

Application News

No. J116

ICP 発光分光分析
Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry

粉乳中のミネラルおよび有害元素の分析 ： ICPE-9820 / HVG-1

Analysis of Nutritional and Harmful Elements in Powdered Milk by ICPE-9820 / HVG-1

はじめに

Introduction

粉ミルクには乳幼児の成長に必要なミネラル分がバランス良く配合されています。健康増進法に基づき、特別用途食品（乳児用調整粉乳）として、カルシウム(Ca)や鉄(Fe)、銅(Cu)などの必須ミネラル分の配合が定められており、さらに表示が義務付けられています。¹⁾

一方、ヒ素(As)等の有害元素は乳幼児の発育に悪影響を及ぼすため、原料から最終製品まで厳しい安全管理が重要となります。

今回、島津マルチタイプ ICP 発光分光分析装置 ICPE-9820 を用い、ミルク粉末 (NMIJ 認証標準物質) 中の元素の一斉分析を行いました。また、極微量のヒ素については、水素化物発生装置 HVG-1 を用いて高感度分析を行いました。

ICPE-9820 は、高感度の軸方向観測 (AX) と高濃度分析に適した横方向観測 (RD) の両方向観測が行え、低濃度から高濃度成分まで一度に分析することができます。また、HVG-1 は数十 ng/L の微量の As を検出することができます。

C. Kawai C. Kiriya

試料

Sample

NMIJ 認証標準物質 ミルク粉末 (微量元素分析用)
(NMIJ CRM 7512-a : No. MI-040)

試料前処理

Sample Preparation

(1) 酸分解

試料の分解には、マイクロ波試料前処理装置を用いました。各試料を約 0.5 g 秤取り、硝酸 5 mL、塩酸 2 mL、過酸化水素 1 mL を加え分解処理を行いました。Table 1 に分解条件を示します。分解後、過塩素酸 0.5 mL を加え、同じ分解条件で再度分解処理を行い、純水で 20 mL に定容しました。このとき、内標準元素としてイットリウム (Y) とインジウム (In) を測定溶液濃度 Y 0.5 mg/L、In 5.0 mg/L になるように添加しました。

Table 1 マイクロウェーブ試料分解装置 試料分解条件
Decomposition Condition for Microwave Digestion System

STEP	温度 (°C)	時間 (分)	パワー (W)
1	50	2	1000
2	30	3	0
3	180	25	1000
4	150	1	0
5	180	4	1000
6	180	15	1000

(2) HVG-1 を用いた As の高感度分析のための前処理

(1) と同様の分解処理を行った後、ホットプレート上で乾固直前まで加熱 (180 °C) しました。塩酸 3 mL、200 g/L よう化カリウム 2 mL、100 g/L アスコルビン酸 0.4 mL を添加し、60 分静置後、純水で 20 mL に定容しました。

また、水素化物発生用の試薬として、6 M 塩酸溶液および水素化ホウ素ナトリウム溶液を作製しました。

(3) 妥当性確認

分析値の妥当性確認のため、微量元素 (As, Cd, Cr, Pb) について、分解処理前に分析元素の標準液を添加した添加回収試験用試料を作製しました。

装置と測定条件

Instrument and Analytical Conditions

測定は、島津マルチタイプ ICP 発光分光分析装置 ICPE-9820 および水素化物発生装置 HVG-1 を用いました。通常の測定条件を Table 2 に、HVG-1 を用いた測定条件を Table 3 に示します。

高濃度成分は横方向観測 (RD)、微量濃度成分は高感度の軸方向観測 (AX) を用いました。ICPE-9820 は観測方向を自動で切り替えることができるため、高濃度成分と微量濃度成分を一斉に分析できます。

HVG-1 は、As について通常の数百倍高感度に分析することができます。また、独自設計の気液セパレーターにより、長時間安定した分析結果を得ることができます。

Table 2 測定条件
Analytical Conditions

装置	: ICPE-9820
高周波出力	: 1.2 kW
プラズマガス流量	: 10 L/min
補助ガス流量	: 0.6 L/min
キャリアーガス流量	: 0.70 L/min
試料導入	: ネプライザー 10
チャンバー	: サイクロンチャンバー
プラズマトーチ	: ミニトーチ
観測方向	: 軸 (AX) / 横 (RD)

Table 3 測定条件 (HVG-1)
Analytical Conditions (HVG-1)

装置	: ICPE-9820, HVG-1
高周波出力	: 1.2 kW
プラズマガス流量	: 10 L/min
補助ガス流量	: 0.6 L/min
キャリアーガス流量	: 0.80 L/min
プラズマトーチ	: ミニトーチ

分析

Analysis

検量線法 (比強度法) により、ミルク粉末中のミネラルおよび有害元素の一斉分析を行いました。

[参考資料]

1) 母乳及び乳児用調製粉乳の成分組成と表示の許可基準

■分析結果

Analytical Results

Table 4 に分析結果を示します。ミネラル元素については認証値の範囲内の結果が、微量の有害元素については良好な添加回収率が得られました。

Table 5 に HVG-1 を用いた As の分析結果および添加回収試験結果を示します。As の検出限界は溶液中で 0.04 µg/L、粉末中で 2 µg/kg と十分な感度が得られ、添加回収率も 99 % と良好な結果が得られました。Fig. 1 に As 標準液を 4 時間連続測定した結果を示します。相対標準偏差 (RSD) は 1.6 % と、長時間にわたり安定した結果が得られました。

