

Table 2 温度プログラム
Furnace Program

	温度 (°C)	時間 (秒)	加熱モード ²	感度	ガス種類	ガス流量
1	120	10	RAMP	☐	#1	0.30
2	120	20	STEP	☐	#1	0.30
3	800	60	RAMP	☐	#1	0.30
4	800	20	STEP	☐	#1	0.30
5	800	3	STEP	☐	#1	0.00
6	1800	5	STEP	☐	#1	0.00
7	2500	1	RAMP	☐	#1	0.05
8	2500	3	STEP	☐	#1	0.05

原子化ステージは No. 6

分析

Analysis

鉛の標準原液は市販の油性混合標準液 (CONOSTAN® S-21) を、ブランクオイルで希釈して 20, 50, 100 ppb の標準液を作製しました。希釈用のブランクオイルには市販のサラダ油を使用し、調製は重量で行いました (wt%)。

各標準液 5 g とレシチン 2 %w/v 溶液 5 g を混合したものを標準液としました。

測定にはプラットホームチューブを使用し、試料注入量は 10 µL としました。

■分析結果

Analysis Result

Fig. 1 に今回の方法で得られた検量線を，標準液のピークプロファイルを Fig. 2 にそれぞれ示します。

Table 3 にゴマ油の測定結果と添加回収試験の結果を示します。添加回収試験結果は，100 % 近い良好な結果が得られました。

Fig. 3 にゴマ油測定時のピークプロファイルを示します。

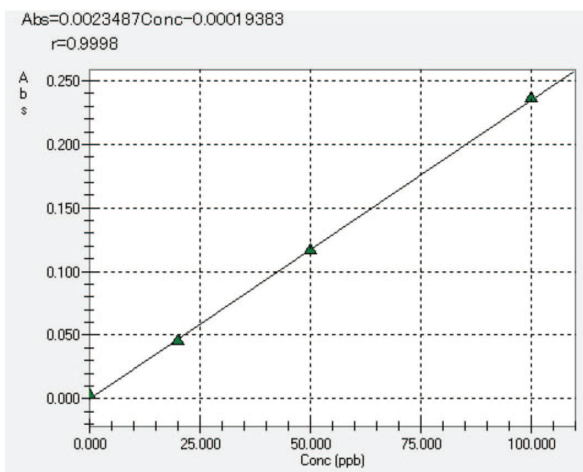


Fig. 1 食用油中鉛の検量線
Calibration Curve of Pb in Edible Oil

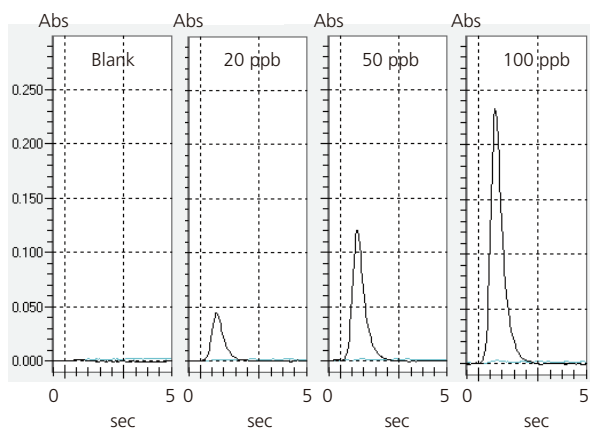


Fig. 2 鉛標準液のピークプロファイル
Signal of Pb in Standard

Table 3 ゴマ油中 Pb の測定結果
Measurement results of Pb in Sesame Oil

元素	ゴマ油	50 ppb添加 回収試験液	回収率
Pb	< 4 ppb*	50 ppb	100 %

* : 吸光度 0.01 以下

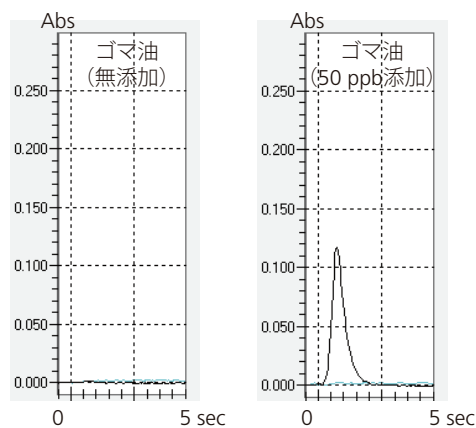


Fig. 3 ゴマ油中鉛のピークプロファイル
Signal of Pb in Sesame Oil

■まとめ

Summary

今回，AA-7000 とオートランプラ ASC-7000，グラファイトファーネスアトマイザ GFA-7000 を用いて，AOAC Official Method 994.02 に従った食用油中鉛の直接測定を行い，規格の適用濃度領域（18 $\mu\text{g}/\text{kg}$ (ppb) 以上）において良好な感度と回収率が得られました。

■参考文献

References

- 1) AOAC Official Method 994.02, Lead in Edible Oils and Fats, Direct Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrophotometric Method
- 2) Application News No.AA-003 "AOAC 994.02: Determination of Pb in Edible Oils and Fats by GF-AAS" SHIMADZU SCIENTIFIC INSTRUMENTS (SSI)