

Application News

No.J103

ICP 発光分光分析
Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry

玄米中微量元素および主成分元素の一斉分析：ICPE-9820

Simultaneous Analysis of Trace and Major Elements in Rice by ICPE-9820

■はじめに

Introduction

米とは、稲の種子の総称であり、とうもろこし、小麦とともに、世界三大作物と呼ばれ、その多くが、アジア圏の人々の主食とされています。稲の実から殻を除いたものを玄米といい、更に、玄米から糠と胚芽を取り除いた（精米作業）ものを白米といいます。玄米は、タンパク質や脂質、ミネラル、ビタミン、食物繊維などの栄養素をバランス良く含むため、近年は健康食品としても注目されています。

一方で、汚染された水や農地で生育された米（汚染米）による健康被害が問題となっています。特に、カドミウム (Cd) は、長期間摂取することで、腎臓障害等を引きおこすことから、国際基準（CODEX 規格）で 0.4 mg/kg 以下と厳しく規制されています。

玄米は、カリウム (K) やリン (P) などが高濃度含有されています。これらの主成分元素から微量元素のカドミウム (Cd) までを一斉分析するには、ダイナミックレンジの広い装置が必要となります。

今回、島津マルチタイプ ICP 発光分光分析装置 ICPE-9820 を用い、玄米試料中元素の一斉分析を行いました。ICPE-9820 は、プラズマの軸 (AX) / 横 (RD) 両方向観測により、高濃度元素から微量元素まで一斉分析を行うことができます。

S. Hashimoto

■試料

Sample

玄米粉未標準物質 NIES No.10-a, -b, -c

■試料の前処理

Sample Preparation

試料 0.4 g を分解容器に秤取り、硝酸 4.5 mL、塩酸 0.5 mL を加え、予備反応のため 1 時間ほど静置しました。分解容器を密閉し、マイクロ波試料前処理装置により分解を行いました。放冷後、分解液を純水で 20 mL に定容し、分析試料としました。

■装置と測定条件

Instrument and Analytical Conditions

測定には、島津マルチタイプ ICP 発光分析装置 ICPE-9820 を用いました。測定条件を Table 1 に示します。ICPE-9820 は、高濃度元素の分析に適した横方向観測 (RD) と、高感度の軸方向観測 (AX) の自動切換機能があります。Fig. 1 に軸方向観測と横方向観測による K の検量線 (最大 200 ppm) を示します。高濃度の K は、横方向観測の方が、軸方向観測

より良好な直線性が得られます。一方、微量の Cd は、軸方向観測で高感度に測定を行うことができます。このように、2 種類の観測方法を自動切換えで測定を行うことにより、同一溶液中、高濃成分と微量濃度成分を一斉分析することができます。

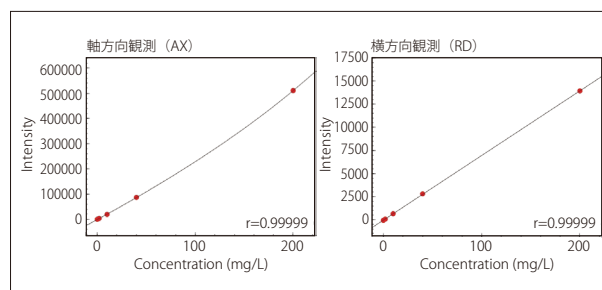


Fig. 1 K766.490 nm の軸方向観測、横方向観測による検量線 (最大濃度 200 mg/L)
Calibration Curves of K766.490 nm with Axial Viewing and Radial Viewing (Max. concentration 200 mg/L)

Table 1 測定条件
Analytical Conditions

装置	: ICPE-9820
高周波出力	: 1.2 kW
プラズマガス流量	: 10 L/min
補助ガス流量	: 0.6 L/min
キャリアーガス流量	: 0.7 L/min
試料導入	: ネブライザー 10
チャンバー	: サイクロンチャンバー
プラズマトーチ	: ミニトーチ
観測方向	: 軸 (AX) / 横 (RD)

■分析

Analysis

検量線法で定量分析を行いました。

[参考資料]

