

ファーンズ原子吸光分析法による チョコレート中のカドミウムの分析

サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社

キーワード

原子吸光分析 / グラファイトファーンズ / ゼーマン / カドミウム / チョコレート

主な利点

- ・ iCE 3500原子吸光分析装置は微量元素分析のためのシンプルなソリューションを提供
- ・ ウィザード形式のSOLAARソフトウェアにより、迅速で容易な装置最適化とメソッド開発が可能
- ・ グラファイトファーンズテレビジョンシステム (GFTV) により、キュベット内の試料を観察しながら容易にファーンズ分析条件を設定

概要

Thermo Scientific iCE 3500原子吸光分析装置は、チョコレート中のカドミウムのシンプルな分析のための理想的なソリューションです。簡単な試料調製方法と、完全に最適化されたメソッドを用いて、食品中のカドミウム濃度を現在の推奨基準値をはるかに下回るレベルで正確に検出することが可能です。

はじめに

カドミウムは、金属メッキ、プラスチックおよびガラス用色素、電池製造など多くの用途で用いられる重金属です。カドミウムは、主にこれらの産業起因で環境に放出され、水や土壌に蓄積し、摂取吸収や食物連鎖を通じて植物や動物、魚に蓄積されます。したがって、カドミウムの人間への主な暴露経路の一つは食品からの摂取です。

カドミウムの暫定的耐容週間摂取量 (PTWI) は現在、体重比7 µg/kgで、この基準は栄養面でのメリットがないカドミウム摂取量を制限しています。食品中のカドミウムの最大レベルは一般的に、0.05 - 0.2 mg/kg湿重量です (1-3)。カドミウムの過剰摂取は、嘔吐、胃腸痛、骨軟化、腎障害の原因となります。カドミウムは腎臓に蓄積し、最後には腎不全を引き起こします。

チョコレートやチョコレートをつかった菓子、キャンディーは、子どものおやつや成人の贈り物として一般的です。チョコレートの主原料は、ココア、ミルクおよび脂肪であり、いずれ



もカドミウムを含有する可能性があります。したがって、チョコレート中のカドミウムレベルの測定は、世界中のチョコレート消費者や製造者にとって重要な課題です。

メソッド

試薬

- ・ 硝酸、69 %、微量金属グレード
- ・ 過酸化水素、30 % w/v、微量金属グレード
- ・ 1000 mg/Lカドミウム標準溶液
- ・ 硝酸アンモニウム

標準および試薬はすべて Fisher Scientific製を用いました。

試料調製

世界で有名なチョコレートブランドのチョコレート (ミルク・ブラック) 約0.3 gを正確に秤量し、マイクロ波分解容器に移しました。硝酸7 mLと過酸化水素1 mLを加え、5分間放置後、容器を密閉。高圧マイクロ波分解装置内で、温度200℃まで10分間かけて昇温して試料を溶解しました。試料は温度200℃で20分間保持し、その後放冷。次に容器内の試料を100 mL容量フラスコに移し、純水で100 mLに定容しました。

(試料は密閉容器内で数時間かけて冷却してから内容物を移すことにより、蒸発成分の損失をできる限り防止することができます。また、容器は複数回水で洗い流し、分解した物質をすべて容量フラスコに移すようにします)。

標準液および試薬の調製

カドミウム標準溶液 (1000 mg/L) を純水で希釈し、1 mg/L 標準液を作成して、試料の分解前に添加しました。この1 mg/L 標準液を用いて、検量線用10 µg/L標準溶液を7%硝酸および1%過酸化水素液性で調製し、分解試料と酸マトリックスを一致させました。ブランク溶液および希釈液についても同じ液性で調整しました。マトリックス修飾剤は硝酸アンモニウム2 g/Lで調製しました (10 µL添加で硝酸アンモニウム20 µg/Lに相当)。

ファーンズ分析メソッド

ファーンズ温度パラメータを表1に示します。

表1: チョコレート中のカドミウムの分析に用いるファーンズパラメータ

ステップ	温度 / °C	保持時間 / 秒	Ramp °C / 秒
乾燥	110	30	10
灰化	400	20	150
原子化	1300	3	0
クリーニング	2500	3	0