Table 4 ミルク粉末認証標準物質 (NMIJ CRM 7512-a) の分析結果
Analytical Results of Powdered Milk

	単位	分析値 (粉末中)	NMIJ 認証値	拡張不確かさ	粉末中 検出限界	分析値 (測定溶液中) mg/L	添加濃度 mg/L	添加回収率 %	測定溶液中検出限界 (DL: 3σ) mg/L
Ca	g/kg	8.63	8.65	0.38	0.000002	211	-	-	0.000005
Fe		0.100	0.104	0.007	0.000006	2.45	-	-	0.0001
K		8.66	8.41	0.33	0.00002	215	-	-	0.0004
Mg		0.838	0.819	0.024	0.000002	20.5	-	-	0.000005
Na		1.78	1.87	0.09	0.00001	50.2	-	-	0.0003
P		5.52	5.62	0.23	0.0002	135	-	-	0.005
Cu	mg/kg	4.70	4.66	0.23	0.02	0.115	-	-	0.0005
Mn		0.957	0.931	0.032	0.002	0.023	-	-	0.00005
Mo		0.229	0.223	0.012	0.02	0.006	-	-	0.0006
Sr		5.89	5.88	0.20	0.0008	0.144	-	-	0.00002
Zn		40.9	41.3	1.4	0.01	1.00	-	-	0.0003
Cd	µg/kg	<DL	-	-	10	<DL	0.5	98	0.0002
Cr		<DL	-	-	15	<DL	0.5	100	0.0004
Pb		<DL	-	-	97	<DL	0.5	100	0.002

< DL: 検出限界 (3σ) 未満 (測定溶液中濃度)

添加回収率 (%) = (添加回収試験試料分析値 - 分析値) / 添加濃度 × 100

Table 5 HVG-1 を用いたミルク粉末中 As の分析結果および添加回収試験結果
Results of Analysis of As in Powdered Milk Using HVG-1 and Results of Spike and Recovery Test

	単位	分析値 (粉末中)	NMIJ 参考情報	粉末中 検出限界	分析値 (測定溶液中) µg/L	添加濃度 µg/L	添加回収率 %	測定溶液中検出限界 (DL: 3σ) µg/L
As	µg/kg	(2.5)	2.1	2	(0.06)	4	99	0.04

() 参考値: 検出限界以上、定量下限未満の値のため

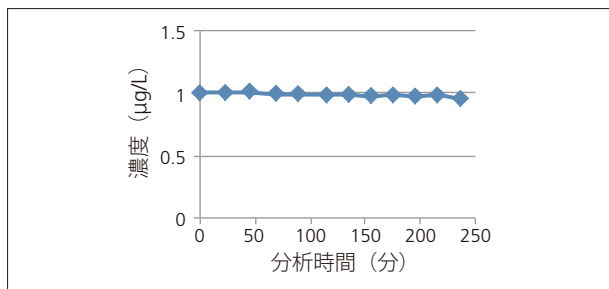


Fig. 1 HVG-1 を用いた As の長時間安定性
Long Term Stability of As Value Using HVG-1

As 1 µg/L (10 % 塩酸ベース) 溶液を、約 20 分毎に 4 時間連続で測定を行いました。

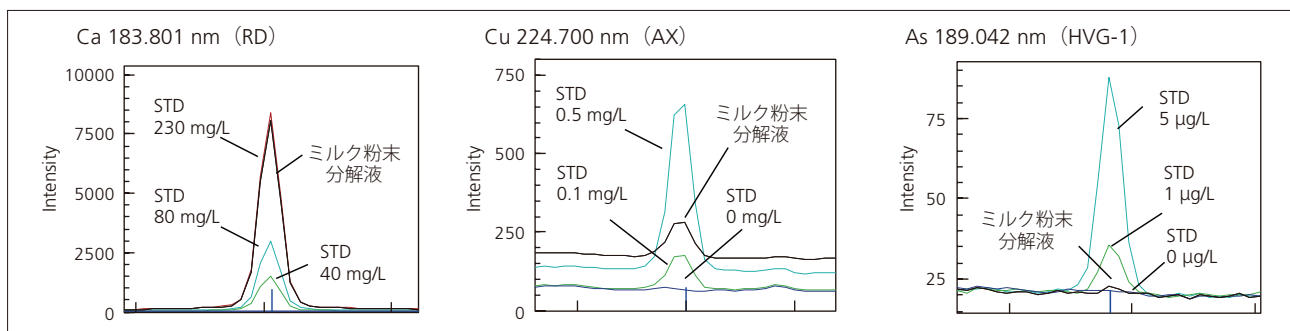


Fig. 2 Ca, Cu, As のスペクトル線プロファイル
Spectral Profiles of Ca, Cu, and As

株式会社 島津製作所

分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行: 2015年7月

島津コールセンター ☎ 0120-131691
(075)813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。
改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。