

牛乳中および白糖中Pb（鉛）の測定

Measurement of Pb in Milk and Sugar

鉛は人体に対し有害なため、食品中に含まれる鉛の許容量が低くなる傾向があり、その測定には、原子吸光分析で感度の良い電気加熱原子化法が有効です。

今回は牛乳に含まれる鉛と、日本薬局方の13改定から新たに採用された、精製白糖中の鉛分析について、電気加熱原子化法を用いた測定法を示します。

牛乳中のPb分析

Measurement of Pb in Milk

牛乳中のPb分析では、酸などを添加して加熱分解し、フレイム法や電気加熱原子化法で測定されるのが一般的ですが、前処理に時間がかかるなどの欠点があります。電気加熱原子化法による直接分析では、牛乳に多く含まれる有機物の分解を効果的に行うために、灰化中に酸素を流す方法が試みられていますが、この方法では、酸素によるグラファイトチューブの劣化が激しくなることが予想されます。しかし今回、電気加熱原子化法でも、プラットチューブを使用することにより、酸素あるいは空気添加が無くても、精度良く測定できる

ことがわかりました。

Table 1に使用した加熱プログラム、Fig.1に牛乳中Pbが示したピークプロファイルと検量線を示します。市販の牛乳には、Pbがほとんど含まれていませんので、既知量を添加して評価しました。Table 2にその結果を示します。添加量にはほぼ等しい値が得られていることにより、検量線法でも正確に測定できることがわかります。今回の測定では、定量限界は5ppb程度あることがわかりました。

Table 1 測定に使用した加熱プログラム
Furnace Program Used

空気添加無し						
ステージ	温度 (°C)	時間 (秒)	加熱モード	ガス種類	インナーガス流量	
1	70	3	ランプ	Ar	0.20	
2	120	30	ランプ	Ar	0.50	
3	400	20	ランプ	Ar	0.50	
4	500	10	ランプ	Ar	1.00	
5	700	10	ステップ	Ar	1.00	
6	700	3	ステップ	Ar	0.0H	
7	2400	3	ステップ	Ar	0.0H	
8	2600	2	ステップ	Ar	1.00	

Table 2 牛乳中のPbの測定結果
Result of Measurement Pb in Milk

	測定結果	添加量
空気添加有り	10.5ppb	10.0ppb
空気添加無し	10.4ppb	10.0ppb

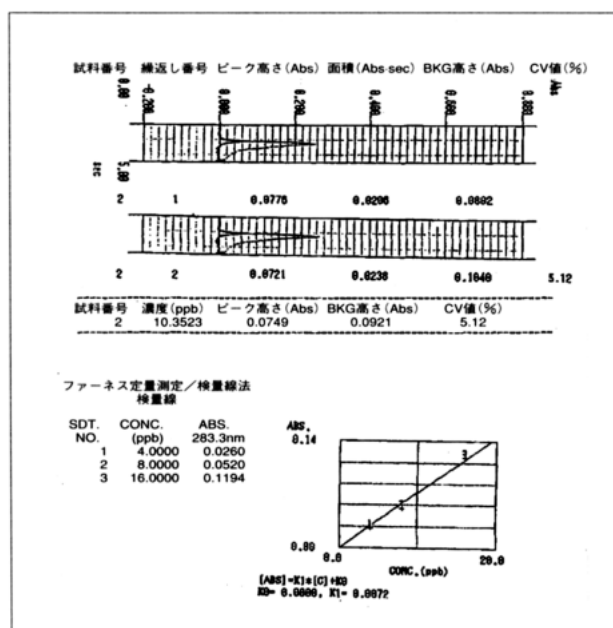


Fig.1 牛乳中のPbが示すピークプロファイルと使用した検量線
Peak Profiles of Pb in Milk and the Calibration Curve for Measurement

おもな測定条件：
波長；283.3nm、スリット；0.5nm
サンプル注入量；10μl+2μl (Pb；100ppm)

精製白糖中のPb測定 Determination of Pb in Refined White Sugar (-D-fructofuranosyl- -D-glucopyranoside)

日本薬局方第13改正から、精製白糖中の純度試験に今までに重金属にかわり、Pbを電気加熱原子化法で測定することが加えられました。今回、この局方に従ったTable 3に示すような前処理を行い、標準添加法のための試料調製はオートサンプラーにて行い測定しました。測定条件をTable 4に、測定結果をFig.3に示します。測定した白糖では鉛が検出されませんでした。検量線中で1ppbの鉛がはっきり検出されていることより、白糖中で0.5ppm以下（処理した溶液中では5ppb以下）という基準は十分測定が可能であることがわかります。

