

フレーム原子吸光法による玄米中カドミウムの分析

姜 雨晶

ユーザーベネフィット

- ◆ 玄米中カドミウムの分析を簡便な希酸抽出法で行えます。
- ◆ パーナヘッド上にアトムブースターを装着すると、フレーム内での原子の滞留時間が長くなり原子化密度が高くなるため、吸光度が2~3倍程度向上します。

■はじめに

カドミウムは米、野菜、果実、肉、魚など多くの食品に含まれていますが、日本では米からのカドミウム摂取量が最も多く、全体摂取量の約4割と推定されます¹⁾。平成22年の食品衛生法の食品・添加物等の規格基準の改正により、「玄米および精米中にカドミウムとして0.4 ppm (mg/kg)を超えて含有するものであってはならない」とされ、従来の基準1.0 ppm (mg/kg)未満から規制が強化されました²⁾。

現在の公定法³⁾では、玄米試料を硫酸および硝酸の強酸による湿式灰化分解後に、キレート剤(ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム(DDTC))を用いて、メチルイソブチルケトン(MIBK)による抽出操作が必要です。この方法は、分解に長時間を要し、作業効率が悪く、分析者の有害物被曝や廃液処理も問題となります。

本稿では、迅速に結果が得られる簡易スクリーニング法(公定法に非準拠)を用いて、玄米を希酸で抽出する過後、そのまま原子吸光分光光度計AA-7800Fで測定することにより、カドミウムが感度良く測定できたことを報告します。

■アトムブースターによる高感度分析

原子吸光分析法には大きく分けて、フレーム法とファーンネス法(電気加熱原子化法)があります。微量分析が必要となる時はファーンネス法(電気加熱原子化法)が使用される場合が多いですが、フレーム法の迅速性、信頼性を活かしたいという場合も多いです。

アトムブースターは、上下にスリットが切られた全長が約15 cmの石英管です(下側スリットは長さ100 mm、上側スリットは80 mm)。上部のスリットが下部のスリットより短いため、フレーム内での原子の滞留時間が長くなります。従って、原子化した元素の密度が高くなり、吸光度の向上につながります。特に、比較的低温で原子化する元素(Cd, Pb, Cuなど)に効果的です。



図1 アトムブースター外観

■試料と前処理

試料：認証標準物質 玄米粉(カドミウム分析用) (NMIJ CRM 7531-a)を試料として使用しました。

試料の前処理：容器に玄米粉を2 g量りとり、1 mol/Lの硝酸または塩酸を20 mL加え、蓋を閉めて室温で1時間振り混ぜた後、ろ紙でろ過して、ろ液をそのまま分析試料として使用しました。

■装置構成と分析条件

装置は島津原子吸光分光光度計AA-7800Fを用いました。分光器とフレーム法分析に関する主な条件を表1に示します。測定は検量線法で行いました。

表1 分析条件

元素	Cd
分析装置	AA-7800F
分析波長	228.8 nm
スリット幅	0.7 nm
点灯モード	BGC-D2
ランプ電流値	8 mA
パーナー高さ	7 mm (アトムブースター使用時：13 mm)
フレームタイプ	空気-アセチレン
アセチレン流量	1.8 L/min
積分時間	5 秒
繰り返し測定回数	3 回

■分析結果

試料の分析結果を表2に示します。それぞれ抽出液として希硝酸と希塩酸の比較、測定時にアトムブースター使用とアトムブースター不使用の比較を行いました。抽出液として硝酸、塩酸の1 mol/L溶液を比較すると、硝酸の抽出率が最も高く、玄米中カドミウムがほぼ全量抽出されることがわかりました。アトムブースター使用時は、通常のフレーム法と比べて、吸光度が約2.5倍向上しました。Cdの検量線を図2~3に示します。いずれも良好な直線性を示しました。

表2 Cdの分析結果

酸の種類	アトムブースター	分析結果 (mg/L)	SD	実濃度 (mg/kg)
1 mol/L 硝酸	なし	0.0297	0.0006	0.299
	あり	0.0295	0.0005	0.298
1 mol/L 塩酸	なし	0.0284	0.0003	0.288
	あり	0.0271	0.0002	0.275
認証値 (mg/kg)		0.308 ± 0.007		

表3 Cdの定量下限

酸の種類	アトムブースター	固体中の定量下限 (mg/kg)
1 mol/L 硝酸	なし	0.07
	あり	0.03
1 mol/L 塩酸	なし	0.1
	あり	0.04
基準値	0.4 ppm (mg/kg)	

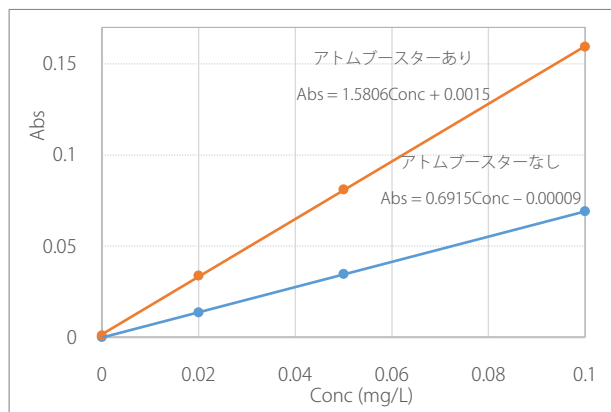


図2 Cdの検量線(硝酸抽出液)

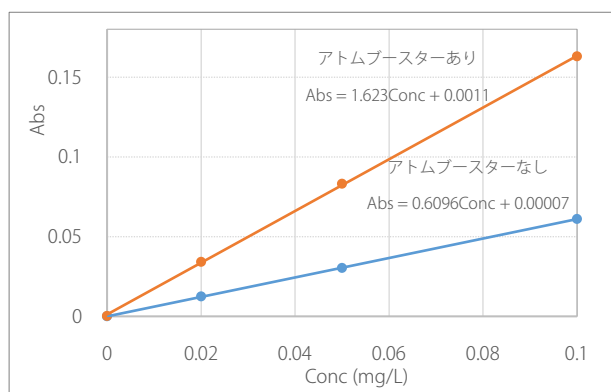


図3 Cdの検量線(塩酸抽出液)

表3に固体中のCdの定量下限を示します。定量下限は検量線ブランクを10回繰り返して測定し、得られた標準偏差(SD)から算出された10σの値を実試料に換算して表記しています。アトムブースターを使用することで、定量下限は基準値の1/10以下と良好な結果が得られました。

■まとめ

AA-7800による玄米中のカドミウム分析は、簡易なスクリーニング法を用いて簡便に行えます(ただし、公定法に非準拠)。正式な分析は公定法に従わなければなりません、基準値を超える可能性を迅速に判定できるため、公定法に先立つスクリーニング技術として活用できます。

また、バーナヘッド上にアトムブースターを装着することで、通常のフレーム法と比較して約2~3倍の吸光度の向上が図れます。

AA-7800シリーズはユニットの追加によるアップグレードが可能で、分析対象に応じてシステムを進化させることができます。



フレームモデル AA-7800F

<参考文献>

- 厚生労働省医薬食品局食品安全部 「食品に含まれるカドミウム」に関するQ&A. 平成22年7月改訂版
- 厚生労働省告示第183号：2010/4/8
- 食品衛生検査指針(理化学編) 東京:社団法人日本食品衛生協会
- アプリケーションニュース A427 「フレーム原子吸光法による玄米中カドミウムの分析」