

食品中の金属元素の測定法について

—前処理法の検討—

福島 悦子, 佐伯 政信

Atomic Absorption Spectrometric Determination of Metal Elements in Food —Investigation of Pretreatment—

Estuko FUKUSHIMA and Masanobu SAEKI

I はじめに

食品中には栄養学的に重要な金属元素が、多数含有されている。近年この金属元素と疾病との関係も問題視されていることから、食品中の各元素含有量を正確に把握しておくことは、重要である。

金属元素の測定法は、原子吸光法が一般的であるが、測定のための試料調製法としては、種々の方法^{1)~7)}が報告されている。

今回著者らは、種々の試料調製法の中から日常検査に使用出来、より簡便で精度の高い方法を見出すことを目的として、簡易湿式灰化法(簡易法⁸⁾)と塩酸抽出法を試みたところ良好な結果を得た。対象試料としては、保証値のある標準試料(ムラサキガイ)を用いた。測定元素は、ナトリウム、カリウム、カルシウム、マグネシウム、亜鉛、鉄、マンガン(以下各々Na, K, Ca, Mg, Zn, Fe, Mnと記す)の7元素である。また、缶入りジュース類についても公定法⁹⁾と塩酸抽出法との測定比較を行ったので併せて報告する。

II 実験方法

1. 装置

原子吸光度計：日本ジャーレル・アツシュ(株)製

AA-1型

ブロックヒーター：ヤマト科学(株)HF-61型

(60本掛け)

2. 試薬

塩酸、硝酸、硫酸：和光純薬工業(株)製有害金属測定用
過酸化水素：関東化学(株)製原子吸光分析用

塩化ストロンチウム：和光純薬工業(株)製原子吸光分析用

3. 標準液：和光純薬工業(株)製Na, K, Ca, Mg, Zn, Fe, Mnの各1000ppm
用時希釈し使用

4. 標準試料：国立公害研究所製環境標準試料NIES
No.6 ムラサキガイ
80°C, 4時間乾燥後使用

5. 缶入りジュース類：J-1 (10%オレンジジュース)
J-2 (10%パインジュース)
J-3 (コーヒー飲料)
J-4 (100%トマトジュース)
J-5 (100%野菜ジュース)

6. 試料調製法

簡易法：標準試料約0.2gを10ml容量試験管に精秤採取し、硝酸、過酸化水素を加えブロックヒーターの温度を徐々に上げ120°Cとして分解、乾固した。これに0.1N硝酸を加え一定量とした。但しCa測定用試料溶液は、1%ストロンチウム溶液となるように調整した。

塩酸抽出法：標準試料は約0.5g、ジュース類は約10gを50ml容量遠沈管に精秤採取し、1N塩酸20mlを加え30分間振とう抽出後、遠心分離し上澄を分取して試料溶液とした。Caについては簡易法と同じ。

公定法：食品衛生法に準じ300ml容量ケルダールフラスコに、ジュース類各々約100mlを精秤採取し硫酸、硝酸、過酸化水素で分解後蒸留水で一定量とし、これを試料溶液とした。Caについては簡易法と同じ。

千葉県衛生研究所

(1988年9月30日受理)

7. 測定

フレイム原子吸光（アセチレン-空気）を用い各元素の測定波長で試料溶液を直接噴霧し測定した。試料溶液は、測定元素により適宜希釈して用いた。

III 結果および考察

1. 標準試料中の簡易法、塩酸抽出法による7元素の測定値の比較

表1に結果を示した。簡易法では保証値に対し7元素とも95~108%と良い回収率を示し、再現性においても変動係数2~5%と良好な結果が得られた。また塩酸抽出法ではNa, Mg, Zn, Mnで93~102%の回収率、変動係数0~6%と良い結果が得られた。しかし、Ca, Feの変動係数は各々0.1%, 3%と再現性は良かったが、回収率は77%, 67%と余り良い結果が得られなかった。

