

Application
News

No. **A583**

原子吸光法

第9版食品添加物公定書によるL-アスコルビン酸(ビタミンC)中鉛(Pb)の測定

2018年に第8版食品添加物公定書が改正され、第9版食品添加物公定書が公布されました。多くの添加物について、純度試験で比濁法により重金属として測定されていた項目が、原子吸光法による鉛の測定に変更されました。

ここでは、よく知られた食品添加物であるL-アスコルビン酸(ビタミンC)中の鉛を、第9版に従い前処理を行いフレイム原子吸光法で測定した例をご紹介します。

T. Kawakami

■ 前処理

第9版では前処理として表1に示す第1法から第5法までが示されています。多くの添加物で、いずれかが前処理法として規定されています。硫酸を添加してホットプレート上で炭化したのち、電気炉で灰化して、得られた灰分を酸で溶解するのが基本的な処理方法(第1法と第2法)ですが、塩類を多く含むものについては、分解または溶解処理後に、ピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム(APDC)-酢酸ブチルによるキレート抽出処理を行います(第3~5法)。添加物によっては個別に前処理法が規定されているものもあります。

L-アスコルビン酸は、前処理として第1法を用い、得られた検液をフレイム原子吸光法で測定します。処理量は2gで、鉛の含有基準は固体中で2 μg/g以下です(検液中では0.4 mg/L以下)。

今回、L-アスコルビン酸に適用した前処理のフローを図1に示します。図2に炭化処理と灰化時のサンプルの写真を示します。

表1 前処理法の概略

名称	概略
第1法と第2法	硫酸を添加して加熱し試料を炭化したのち、電気炉で灰化。得られた灰分を酸で溶解する。
第3法	硫酸を添加して加熱し試料を炭化したのち、電気炉で灰化。得られた灰分を酸で溶解後、APDC-酢酸ブチルによるキレート抽出処理を行う。
第4法	湿式分解後にAPDC-酢酸ブチルによるキレート抽出処理を行う。
第5法	溶解後にAPDC-酢酸ブチルによるキレート抽出処理を行う。

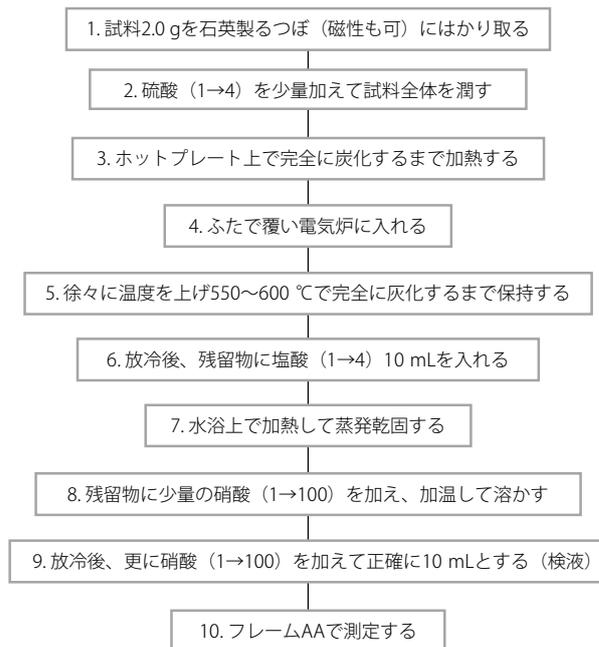


図1 前処理のフロー



図2 炭化処理中と灰化後の試料の写真

■ 装置構成と測定条件

装置はフレームモデルの AA-7000F (図 3) を用いました。
AA-7000F はオプションユニットを追加することにより、
高感度なファーンレス測定も可能な両用機 (図 4) にアップグ
レードすることが可能です。

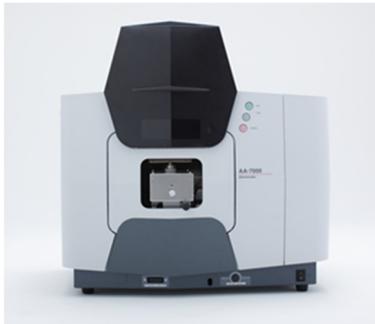


図 3 フレームモデル AA-7000F



図 4 両用機モデル AA-7000F/AAC (オプション装着)

主な測定条件を表 2 に示します。

第 9 版では 0.4 mg/L 標準液 (今回の L-アスコルビン酸で
は固体中基準の 2 ppm に相当) と比較して判定しますが、
今回はブランクも含めて 5 点の標準液を作製しました。また
分解処理前に標準液を検液中で 0.2 mg/L (固体中で 1 μg/g)
添加したものも測定し添加回収率を求めました。

表 2 測定条件

測定元素	: 鉛 (Pb)
分析波長	: 283.3 nm
スリット幅	: 0.7 nm
バックグラウンド補正	: 重水素ランプ法
フレームタイプ	: 空気-アセチレン
バーナ高さ	: 7 mm
バーナ角度	: 0 度
積算時間と繰返し回数	: 3 秒×3 回
標準液濃度	: 0 mg/L (0.0 μg/g) * 0.1 mg/L (0.5 μg/g) 0.2 mg/L (1.0 μg/g) 0.3 mg/L (1.5 μg/g) 0.4 mg/L (2.0 μg/g)

* : カッコ内の値は固体中に換算した濃度です

■ 測定結果

標準液の測定結果を表 3 に、検量線を図 3 に示します。
鉛の定量下限は 0.1 mg/L でした。

表 4 に L-アスコルビン酸の測定結果を示します。鉛濃度
は定量下限以下 (固体中で 0.5 μg/g 以下) でした。また添
加回収率は 95 % と良好でした。

表 3 標準液の測定結果

設定濃度	吸光度 (n=3)	%RSD (n=3)	標準偏差 (n=3)
0 mg/L	0.0003	46	0.0002
0.1 mg/L	0.0029	7.3	0.0002
0.2 mg/L	0.0055	3.8	0.0002
0.3 mg/L	0.0083	3.0	0.0003
0.4 mg/L	0.0107	1.6	0.0002

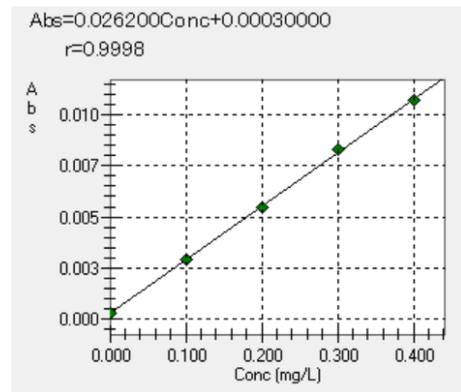


図 5 鉛 (Pb) の検量線

表 4 L-アスコルビン酸中鉛 (Pb) の測定結果

検液中濃度	固体中濃度	添加試料の 検液中濃度	添加回収率
<0.1 mg/L	<0.5 μg/g	0.19 mg/L	95 %

■ まとめ

第 9 版食品添加物公定書に従い、L-アスコルビン酸 (ビタ
ミン C) 中の鉛を、前処理として第 1 法 (灰化後酸溶解)
を用いてフレーム原子吸光法を用いて測定しました。良好な添
加回収率が得られ、基準値の 2 μg/g を定量可能であることを
確認しました。

AA-7000 はダブルビーム光学系を採用しており、低ノイズ
でランプ点灯直後から安定したベースラインを提供します。

バーナヘッドはチタン製で、耐腐食性が優れています。
さらに空冷式で脱着も簡単で、洗浄などのメンテナンスも容
易に行うことができます。