

米（玄米及び精米）のカドミウム試験法

1. ICP-AES法

(1) 装置

ICP発光分光分析装置

(2) 試薬、試液等

次に示すもの以外は、食品、添加物等の規格基準（昭和34年厚生省告示第370号）第2 添加物の部 C 試薬・試液等の項（以下「規格基準告示」という。）に示すものを用いる。

カドミウム標準溶液 金属カドミウム0.100 gを10%硝酸50 mlに溶かし、煮沸し、水を加えて1,000 mlとする。この10 mlを採り、水を加えて1,000 mlとする。

カドミウム標準溶液 1 ml = 1 μ g Cd²⁺

市販の金属分析用カドミウム標準液を使用することもできる。

イットリウム溶液 硝酸イットリウム (Y(NO₃)₃) 0.773 gをビーカーに採り、硝酸5 mlを加えて加熱溶解し、冷後、250 mlのメスフラスコに移す。ビーカーを水で洗い、洗液をメスフラスコに合わせ、水を加えて250 mlとする。この液10 mlを採り、0.1 mol/L硝酸を加えて100 mlとする。市販の金属分析用イットリウム標準液を使用することもできる。

検量線用カドミウム溶液 カドミウム標準溶液及びイットリウム溶液を0.1 mol/L硝酸で希釈し、カドミウム濃度が0.04~0.2 μ g/mlの範囲の数点、イットリウム濃度が0.5 μ g/mlとなるように調製する。

(3) 試験溶液の調製

検体約20 gを精密に量り採り、300~500 mlの分解容器に入れ、水10~40 ml及び硝酸40 mlを加え、よく混和した後、穏やかに加熱する。暫時加熱した後、放冷し、硫酸2 mlを加え、再び加熱する。その間、必要があれば時々少量ずつ硝酸を加える。内容物が淡黄色から無色の透明な液になれば分解を完了する。冷後、イットリウム¹⁾溶液0.5 mlを正確に加え、0.1 mol/L硝酸を加えて100 mlとする。

別に、検体の代わりに水を用いて検体の場合と同様に操作して得られた溶液を空試験溶液とする。

(4) 試験操作

試験溶液を採り、分析波長228.802 nm付近²⁾でカドミウムの発光強度を、371.030 nm²⁾付近でイットリウムの発光強度を測定し、イットリウムに対するカドミウムの相対発光強度比を求める。

検量線用カドミウム溶液を同様に操作して求めた発光強度比から検量線を作成する。試験溶液から得られた発光強度比と検量線からカドミウム濃度を求める。別に空試験溶液を試験溶液と同様に操作して得た濃度により補正する。

2. ICP-MS法

(1) 装置

ICP質量分析装置

(2) 試薬、試液等

次に示すもの以外は、1. ICP-AES法及び規格基準告示に示すものを用いる。

検量線用カドミウム溶液 カドミウム標準溶液及びイットリウム溶液を0.1 mol/L硝酸で希釈し、カドミウム濃度が0.4~2 ng/mlの範囲の数点、イットリウム濃度が5 ng/mlとなるように調製する。

(3) 試料の調製

1. ICP-AES法の試験溶液の調製に準じて分解し、冷後、イットリウム³⁾溶液0.5 mlを正確に加え、0.1 mol/L硝酸を加えて100 mlとする。この液1 mlに0.1 mol/L硝酸を加え100 mlとし試験溶液とする。

別に、検体の代わりに水を用いて検体の場合と同様に操作して得られた溶液を空試験溶液とする。

(4) 試験操作

試験溶液を採り、質量数111⁴⁾におけるカドミウムのイオン強度を、質量数89でイットリウムのイオン強度を測定し、イットリウムに対するカドミウムの相対イオン強度比を求める。

検量線用カドミウム溶液を同様に操作して求めたイオン強度比から検量線を作成する。試料溶液から得られたイオン強度比と検量線からカドミウム濃度を求める。別に空試験溶液を試料と同様に操作して得た濃度により補正する。

<注解>

- 1) 内部標準としてイッテルビウムを使用することもできる。
- 2) 状況により他の波長を使用することもできる。
- 3) 内部標準としてロジウム又はインジウムを使用することもできる。
- 4) 状況により他の質量数を使用することもできる。