SHIMADZU
Excellence in Science

Application News

No. A642

原子吸光分光光度計　AA-7000F/AAC／GFA-7000A／ASC-7000

マイクロウェーブ分解 - ファーネス法による栄養機能食品中微量重金属の測定

姜 雨晶

ユーザーベネフィット

- ◆ 栄養機能食品中の微量重金属の測定を原子吸光分光光度計(AA)で容易に行えます。
- ◆ マイクロウェーブ分解法を用いることで、短時間かつ低環境汚染で前処理が行えます。
- ◆ ファーネス法測定において、高感度でppbオーダーのデータを取得することができます。

■はじめに

栄養機能食品は、特定の栄養成分の補給のために利用される食品で、当該栄養成分の機能を表示するものです。健康の維持や栄養成分補給などのために、多くの人が栄養機能食品を利用しています。表示できる成分と含有範囲が規定されおり、ミネラル類が5種類（亜鉛、カルシウム、鉄、銅、マグネシウム）、ビタミン類が12種類です。多くの場合、天然物からの抽出物や食品添加物を原料として製造されています。

しかし、原材料や製造中に有害な重金属が混入する可能性があります。日本では玄米、飲料水、食品添加物などに重金属の基準値を設定しています。国際機関や諸外国でも多くの食品に重金属の基準値を設定しています。

ここでは、市販のビタミン剤をマイクロウエーブ分解法で処理し、ファーネス法で重金属の鉛(Pb)、ヒ素(As)とカドミウム(Cd)を測定した例をご紹介します。

マイクロウェーブ分解法は分解能力が高く、短時間で分解処理でき、試薬の消費量が少なく、金属元素が揮発しにくいという利点があります。

ファーネス法は少量の試料で多くの元素を高感度に測定できます。

■試料の前処理

0.5 gのビタミン剤を秤量し、あらかじめ希硝酸で洗浄したマイクロウェーブ分解容器にとり、硝酸6 mL及び過酸化水素2 mLを加えて密封した後、表 1の条件[1]でマイクロウェーブ分解を行いました。

表1　マイクロウェーブ分解条件

ステップ	時間(分)	温度(℃)	出力(W)
1	0	0	0
2	2	70	500
3	5	50	0
4	20	200	500
5	30	200	500

放冷後、分解液をビーカーに移し、ホットプレートで乾固直前まで加熱し続けました。そこへ硝酸0.25 mLと水少量を加えて溶解し、50 mLの容器に純水を用いて標線までメスアップしました。

■装置構成と測定条件

装置は島津原子吸光分光光度計AA-7000F/AACを用いました。ファーネス法にグラファイトファーネスアトマイザーおよびオートサンプラーを用いました。

ファーネス法は、フレーム法と比較して、より高感度に分析できます。

測定は検量線法で行いました。使用した装置の測定条件および原子化条件を表 2に示します。

表 2　測定条件

元素	Pb	As	Cd
分析波長	283.3 nm	193.7 nm	228.8 nm
スリット幅	0.7 nm	0.7 nm	0.7 nm
点灯モード	BGC-D2	BGC-D2	BGC-D2
ランプ電流値	10 mA	12 mA	8 mA
灰化温度	700℃	900℃	500℃
原子化温度	2000℃	2100℃	2000℃
チューブタイプ	パイロ	プラットホーム	パイロ
Pd 50ppm添加量	なし	2 μL	2 μL
試料注入量	10 μL		
繰り返し測定回数	2回(最大3回)		

■測定結果

Pb, As, Cd標準液の測定結果を表 3(a)~(c)に示します。検量線をそれぞれ図 1~3に示します。各検量線がr = 0.999 以上と良好な相関関係が得られました。

表4に測定結果を示します。試料からPb, As, Cdいずれも検出されませんでした。定量下限はブランク試料を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の値を表記しています。溶液中Pbの定量下限は0.3 ppb、Asの定量下限は3 ppb、Cdの定量下限は0.05 ppbでした。

表 3(a)　Pb標準液の測定結果

設定濃度(ppb)	吸光度(Abs)	%RSD	SD
0	0.0010	22.33	0.0002
4	0.0334	0.00	0.0000
10	0.0796	2.02	0.0016
20	0.1432	1.04	0.0015

表 3(b)　As標準液の測定結果

設定濃度(ppb)	吸光度(Abs)	%RSD	SD
0	0.0064	18.93	0.0012
4	0.0376	6.21	0.0023
10	0.0798	0.44	0.0004
16	0.1207	1.64	0.0020
20	0.1506	3.24	0.0049

表 3(c)　Cd標準液の測定結果

設定濃度(ppb)	吸光度(Abs)	%RSD	SD
0	0.0036	5.81	0.0002
0.4	0.0950	0.22	0.0002
1	0.2046	0.73	0.0015
2	0.4028	0.83	0.0033