Table 3 精製白糖中のPbの前処理法
Pretreatment Method for Pb in Sugar

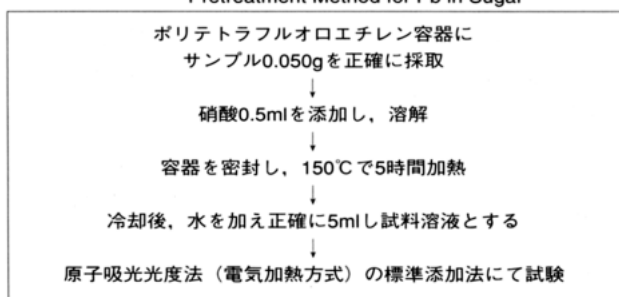


Table 4 おもな測定条件
The Parameters Used for Analysis of Pb in Sugar

点灯条件								
元素: Pb								
ターゲット番号: 1								
ランプ電流 Low(mA): 10								
ランプ電流 High(mA): 0								
波長(nm): 283.3								
スリット幅(nm): 0.5								
点灯モード: BGC-D2								
温度プログラム								
炉内濃縮最終ステージ番号: 5								
濃縮回数: 1								
温度 (°C)	時間 (sec)	加熱 モード	感度	ガス 種類	インナー ガス流量	サンプ リング	前ステージ (sec)	
1	110	30	Ramp	Regular	Gas #1	0.20	Off	0
2	250	10	Ramp	Regular	Gas #1	0.20	Off	0
3	600	20	Ramp	Regular	Gas #1	1.00	Off	0
4	600	20	Step	Regular	Gas #1	1.00	Off	0
5	600	5	Step	High	Gas #1	0.00	Off	0
6	2100	3	Step	High	Gas #1	0.00	On	2
7	2600	2	Step	Regular	Gas #1	1.00	Off	0
オートサンプラーの混合条件								
添加濃度(ppb)	サンプル採取量	R2(Pb:10ppb標準液)	R1(純水)	合計				
ブランク	0μl	0μl	200μl	200μl				
0	100μl	0μl	100μl	200μl				
1	100μl	20μl	80μl	200μl				
2	100μl	40μl	60μl	200μl				
3	100μl	60μl	40μl	200μl				

Pb: 10ppbの標準液および純水には約1.1mol/lの硝酸を含む
注入量: 20μl

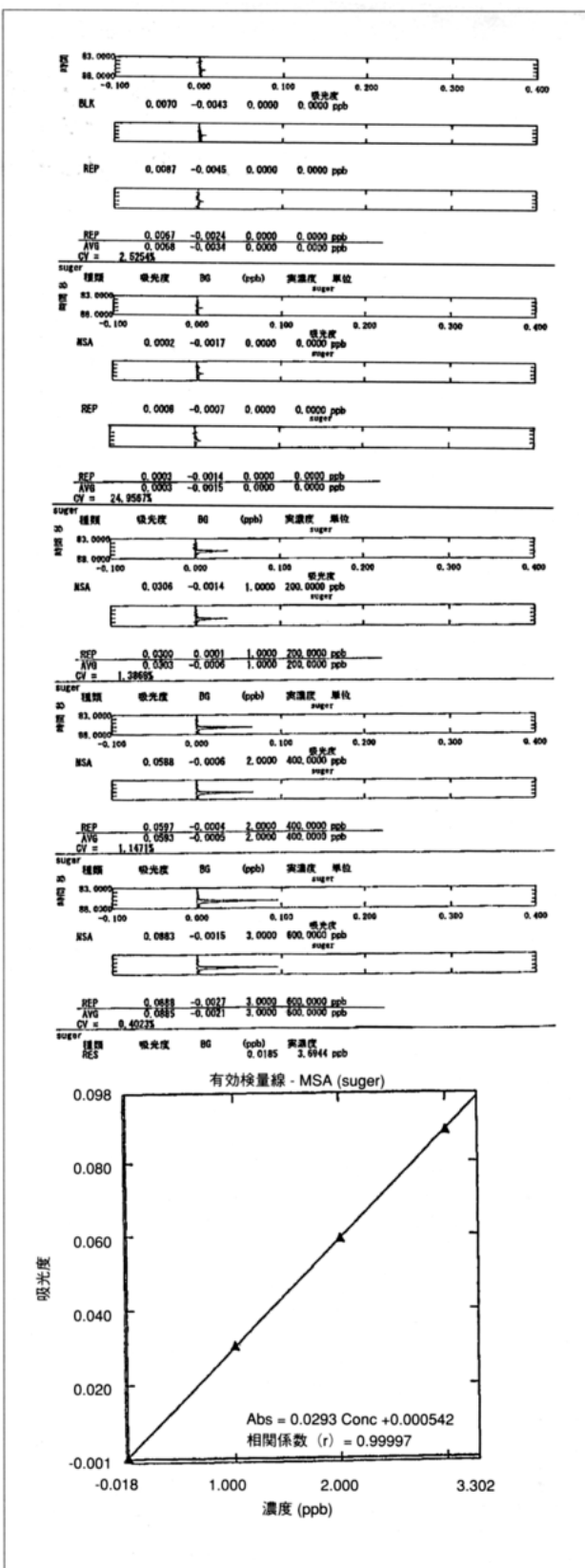


Fig.3 精製白糖中のPbの測定結果
The Result of Analysis of Pb in Sugar