SOLAARソフトウェアのファーンズパラメータ最適化ウィザードを用いて、分解したチョコレート試料の乾燥および灰化の最適温度を求めました。GFTVを用いて、試料注入キャピラリーの位置を最適化し、試料のキュベットへの堆積を観察しました。10 µg/Lカドミウム溶液を、本メソッドの基本標準溶液として用い、オートサンプラーによって、2、4、6、8および10 µg/Lの検量線標準溶液を自動的に調製しました。ブランクおよび標準溶液を含め、すべての試料は10 µLの一定量で注入し、10 µLのマトリックス修飾剤をキュベットに添加しました。カドミウムを228.8 nmで分析し、ゼーマンバックグラウンド補正を行いました。ピーク面積を計測して、検量線を作成し、その後実試料濃度を決定しました。

結果および考察

分割近似曲線を用いて、チョコレート中カドミウムの分析のための検量線を作成しました。図1に検量線を示します。標準溶液をスパイクした試料を調製し、カドミウムの添加回収率の評価に用いました。

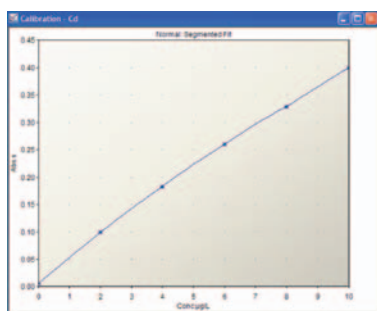


図1: チョコレート中のカドミウムの分析に用いる検量線

1 mg/Lカドミウム標準溶液0.5 mLをチョコレート試料に加え、本メソッドを用いて前処理および分析を行いました (1 mg/Lカドミウム0.5 mLは、5 µg/Lを最終試料溶液に添加することに相当します)。

試料分析結果を表2に示します。

表2: ファーンズ原子吸光によるチョコレート中のカドミウム分析結果

試料	定量濃度 µg/L	元の試料中濃度 mg/kg	添加回収率 %
米国产、ミルク	0.030	0.010	
米国产、ミルク (添加)	5.095		101
英国産、ミルク	0.038	0.012	
英国産、ミルク (添加)	5.182		103
米国产、ブラック	0.124	0.042	
米国产、ブラック (添加)	4.761		93

カドミウムは、3つすべてのチョコレート試料中で少量検出され、その最大値は0.04 mg/kgと算出されました。しかし、すべての試料は、食品中カドミウムの最大基準に関する現在の法令基準以下の含有量でした。

3つの分析試料について添加回収実験を実施し、すべて良好な結果となりました。本メソッドにおける検出下限値と固有濃度を、SOLAARソフトウェアの「装置性能確認ウィザード」を用いて算出した結果、検出下限値は0.029 µg/L、固有濃度は0.060 µg/Lでした。

まとめ

チョコレート中のカドミウムを簡単な分解手法で分析し、マトリックスマッチング標準を用いてカドミウム濃度を正確に測定しました。カドミウムは3試料のすべてで検出されましたが、食品中カドミウム基準を大幅に下回っていました。本メソッドの添加回収率による検証では、検出下限値は0.029 µg/Lでした。SOLAARソフトウェアのウィザードを用いれば、シンプルなメソッド開発が可能であり、ICE 3500原子吸光分析装置は、食品中のカドミウムを分析するためのシンプルで簡単、かつ正確なツールということが出来ます。

参考文献

1. Codex General Standard for Contaminants and Toxins in Foods, Codex Stan 193-1995, Rev.3-2007
2. Peoples Republic of China, FAIR Product Specific Maximum Levels of Contaminants in Foods 2006
3. Commission Regulation (EC) No 1881/2006 of 19 December 2006: Setting Maximum Levels for Certain Contaminants in Foodstuffs

サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社

代理店

☎ 0120-753-670 FAX 0120-753-671

〒221-0022 横浜市神奈川区守屋町3-9 C棟2F

〒532-0011 大阪市淀川区西中島6-3-14 DNX新大阪ビル

E-mail: analyze.jp@thermofisher.com

www.thermoscientific.com (グローバル)

www.thermoscientific.jp (日本)

E1212

Thermo
SCIENTIFIC
Part of Thermo Fisher Scientific