

**乳幼児用食品中の鉛、カドミウム、総水銀、総ヒ素、無機ヒ素の
分析法及び妥当性確認の結果（令和５年度）**

1. 分析法及び分析種

(1)鉛、カドミウム、総水銀、総ヒ素の分析法

均質化した試料（固体の場合は通常 1 g、液体の場合は 5 g）に硝酸 4 mL、内標準溶液（金、ルテチウム各 1,000 ng/mL）を加え、マイクロウェーブ分解装置を用いて分解しました。放冷した分解液を水で 50 mL に定容して試料溶液とし、ICP-MS で定量しました。ICP-MS の条件は表 1 のとおりです。

表1 ICP-MS の測定条件

プラズマ条件	RF パワー：1.6 kW プラズマガス：15 L/min（アルゴン） ネブライザガス：0.57 L/min 補助ガス：0.90 L/min 希釈ガス：0.34 L/min コリジョンガス：5 mL/min（ヘリウム）
設定質量数 (m/z)	鉛：206、207、208（ビスマス：209、ロジウム：103、レニウム：187） カドミウム：111（ロジウム：103、インジウム：115） 水銀：201（イリジウム：193、レニウム：187） ヒ素：75（ゲルマニウム：72、ガリウム：71、ロジウム：103）

(2)無機ヒ素の分析法

均質化した試料（固体の場合は 1 g、液体の場合は 5 g）に硝酸 5 mL を加え、100℃ のアルミブロックヒーターで 2 時間加熱しました。放冷後、遠心分離（2,000×g、10 分間）し、上清を 50 mL に定容して試料溶液とし、HPLC-ICP/MS で定量しました。HPLC-ICP/MS の条件は表 2 のとおりです。

表2 HPLC-ICP/MS の測定条件

HPLC 条件	カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル 内径 4.6 mm×250 nm、粒径 5 μm カラム温度：30 度 移動相：10 mmol/L 1-ブタンスルホン酸ナトリウム／4 mmol/L TMAH ／0.05 %メタノール、pH 3.0) 移動相流速：0.75 mL/min 注入量：20 μL
プラズマ条件	RF パワー：1.55 kW プラズマガス：15 L/min（アルゴン） キャリアガス：1.03 L/min 補助ガス：0.9 L/min コリジョンガス：3.0 mL/min（ヘリウム）
設定質量数 (m/z)	ヒ素：75 ガリウム：71

2. 分析法の性能

(1) 検出下限及び定量下限

添加試料^{*1}の繰り返し精度試験（n=8）を3回実施し、中間精度（RSDi）を用いて、以下のとおり検出下限及び定量下限を算出しました（表3）。

検出下限：2×t 値^{*2}×中間精度（RSDi）に相当する濃度

定量下限：10×中間精度（RSDi）に相当する濃度

*1 「固体の試料」としてシリアルに 0.01 mg/kg 相当量を添加

「液体の試料」としてリンゴジュースに 0.005 mg/kg 相当量を添加

*2 t 値：1.721

表3 検出下限・定量下限(単位:mg/kg)

分析種	固体の試料		液体の試料	
	検出下限	定量下限	検出下限	定量下限
鉛	0.002	0.006	0.001	0.003
カドミウム	0.002	0.007	0.001	0.004
総水銀	0.003	0.007	0.001	0.003
総ヒ素	0.003	0.009	0.001	0.003
無機ヒ素	0.003	0.010	0.001	0.004

(2) 標準添加回収率

試料（シリアル、リンゴジュース）に下表に示した濃度に相当する標準物質を添加し、それぞれ3回分析し、それぞれの濃度における回収率及び併行精度（RSDr）を算出しました（表4）。その結果、回収率が分析法の性能規準に関する国際的なガイドライン¹に示された値を満たしていることを確認しました。なお、本調査の測定結果は、回収率による補正をしていません。

表4 標準添加回収試験の結果

分析種	固体の試料			液体の試料		
	添加濃度 (mg/kg)	回収率(%) 平均(範囲)	RSDr (%)	添加濃度 (mg/kg)	回収率(%) 平均(範囲)	RSDr (%)
鉛	0.01	90 (81 - 96)	6.7	0.005	108 (93-110)	6.7
	0.25	99 (97-101)	1.5	0.05	97 (92-104)	4.9
カドミウム	0.01	99 (92-106)	5.8	0.005	97 (90-110)	9.1
	0.25	98 (93-105)	5.5	0.05	99 (95-103)	3.1
総水銀	0.01	95 (88-101)	5.9	0.005	98 (91-108)	7.3
	0.25	99 (95-104)	3.7	0.05	102 (97-106)	3.7
総ヒ素	0.01	94 (85-104)	8.3	0.005	98 (92-103)	4.4
	0.25	103 (94-110)	6.3	0.05	99 (97-100)	1.1
無機ヒ素*	0.01	103 (95-110)	5.8	0.005	89 (80 - 98)	8.1
	0.5	100 (92-106)	6.1	0.1	103 (98-107)	3.6

* 無機ヒ素の添加濃度は、ヒ素（Ⅲ）とヒ素（Ⅴ）を合算した濃度

¹ FAO and WHO. 2023. Codex Alimentarius Commission Procedural Manual. 28th edition, revised. pp.58-59, <https://openknowledge.fao.org/handle/20.500.14283/cc5042en>

(3)測定の不確かさ

試料（シリアル、リンゴジュース）に下表に示した濃度に相当する標準物質を添加した、添加試料を用い各8回の繰り返し試験を異なる3日間で実施し、一元配置分散分析により、RSDr 及び RSDi を算出しました（表5）。その結果、RSDr 及び RSDi が、分析法の性能基準に関する国際的なガイドライン²に示されている値をおおむね満たしていることを確認しました。

表5 試験から算出した RSDr 及び RSDi

分析種	固体の試料			液体の試料		
	添加濃度 (mg/kg)	RSDr (%)	RSDi (%)	添加濃度 (mg/kg)	RSDr (%)	RSDi (%)
鉛	0.01	4.7	6.7	0.005	3.6	6.3
	0.25	3.8	3.8	0.05	4.0	7.2
カドミウム	0.01	7.0	7.0	0.005	5.5	7.1
	0.25	5.3	5.5	0.05	3.8	6.5
総水銀	0.01	5.0	7.3	0.005	4.0	6.7
	0.25	4.9	4.9	0.05	5.1	7.8
総ヒ素	0.01	9.7	9.7	0.005	6.8	7.0
	0.25	6.1	6.7	0.05	5.5	5.9
無機ヒ素*	0.01	7.8	7.9	0.005	3.8	8.1
	0.5	2.9	7.5	0.1	1.7	4.6

* 無機ヒ素の添加濃度は、ヒ素（Ⅲ）とヒ素（Ⅴ）を合算した濃度

² FAO and WHO. 2023. Codex Alimentarius Commission Procedural Manual. 28th edition, revised. pp.58-59, <https://openknowledge.fao.org/handle/20.500.14283/cc5042en>