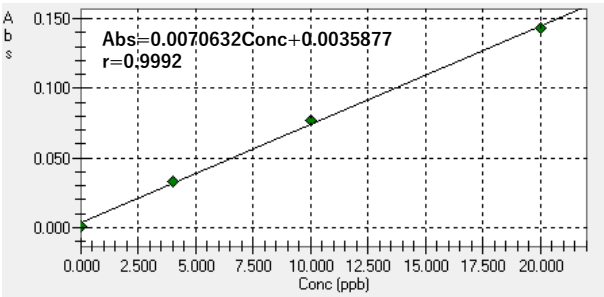

図 1　Pbの検量線

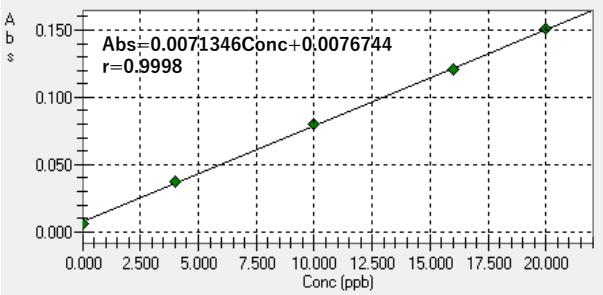

図 2　Asの検量線

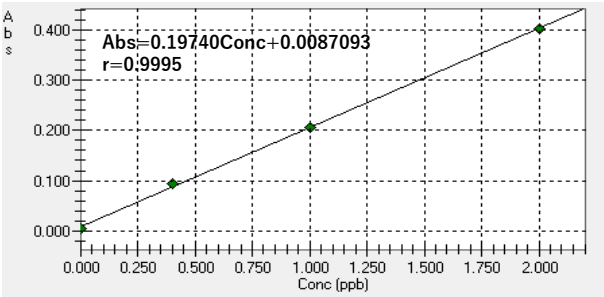

図 3　Cdの検量線

表 4　サンプルの測定結果

元素	吸光度 (Abs)	SD	%RSD	実濃度 (mg/Kg)
Pb	0.0020	0.0001	12.86	<0.03
As	0.0108	0.0023	21.51	<0.3
Cd	0.0032	0.0002	6.53	<0.005

表 5にサンプルの添加回収率を示します。添加回収試験は元素ごとに一定濃度の標準液を添加し、濃度測定を行いました。添加回収率はいずれの元素も100±10 %以内と良好な結果でした。

図 4に測定時のピークプロファイル抜粋を示します。

表 5　サンプルの添加回収率

元素	添加量(ppb)	測定値(ppb)	回収率(%)
Pb	4	3.88	97%
As	10	9.58	96%
Cd	1	1.08	108%

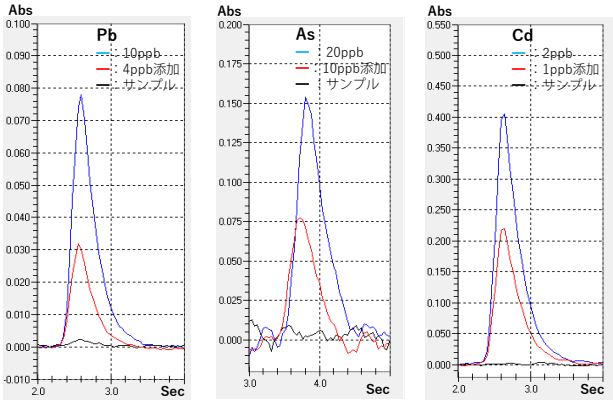

図 4　ピークプロファイル抜粋(BG省略)

■まとめ

AAによる栄養機能食品中の微量重金属の測定は、試料前処理にマイクロウェーブ分解法を用いることで、従来の湿式分解や乾式分解と比較して短時間で処理が可能となり、試薬の消費量が少なく、金属元素が揮発しにくい利点があります。

As測定に関して、プラットホームチューブを使用することによって再現性よく測定することできました。さらに、硝酸パラジウムを干渉抑制剤として使用し、ファーネス法でAs, Cdを測定することにより、高感度なデータを取得することができました。

■参考文献

(1) 日本食品標準成分表2015年版（七訂）分析マニュアル

株式会社 島津製作所 分析計測事業部 グローバルアプリケーション開発センター
島津コールセンター 0120-131691

初版発行：2020 年 10月

本文中に記載されている会社名および製品名は、各社の商標および登録商標です。
本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。

改訂版は会員制サイト Solutions Navigator で閲覧できます。
https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm
閲覧には、会員制情報サービス Shim-Solutions Club にご登録ください。
https://solutions.shimadzu.co.jp/

© Shimadzu Corporation, 2020