

ノート

健康危機事案対応のための食品中重金属類 迅速分析法の検討について

吉村英基, 前田千恵, 原 有紀, 志村恭子

Study on the Analysis of Heavy Metals in Foods for Emergency Response to Health Crisis

Hideki YOSHIMURA, Chie MAEDA, Yuki HARA and Kyoko SHIMURA

健康危機事案対応のための食品中の重金属類迅速分析法の検討を行った。13種の食品に9種類の重金属類を添加した試料を用いて、ICP発光分析法等による一斉分析を行うための前処理法について検討した。その結果、硝酸を用いる振とう抽出法と加熱抽出法を用いることで、検討した食品、重金属類については50%以上の回収率を確保でき、本迅速分析法は健康危機発生時のスクリーニングに利用可能であることを確認できた。

キーワード：重金属，一斉分析，ICP発光分析，前処理

はじめに

近年、食の安全・安心を脅かす事案が続発しているが、このような健康危機発生時に地方衛生研究所には、迅速に原因物質を特定し、的確な検査を実施することにより、行政判断や行政措置のための科学的・技術的根拠を提供することが要求されている。

本研究では、食品・飲料水等による健康危機発生時における原因物質の究明に活用できる重金属類の迅速分析のための前処理法の開発を目的として検討を行った。

食品中の重金属類迅速分析のための前処理法は、硫酸による抽出¹⁾、マイクロウェーブ試料分解装置を用いた方法²⁾などが報告されているが、本研究では高価な機器を使用せず、より簡便でかつICP/MSでの測定も考慮に入れた方法として硝酸のみを用いた前処理法を検討した。

方法

対象とする重金属類は過去の健康危機事例等からCr, Cd, Pb, Hg, As, Se, Sn, Sb, Tlの9種

を選定した。これらの重金属類の関東科学(株)製原子吸光分析用標準溶液(1000mg/L)を混合して濃度が各100mg/Lの添加用溶液を作成し、ホモジナイズした食品試料に濃度が各20 μ g/gとなるように添加し試料を調製した。

前処理法は振とうによる抽出、加熱による抽出(簡易湿式分解)の2つの方法を検討した。

振とうによる抽出は、試料1gをポリプロピレン製遠心管にとり硝酸10mLを加え、振とう機を用いて200rpmで20分間振とうした。

加熱による抽出は、試料1gあるいは0.5gをポリプロピレン製試料分解用チューブ(GLサイエンス社 Digi TUBE)にとり硝酸10mLを加え、アルミブロックを用いて30分間ホットプレート上で加熱を行った。加熱温度は80~90 $^{\circ}$ Cとした。いずれの方法も処理終了後、希釈、ろ過を行い測定用試料とした。ろ過には東洋濾紙(株)製DISMIC-25HP(PTFE, 0.45 μ m)を用いた。

測定用試料はICP発光分析装置により測定し添加した重金属類の回収率を求めた。測定方法は内標準法とし、内標準物質はYを使用した。測定条

件は表1に示したとおりである。内標準はオンラインによる添加は行わず、各標準溶液、測定用試料に一定量添加した。

回収率は、対象物質を添加しないブランク試料を同様に処理し測定を行った結果を差し引いて算出した。

表1 測定条件

ICP 発光分析装置	: 島津製作所製 ICPS-8100
高周波出力	: 1.2kW
プラズマガス	: 1.2L/min(Ar)
キャリアガス	: 0.7L/min(Ar)
クーラントガス	: 14L/min(Ar)
バックグラウンド補正	: 有
測定波長	: Cr 267.716nm, Cd 226.502nm, Pb 220.351nm, Hg 194.227nm, As 193.696nm, Se 196.026nm, Sn 189.989nm, Sb 206.838nm, Tl 190.864nm, Y (内標準) 371.029nm

結果と考察

硝酸中での振とうによる抽出を行った結果を表2に示す。Sn, Seを除く重金属類はすべての食品試料において良好な回収率が得られた。Sn, Seは卵、牛乳等タンパク質の含有量が多い試料において回収率が低下していた。これらの試料では、硝酸添加によりタンパク質が変性したと考えられる不溶物が生成した。この不溶物の生成が回収率の低下に影響を与えていると推定された。

硝酸中での加熱による抽出（簡易湿式分解）については振とうによる抽出において回収率の低い重金属類があった乾燥エビ等5食品について実験を行った。その結果を表3に示した。この条件においてもごはん、卵ではSnの回収率が低かったが、試料の量を0.5gに半減することで50%程度まで上昇させることができた。試料を0.5gとするとAs, Se, Hgの回収率が10%以上低下する場合があったが、その場合でも75%以上の回収率は確保しておりスクリーニング法として充分活用できるものと考えられた。

表2 硝酸中での振とう抽出による重金属類回収率 (%)

	Cr	Cd	Pb	Hg	As	Se	Sn	Sb	Tl
キムチ	94	93	97	93	94	93	84	88	80
ラーメン	95	98	99	99	101	103	96	92	101
鮭	90	82	86	88	81	59	67	63	94
うなぎ蒲焼き	93	90	95	89	87	64	59	73	93
乾燥エビ	96	90	100	95	109	66	31	75	96
コンビーフ	98	93	97	90	83	67	30	83	92
ギョウザ	92	92	91	89	93	89	59	81	75
カレー	94	90	92	89	93	89	74	87	75
ごはん	87	82	83	83	89	86	44	80	84
牛乳	95	92	98	87	90	94	6	93	94
卵	92	94	99	105	88	33	13	80	101
栄養ドリンク	98	99	98	98	95	99	98	96	96
野菜ジュース	102	98	103	98	94	97	74	99	99

表3 硝酸中での加熱抽出による重金属類回収率 (%)

	Cr	Cd	Pb	Hg	As	Se	Sn	Sb	Tl
乾燥エビ	89	94	96	95	87	92	55	88	91
コンビーフ	99	90	98	90	87	87	88	91	90
ごはん	97	95	95	99	95	98	38	92	96
ごはん(0.5g)	89	88	91	89	79	82	55	88	92
牛乳	97	98	99	96	86	91	95	87	92
卵	89	95	95	96	92	81	35	74	89
卵(0.5g)	91	96	89	94	75	88	61	80	92

加熱による揮散の可能性がある As, Se, Hg において回収率の大きな低下が認められなかったのは、過剰の硝酸存在下であり、温度も比較的低温で処理したためと考えている。

まとめ

食品中の重金属類の迅速分析のための前処理法として硝酸による抽出法の検討を、9 種類の重金属について 13 種類の食品を用いて行った。その結果、振とうのみでも概ね良好な結果が得られたが、卵、牛乳等タンパク質の変性のためと考えられる不溶物を生成する試料もあり、これらでは Sn 等の回収率が低下した。これに対しては、試料分解用チューブを用いた簡易な加熱抽出法を用いることで

回収率を 50%程度まで改善でき、スクリーニングとしての利用は可能と思われるが、さらに条件の検討を行っていく必要があると考えている。

参考文献

- 1) 野村千枝, 尾花裕孝, 織田肇, 健康危機対応を目的とした食品中有害重金属等の迅速分析法の検討, 食品衛生学雑誌,**50**,253-255 (2009).
- 2) 芦塚由紀, 岡本華菜, 山本重一, 中川礼子, マイクロウエーブ分解装置を用いた重金属の迅速分析法の検討, 福岡県保健環境研究所年報,**36**,61-66(2009).