2. ジュース類中の公定法、塩酸抽出法による7元素の測定値の比較

表2に結果を示した。公定法および塩酸抽出法の測定値は一致した。J-4, J-5のように有機物の多い試料でも公定法同様に、塩酸抽出法を適用することが出来た。

以上のことから公定法は時間、場所、試薬を多く必要とする難点があるが、それに比べて簡易法はブロックヒーターを使用することにより、一度に多数の検体を処理出来る利点をもつ。塩酸抽出法も時間と試薬の少量化が出来、汚染の機会も少ない利点を持ち日常検

査に必要な簡便性を満した。また精度も、簡易法、塩酸抽出法共に良好であった。しかし、食品中に含有される金属は、その存在形態（化学形）に違いがある為、食品の種類や測定する元素により、試料調製法を選択する必要がある。

IV まとめ

今回検討した7元素（Na, K, Ca, Mg, Zn, Fe, Mn）については、簡易法、塩酸抽出法共に再現性の良い試料調製法であること、および日常検査に必要な簡便性と正確性を確認した。

文献

- 1) 厚生省生活衛生局監修：食品衛生小六法（新日本法規）
- 2) 日本食品工業学会，食品分析法編集委員会編：食品分析法（光琳）
- 3) 安井，小泉，堤：分化，vol. 30, T65~71（1981）
- 4) 堤，小泉，吉川，森井，小林：食総研報No.34, 132~140（1979）
- 5) 堤，小泉，吉川：分化vol. 25, 155~160（1976）
- 6) Puchyr & ShaPiro：J. Assoc. Off. Anal. Chem. 69, 868~870（1986）
- 7) 岡本，不破：分化31年会（1982）
- 8) 福島，藤代：千葉衛研報告No.4, 55~59（1980）

表1. 標準試料中の簡易法、塩酸抽出法による7元素の測定値の比較

	簡易法	塩酸抽出法	保証値
Na	0.99±0.02	1.01±0.02	1.00±0.03
K	0.55±0.01	0.53±0.01	0.54±0.02
Ca	0.14±0.00	0.10±0.01	0.13±0.01
Mg	0.20±0.01	0.20±0.00	0.21±0.01
Zn	111±6	107±1	106±6
Mn	16.7±0.4	15.2±0.9	16.3±1.2
Fe	15.4±4	10.6±3	15.8±8

平均値±標準偏差

n = 10

単位：%（Na, K, Ca, Mg）

μg/g（Zn, Mn, Fe）

表 2. ジュース類中の公定法、塩酸抽出法による 7 元素の測定値の比較

元素 試料方法	Na		K		Ca		Mg	
	公定法	塩酸抽出法	公定法	塩酸抽出法	公定法	塩酸抽出法	公定法	塩酸抽出法
J-1	15±0	14±0	12±0	12±0	7.8±1.1	7.3±0.4	6.5±0.3	7.2±0.2
J-2	9±0	9±1	22±0	21±0	7.1±0.3	8.3±0.3	8.4±0.6	8.6±0.2
J-3	25±1	24±0	58±1	57±1	61.5±1.8	63.8±0.9	34.0±1.0	34.5±0.3
J-4	104±6	101±1	162±3	156±3	28.6±1.3	29.8±0.5	84.3±1.1	86.9±0.6
J-5	269±1	273±0	217±5	211±5	49.2±1.9	50.0±1.1	134.3±2.1	141.3±1.2

元素 試料方法	Zn		Mn		Fe	
	公定法	塩酸抽出法	公定法	塩酸抽出法	公定法	塩酸抽出法
J-1	0.1±0	0.1±0	不検出	不検出	0.2±0	0.3±0
J-2	0.2±0	0.2±0	0.3±0	0.2±0	0.9±0.1	0.8±0.1
J-3	0.7±0.1	0.7±0.1	0.1±0	0.1±0	0.3±0	0.3±0
J-4	1.0±0.1	1.0±0.1	0.5±0.1	0.5±0	1.4±0.1	1.4±0.1
J-5	1.6±0.1	1.7±0.1	0.9±0.1	0.9±0	9.3±0.4	9.9±0.3

平均値±標準偏差

n = 3

単位: mg/100g (Na, K)

μg/g (Ca, Mg,

Zn, Fe, Mn)

不検出: 0.1 μg/g 未満