

# Application News

## No. J120

ICP/MS  
Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry

### 粉乳中のミネラルおよび有害元素の分析： ICPMS-2030

Analysis of Nutritional and Harmful Elements in Milk Powder by ICPMS-2030

#### 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。<sup>1)</sup>

一方、鉛 (Pb) 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 ICP 質量分析装置 ICPMS-2030 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のでご紹介します。ICPMS-2030 は、高感度であることに加え、ヘリウムガスによるコリジョンシステムを搭載することで、アルゴンや塩素などに起因するスペクトル干渉を大きく低減します。

S. Wakasugi

#### [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（特別用途食品の表示許可等について、平成28年3月31日 消費表第221号）

#### 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

マイクロ波試料分解法は通常の湿式分解法に比べ、短時間で分解が行え、さらに密閉系であるので、As などの揮発損失が少ないという長所があります。今回はマイルストーンゼネラル社製 ETHOS One を使用し、試料の分解を行いました。

試料 0.25 g と塩酸 0.5 mL、硝酸 6.5 mL をクォーツ製分解容器に入れた後、マイクロ波試料前処理装置を用いて分解処理を行いました。

分解処理後、純水で 250 mL に定容し測定溶液としました (1000 倍希釈)。このとき、内標準元素として Sc, Co, Ga, Y, In と Tl (測定溶液濃度として 10 µg/L) を添加しました。

Table 1 に分解条件を示します。

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    |

#### 装置と測定条件

##### Instrument and Analytical Conditions

測定は、島津 ICP 質量分析装置 ICPMS-2030 を用いました。測定条件を Table 2 に示します。

ICPMS-2030 は、高感度であることに加え、ヘリウムガスによるコリジョンシステムを搭載することで、アルゴンや塩素などに起因するスペクトル干渉を大きく低減します。

Table 2 測定条件  
Analytical Conditions

|           |                     |
|-----------|---------------------|
| 装置        | : ICPMS-2030        |
| 高周波出力     | : 1.2 kW            |
| プラズマガス流量  | : 8.0 L/min         |
| 補助ガス流量    | : 1.10 L/min        |
| キャリアーガス流量 | : 0.60 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 (電子冷却) |
| プラズマトーチ   | : ミネトーチ             |
| コリジョンガス   | : He                |

## ■分析

### Analysis

検量線法により、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。

分析値の妥当性確認のため、微量元素（Cd, Cr, Pb, As）について、分解処理後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。

## ■分析結果

### Analytical Results

Table 3 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。

## ■まとめ

### Conclusion

ICPMS-2030 を用いることにより、ミルク粉末中の高濃度のミネラル成分から微量の有害元素までを一斉に分析することができます。

Table 3 ミルク粉末認証標準物質（NMIJ CRM 7512-a）の分析結果  
Analytical Results of Milk Powder

|    | 単位    | 分析値<br>(粉末中) | NMIJ<br>認証値 | 拡張不確かさ | 添加回収率<br>% |
|----|-------|--------------|-------------|--------|------------|
| Ca | g/kg  | 8.5          | 8.65        | 0.38   | -          |
| Fe |       | 0.102        | 0.104       | 0.007  | -          |
| K  |       | 8.3          | 8.41        | 0.33   | -          |
| Mg |       | 0.82         | 0.819       | 0.024  | -          |
| Na |       | 1.81         | 1.87        | 0.09   | -          |
| P  |       | 5.4          | 5.62        | 0.23   | -          |
| Mn | mg/kg | 0.91         | 0.931       | 0.032  | -          |
| Mo |       | 0.230        | 0.223       | 0.012  | -          |
| Sr |       | 5.7          | 5.88        | 0.20   | -          |
| Zn |       | 41           | 41.3        | 1.4    | -          |
| Cd |       | <0.005       | -           | -      | 100        |
| Cr |       | <0.06        | -           | -      | 101        |
| Pb |       | <0.03        | -           | -      | 100        |
| As |       | <0.03        | -           | -      | 108        |

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