- 1) CODEX GENERAL STANDARD FOR CONTAMINANTS AND TOXINS IN FOODS(CODEX STAN 193-1995, Rev.3-2007)

■分析結果

Analytical Result

Table 2 に分析結果を示します。Fig. 2, 3 に Cd のスペクトル線プロファイルと検量線を示します。

今回分析した玄米標準物質は、Cd の汚染レベルが 3 段階ありますが、規制値である 0.4 mg/kg 以下の微量濃度においても良好な結果が得られました。また、Cd 以外の多くの元素も、保証値と一致した良好な結果が得られました。

■まとめ

Conclusion

ICPE-9820 を用いることで、微量の Cd を高感度に分析できるとともに、同じ溶液で高濃度の主成分元素 (K, P 等) を一斉分析することができます。

Table 2 玄米の分析結果 (単位: µg/g)
Analytical Results of Rice

元素	NIES No.10-a		NIES No.10-b		NIES No.10-c	
	定量値	保証値	定量値	保証値	定量値	保証値
Al	3.1	(3)	2.1	(2)	1.7	(1.5)
Ca	96	93±3	79	78±3	96	95±2
Cd	0.02	0.023±0.003	0.31	0.32±0.02	1.80	1.82±0.06
Cu	3.6	3.5±0.3	3.4	3.3±0.2	4.3	4.1±0.3
Cr	0.08	(0.07)	0.20	(0.22)	0.10	(0.08)
Fe	12.2	12.7±0.7	12.8	13.4±0.9	10.9	11.4±0.8
K	2750	2800±80	2520	2450±100	2780	2750±100
Mn	33.8	34.7±1.8	30.8	31.5±1.6	39.4	40.1±2.0
Mo	0.37	0.35±0.05	0.45	0.42±0.05	1.63	1.6±0.1
P	3430	3400±70	3180	3150±60	3380	3350±80
Pb	1.1	-	1.2	-	1.2	-
Zn	24.8	25.2±0.8	22.0	22.3±0.9	22.8	23.1±0.8

() 内数値は参考値

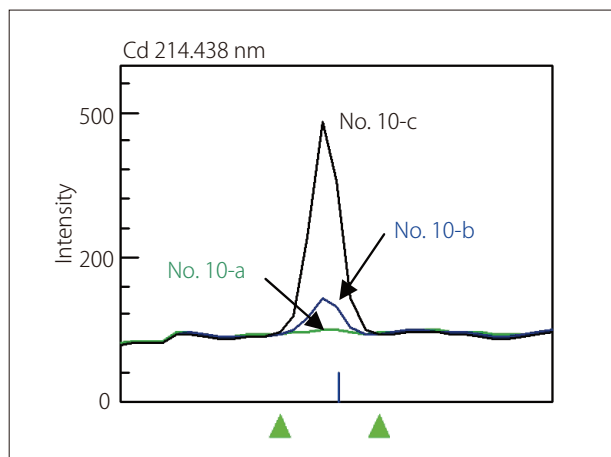


Fig. 2 Cdのスペクトル線プロファイル
Spectral Profile of Cd

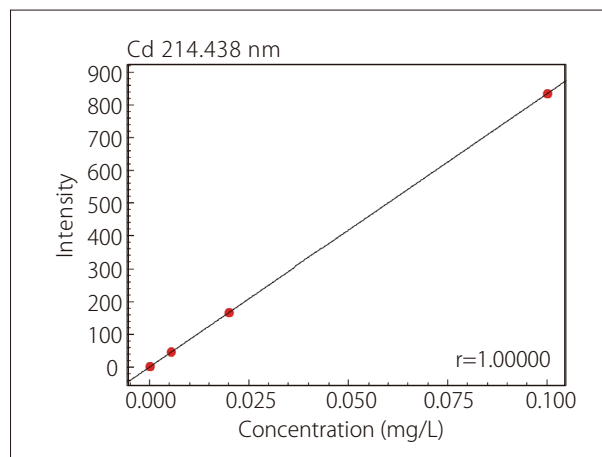


Fig. 3 Cdの検量線
Calibration Curve of Cd