

Application News

No. J123

ICP/MS
Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry

USP < 2232 >によるサプリメント中の 有害元素の分析：ICPMS-2030

Analysis of Toxic Elements in Supplements as per USP 2232 Using the ICPMS-2030

はじめに

Introduction

米国薬局方 (USP) <2232> には、ダイエットサプリメント中の毒性が懸念される 4 元素について、1 日の許容暴露量 (Permitted Daily Exposure : PDE) が設定されております。

許容暴露量は PDE 値として設定されていますので、製剤またはその構成成分中の金属不純物を評価する際には、PDE 値を濃度へ変換する必要があります。

この規制は海外から米国に輸入されるサプリメント製品に対しても適応が義務付けられております。

今回、島津 ICP 質量分析装置 ICPMS-2030 を用い、サプリメント中のヒ素、カドミウム、水銀、鉛の定量分析を行いましたので紹介します。

S. Wakasugi

試料

Sample

市販のサプリメント 4 点

- ① 1 錠 0.331 g (3 錠/日)
- ② 1 錠 0.350 g (1 錠/日)
- ③ 1 錠 0.201 g (1 錠/日)
- ④ 1 錠 0.380 g (6 錠/日)

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 1 錠と塩酸 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 にマイクロ波試料前処理装置の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

測定は、島津 ICP 質量分析装置 ICPMS-2030 通常の付属品を 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を起因と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	: 0.65 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、ヒ素、カドミウム、水銀、鉛の定量分析を行いました。

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

Table 3にPDE（許容暴露量）と最大許容濃度、検出限界を示します。1日あたり最大投与量10gの場合でも、十分な感度であることがわかりました。Table 4に分析結果と添加回収率を示します。

良好な回収率が得られたことより、妥当な結果が得られることが確認できました。

■まとめ

Conclusion

ICPMS-2030を用いることにより、サプリメント中、ヒ素、カドミウム、水銀、鉛の重金属の管理分析を行うことができます。

[参考資料]

Reference

• USP<2232> Elemental Contaminants in Dietary Supplements

Table 3 USP <2232>における金属不純物のPDE値と最大許容濃度、検出限界
PDE Levels, Maximum Permitted Concentrations, and Detection Limits for Elemental Impurities Specified in USP 2232

元素名	As	Cd	Hg	Pb
許容暴露量PDE (µg/day)	15	5	15	10
最大許容濃度*1 (µg/g)	1.5	0.5	1.5	1
測定溶液中最大許容濃度*2 (µg/L)	3	1	3	2
検出限界*2 (µg/L)	0.009	0.003	0.003	0.001

*1：1日の最大摂取量を10gとする場合

*2：試料0.2gを前処理し、100mL定容した場合

Table 4 サプリメントの分析結果（固体試料中濃度 (µg/g)）
Analytical Results for Supplements (concentration in solid sample, µg/g)

試料名	元素名	As	Cd	Hg	Pb
①		0.21	0.029	N.D.	0.035
②		0.08	0.018	N.D.	0.009
③		0.11	0.008	N.D.	0.037
④		0.29	0.071	N.D.	0.095
回収率 (%)		97	98	92	101

N.D.：未検出

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