SHIMADZU
Excellence in Science

Application News

誘導結合プラズマ質量分析計　ICPMS-2030

乳児用調製粉乳中ミネラルの一斉分析

桐山　智帆
奥田　晃士

ユーザーベネフィット

◆ 微量のSeから高濃度のアルカリ元素まで、精度よく一斉に分析できます。
◆ コリジョン条件のみで分析するため、分析時間を短縮することができます。
◆ アルゴンガス消費量が一般的な量の約半分となるミニトーチを使用でき、ランニングコストを抑えます。

■はじめに

バランスの良い栄養摂取は乳児の成長にとって非常に重要です。乳児用調製乳には成長に必要な栄養成分がバランスよく含まれており、調製粉乳や調製液状乳など、様々な製品が販売されています。これら乳児用調製乳の品質や安全性を守るため、CODEX STAN 72-1981[1)]に規格が定められています。

今回は、ICPMS-2030を用いて、乳児用調製乳の認証物質中に含まれる12元素の一斉分析を行いました。

高性能コリジョンセルを搭載したICPMS-2030を用いることにより、水素ガスによるリアクション条件を使用せずに、微量のSeから高濃度のアルカリ元素までを一斉に精度よく定量することができます。

■分析試料

・認証標準物質 NIST SRM 1849a
　Infant/Adult Nutritional Formula I (milk-based)

■試薬

・高純度硝酸（関東化学 Utrrapur-100）
・30 %過酸化水素（和光純薬工業 精密分析用）
・高純度メタノール（関東化学）

■試料前処理

AOACで規定されているメソッド[2)]を参照し、試料の前処理を行いました。
認証標準物質（NIST SRM 1849a）0.20 gを分解容器に量り取り、硝酸 5 mL、過酸化水素 2 mL、純水 1 mLを加え、内標準元素（Ge, Te 5 mg/L）を0.5 mL添加し、マイクロ波前処理装置を用いて表 1 に示した分解メソッドのSTEP1、 2 の順に分解処理を行いました。

表 1　分解メソッド

STEP1	時間(min)	温度(℃)	STEP2	時間(min)	温度(℃)
1	2	70	1	2	70
2	1	50	2	1	50
3	17	180	3	17	200
4	20	180	4	20	200

分解後、高純度メタノール 0.5 mLを添加し、純水で50 mLに定容しました。分析試料はすべてn=2で調製しました。

■検量線試料

市販の単元素標準液を混合し、検量線試料を作製しました。このとき、硝酸 5 mL、高純度メタノール 0.5 mL、内標準元素（Ge, Te 5 mg/L）を0.5 mL添加し、50 mLに定容しました。各元素の濃度はAOACで規定されているメソッド[2)]に従って設定しました。検量線情報を表2に示します。

表 2　検量線情報

元素	m/z	内標準元素 (m/z)	標準試料[mg/L]				
			STD0	STD1	STD2	STD3	STD4
Na	23	Ge(72)	0	0.5	2.5	10	20
Mg	24	Ge(72)	0	0.2	1	4	8
P	31	Ge(72)	0	0.5	2.5	10	20
K	39	Ge(72)	0	1	5	20	40
Ca	42	Ge(72)	0	1	5	20	40
Cr	52	Ge(72)	0	0.0008	0.004	0.016	0.032
Mn	55	Ge(72)	0	0.005	0.025	0.1	0.2
Fe	56	Ge(72)	0	0.05	0.25	1	2
Cu	65	Ge(72)	0	0.005	0.025	0.1	0.2
Zn	66	Ge(72)	0	0.02	0.1	0.4	0.8
Se	78	Te(130)	0	0.0004	0.002	0.008	0.016
Mo	95	Ge(72)	0	0.0008	0.004	0.016	0.032

■測定条件

分析には、島津誘導結合プラズマ質量分析計 ICPMS-2030を用いました。表3に測定条件を示します。

ICPMS-2030は、78Seに干渉する40Ar38Arなどの多原子イオンの除去効率と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。

そのためICPMS-2030は、ヘリウムガスを用いたコリジョン条件のみで、微量のSeを高感度に分析することができます。分析条件の切り替えが不要なため、分析時間短縮が可能です。また、プラズマガス消費量を9 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抑えることができます。

表 3　測定条件

装置	：誘導結合プラズマ質量分析計 ICPMS-2030
高周波出力	：1.2 kW
サンプリング深さ	：7.0 mm
プラズマガス流量	：9.0 L/min
補助ガス流量	：1.10 L/min
キャリヤーガス流量	：0.70 L/min
コリジョンガス	：He
コリジョンガス流量	：8.0 mL/min
トーチ	：ミニトーチ, 1.1
サンプリングコーン	：Ni製コーン
スキマーコーン	：Ni製コーン
チャンバー	：電子冷却サイクロンチャンバー
ネブライザー	：ネブライザー 07UES

■認証標準物質 SRM 1849aの分析結果

認証物質の分解液（n=2）を3回繰り返し測定した平均値、検量線のブランク試料から算出した装置定量下限ILOQを表4に示します。全ての元素の分析結果は認証値の範囲内であり、RSDは1.2 %以下と、良好な結果が得られました。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 は乳児用調製乳中のミネラル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。

■まとめ

乳児用調製乳中12元素の分析を行いました。ヘリウムガスを用いたコリジョン条件のみで、微量のSeから高濃度のアルカリ元素まで全ての元素を一斉分析することができ、良好な感度・精度を得ることができました。

ICPMS-2030は、食品中の微量から高濃度のミネラル元素の品質管理を容易にし、さらに日常のルーチン分析にかかるコストを低減することが可能です。

■参照

1) CODEX STAN 72-1981 ：STANDARD FOR INFANT FORMULA AND FORMULAS FOR SPECIAL MEDICAL PURPOSES INTENDED FOR INFANTS
2) AOAC Official Method 2015.06 /ISO 21424 Minerals and Trace Elements in Milk, Milk Products, Infant Formula and Adult/Pediatric Nutritional Formula Final action 2017

表4　NIST SRM 1849aの分析結果

元素	m/z	認証値	分析結果	装置定量下限*3
				ILOQ
		mg/kg	mg/kg	mg/kg
Na	23	4265 ±83	4236	4
Mg	24	1648 ±36	1638	0.14
P	31	3990 ±140	4120	1.2
K	39	9220 ±110	9167	4
Ca	42	5253 ±51	5186	3
Cr	52	1.072 ±0.032	1.056	0.007
Mn	55	49.59 ±0.97	48.17	0.008
Fe	56	175.6 ±2.9	172	0.5
Cu	65	19.78 ± 0.26	19.72	0.01
Zn	66	151.0 ±5.6	145.6	0.04
Se	78	0.812 ±0.029	0.79	0.009
Mo	95	1.707 ±0.04	1.689	0.0014

*3： ILOQ＝10 × 検量線ブランクの標準偏差（n=10）×検量線の傾き

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
01-00153-JP 初版発行：2021年 5月
島津コールセンター 0120-131691

本文中に記載されている会社名および製品名は、各社の商標および登録商標です。
本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

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。

改訂版は会員制サイト Solutions Navigator で閲覧できます。
https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm
閲覧には、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/

© Shimadzu Corporation, 2021