

Application News

No. J122

ICP/MS
Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry

ペットフードの重金属の分析：ICPMS-2030

Analysis of Heavy Metals in Pet Food Using the ICPMS-2030

はじめに

Introduction

2009年6月1日より「愛がん動物用飼料の安全性の確保に関する法律（ペットフード安全法）」が施行されました。この法律に基づき、家庭動物、展示動物、畜産動物、実験動物のそれぞれについて、動物の健康と安全を確保するとともに動物による人への危害や迷惑を防止するための飼養及び保管等に関する基準を定めています。規格に合わないペットフードは、その製造・販売・輸入を禁止することとされ、製造者・販売者・輸入者は成分規格を遵守する必要があります。

2012年3月1日より「愛がん動物用飼料の成分規格等に関する省令」が施行されました。この中には重金属類として、カドミウム、鉛、ヒ素の3元素が記載されています。

今回、島津ICP質量分析装置ICPMS-2030を用い、ペットフード中の有害元素の一斉分析を行いましたのでご紹介します。

S. Wakasugi

試料

Sample

市販のペットフード

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、ヒ素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 0.15 g と塩酸 0.5 mL、硝酸 6.5 mL をマイクロ波試料前処理装置のクォーツ製容器に入れた後、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 30 mL に定容し測定溶液としました。このとき、内標準元素として Ga、In と Bi（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 マイクロ波試料前処理装置 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

測定に島津 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、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	: ネブライザー 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	: ミニトーチ
コリジョンガス	: He

■分析

Analysis

検量線法により、カドミウム、鉛、ヒ素の3元素の分析を行いました。

分析値の妥当性確認のため、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、同様に定量分析を行いました。

■分析結果

Analytical Results

Fig. 1 に各元素の検量線を示します。

Table 3 に分析結果を示します。検出限界は基準値の1000分の1以下であり、十分な感度であることがわかりました。さらに、良好な添加回収率より、定量値の妥当性が確認できました。

■まとめ

Conclusion

ICPMS-2030 を用いることにより、ペットフード中、カドミウム、鉛、ヒ素の重金属の管理分析を行うことができます。

[参考資料]

Reference

- ・愛玩動物用飼料の成分規格等に関する省令（平成21年4月28日 農林水産省・環境省令第一号）

Table 3 ペットフードの分析結果
Analytical Results of Pet Food

	単位	As	Cd	Pb
基準値	μg/g	15	1	3
検出限界	μg/g	0.002	0.0008	0.0003
ペットフード 定量結果	μg/g	0.053	0.054	0.068
添加回収率	%	99	100	102

$$\text{添加回収率 (\%)} = \left\{ \frac{\text{添加回収試験試料分析値} - \text{分析値}}{\text{添加濃度}} \right\} \times 100$$

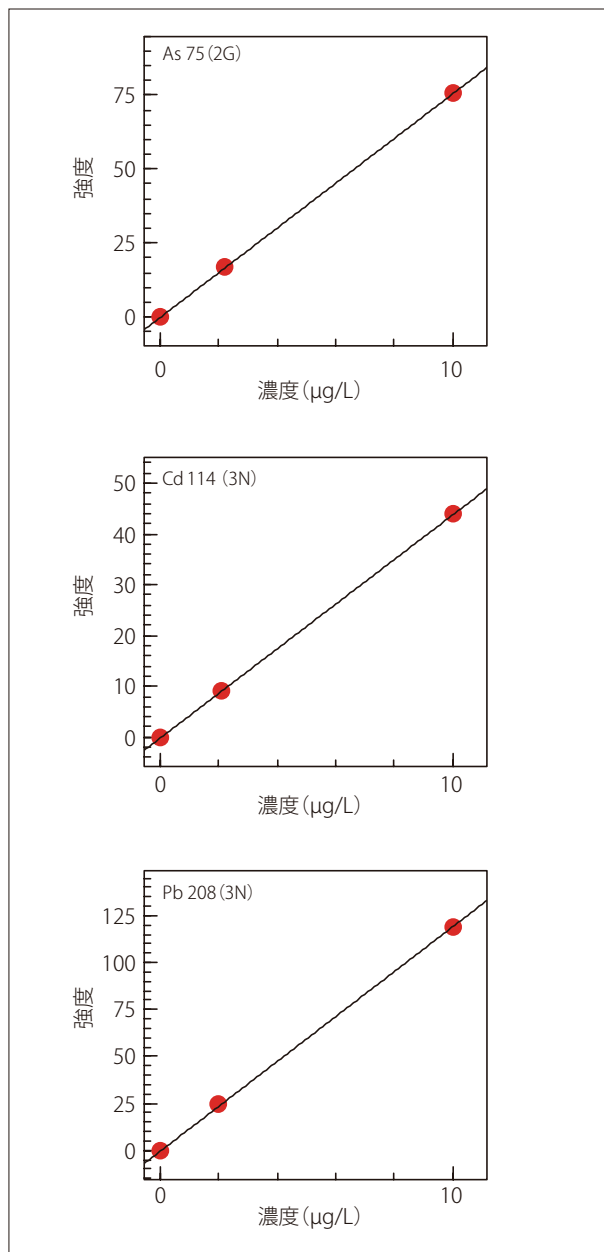


Fig. 1 As, Cd, Pb の検量線
Calibration Curves of As, Cd and Pb