

Application News

No. J125

ICP 質量分析

魚中の微量元素分析：ICPMS-2030

はじめに

魚は、良質なたんぱく質に加え、血栓を予防し、脳や視覚の機能向上に関与する DHA（ドコサヘキサエン酸）や EPA（エイコサペンタエン酸）を多く含む重要な食品の一つです。また、カルシウム、鉄、亜鉛、セレン等のミネラルも豊富で、これらの貴重な摂取源となります。

しかしながら、魚は、人間活動により環境水中に排出された工業廃水等に含まれる有害金属を、生物濃縮により体内に蓄積している可能性があります。これら有害金属は、魚の摂取を通じて人間の体に移行、蓄積され、人体に悪影響を及ぼす可能性があります。食品および飼料中の汚染物質及び毒素に関するコーデックス一般規格¹⁾では、ヒ素、カドミウム、鉛、水銀、メチル水銀、スズが食品の汚染物質として定義されており*1、食品・飼料の安全管理を行うことが重要視されています。

今回、島津 ICP 質量分析計 ICPMS-2030 で魚中の微量ミネラルおよび微量有害元素の多元素同時分析を行いましたのでご紹介いたします。

Shimadzu (Asia Pacific) Pte. Ltd.
Lim, Loot yee ruyee joyce
C. Kiriyama

*1 魚類は下記の元素について最大基準値が設定されています。

鉛	0.3 mg/kg
メチル水銀	0.5 mg/kg
	1 mg/kg (捕食魚類)

試料

Fish Protein Certified Reference Material for Trace Metals (DORM-4)：カナダ国立研究機関

試料前処理

サンプル 0.5 g を分解容器に量り取り、硝酸 5 mL、過酸化水素 2 mL を添加しました。マイクロウェーブ分解装置を使用し、AOAC 999.10 の方法²⁾に沿って分解しました。分解後、純水で 200 mL にメスアップしました。サンプルは 2 点用意し、並列して前処理を行いました。

装置と測定条件

測定は島津 ICP 質量分析計 ICPMS-2030 を使用しました。ICPMS-2030 は、プラズマや試料起因の多原子イオンを効果的に除去でき、かつ分析イオンの透過率を高めた高感度高分解能のコリジョンセルを搭載しています。マトリックスの多い魚中の As、Se 等の微量元素を、ヘリウムコリジョンモードのみで高感度に分析することができます。また、プラズマガス消費量を 8 L/min に抑えられるミニトーチシステムにより、ランニングコストを低減できます。

測定条件を表 1 に示します。分析元素、質量、測定モードを表 2 に示します。

表 1 測定条件

装置	: ICPMS-2030
高周波出力	: 1.2 kW
サンプリング深さ	: 6 mm
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	: 同軸ネブライザー
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

表 2 分析元素・質量・測定モード

元素	質量	セルガス
As	75	He
Cd	111	He
Cr	52	He
Cu	65	He
Fe	56	He
Hg	202	He
Ni	60	He
Pb	208	He
Se	78	He
Zn	66	He

■分析

検量線試料は、1000 mg/L Cu、Fe、Zn 単元素標準溶液および 100 mg/L ICP マルチエレメントスタンダード IX (As、Cd、Cr、Hg、Ni、Pb、Se) を使用しました。

内標準元素は、1000 mg/L Bi、Ge、In、Sc 単元素標準溶液を混合し、純水で 10 μg/L に希釈して使用しました。

これらの標準溶液はメルク社から購入しました。試料調製には超純水（比抵抗>18 MΩcm）を使用しました。また、検量線試料は試料と同じ酸濃度に調製しました。

■まとめ

定量結果および定量下限を表 3 に示します。微量元素の定量結果は、認証物質（Fish Protein CRM DORM-4）の認証値の範囲内でした。また、定量下限は測定元素の濃度に対して十分に低く、ICPMS-2030 は魚中の微量元素測定に対して十分な感度を有していることが分かります。

ICPMS-2030 は魚中の微量元素を高感度に、多元素同時に、かつ正確に測定することができます。

参考資料

- 1) 食品及び飼料中の汚染物質及び毒素に関するコーデックス一般規格 (CODEX STAN 193-1995)
- 2) AOAC Method 999.10

表 3 魚中微量元素の定量結果

元素	Fish CRM DORM-4			定量下限 (10σ)
	測定値 1 mg/kg	測定値 2 mg/kg	認証値 mg/kg	固体中定量下限*1 mg/kg
As	6.59	6.69	6.80 ± 0.64	0.004
Cd	0.299	0.298	0.306 ± 0.015	0.002
Cr	1.88	1.89	1.87 ± 0.16	0.007
Cu	15.6	15.5	15.9 ± 0.9	0.03
Fe	326	328	341 ± 27	0.08
Hg	0.415	0.360	0.410 ± 0.055	0.004
Ni	1.31	1.29	1.36 ± 0.22	0.02
Pb	0.388	0.389	0.416 ± 0.053	0.006
Se	3.44	3.51	3.56 ± 0.34	0.02
Zn	55.0	53.3	52.2 ± 3.2	0.04

*1 固体中定量下限 = 10 × (検量線ブランク試料の 10 回測定値の標準偏差) × (検量線の傾き) × (メスアップ量: 0.2 L) / (秤量値: 0.5 g)



本文書に記載されている会社名、製品名、サービスマークおよびロゴは、各社の商標および登録商標です。なお、本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

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：2018年4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。