

Agilent 5100 シンクロナス・バーティカル・デュアルビュー (SVDV) ICP-OES を用いた動物用飼料の分析

アプリケーションノート

食品検査と農業

著者

Neli Drvodelic

Agilent Technologies
Melbourne, Australia



はじめに

動物用飼料に含まれる栄養素、微量栄養素、毒性元素といった各種元素の試験は、公衆衛生と環境を守る目的から、しばしば国内または国際的な規制当局の定める法規制の対象となります。たとえば、国連食糧農業機関 (FAO) や世界貿易機関 (WTO) は、国際食品規格委員会を設立し、国際的に調和した食品基準、ガイドライン、行動基準を策定しています。そうした基準は、多くの場合、国内法の基盤となります。法規制の枠組みのなかで分析を行うことが求められる食品試験ラボでは、毎日多くのサンプルについて、規制対象となる幅広い元素をモニタリングする必要があります。



Agilent Technologies

ICP-OES 機器は、信頼性が高く使いやすいことから、すでに多くの食品試験ラボで広く利用されていますが、Agilent 5100 シンクロナス・バーティカル・デュアルビュー (SVDV) ICP-OES では、動作と性能が向上しています。特に、堅牢性、スピード、使用コストの削減といった点が大きく向上しています。

従来のデュアルビュー ICP-OES システムのほとんどは水平トーチを採用していますが、5100 では堅牢な垂直トーチが使用されています。これにより、トーチの寿命が延びるとともに、システムのマトリックスへの対応力も向上します。5100 独自のダイクロイックスペクトルコンバイナ (DSC) 技術により、全波長範囲における垂直プラズマのアキシシャル光とラディアル光を統合し、1 回の分析で測定することが可能になっています。ラディアルビューとアキシシャルビューを順次測定することで、分析速度が 2 倍になることはありません。高速 VistaChip II CCD 検出器も、サンプルスループットの向上に貢献しています。サンプル分析時間が短縮されるため、1 サンプルあたりのアルゴン消費量が大幅に少なくなり、ハイスループット分析ラボの大幅なコスト削減につながります。

Agilent 5100 で採用されている ICP Expert ソフトウェアは、あらかじめ設定されたメソッドテンプレートを含むソフトウェアアプレットを備えています。これにより、メソッド作成が迅速化および簡略化されます。DSC 技術により、各元素に適したプラズマ測光モードを選択する必要がなくなるため、メソッド作成がさらに簡略化されます。オペレータが必要な元素と波長を選択するだけで、1 回の同時測定により分析が実行されます。たとえば、Na や K といったサンプル中にパーセントオーダーで含まれる栄養素をラディアルビューで測定し、同じ分析で Cu や Zn といった ppm または ppb オーダーで存在する他の元素をアキシシャルビューで測定することで、さまざまな濃度のすべての元素を分析することが可能です。従来のデュアルビュー機器では、2 回や 3 回、場合によっては 4 回の測定が必要になりますが、5100 では、必要な測定は 1 サンプルあたり 1 回だけです。

5100 はプラグ & プレイ型のトーチシステムを搭載しています。これにより、自動的にトーチの位置が調整され、すべてのガスが接続されるので、迅速な分析開始が可能になると同時に、オペレータが変わった場合でもトーチローディングの再現性が確保されます。複数の場所で複数の機器を使用するラボの場合、サンプル導入システム (SIS) における機器間のばらつきを最小限に

抑えることが重要です。5100 の使いやすい機能なら、オペレータのトレーニング時間を短縮し、メソッド作成や機器操作を大幅に簡略化することができます。

このアプリケーションノートでは、Agilent 5100 SVDV ICP-OES を用いたウシ肝臓標準物質 (SRM) 中の微量元素の分析を紹介します。

使用機器

すべての測定には、Agilent 5100 SVDV ICP-OES を使用しました。ダイクロイックスペクトルコンバイナ (DSC) 技術と垂直プラズマを備えたこのシステムでは、アキシシャルビューとラディアルビューを同時に分析することができます。サンプル導入システムは、SeaSpray ネブライザ、ダブルパスガラスサイクロニクスプレーチャンバ、標準 5100 デュアルビュートーチ (デマンタブル、石英、1.8 mm インジェクタ) で構成されています。この機器では、27 MHz で動作するソリッドステート RF (SSRF) システムが用いられています。これにより、優れた長期分析安定性を備えた堅牢なプラズマが実現します。

分析に用いた機器の使用条件を表 1 に、選択した波長および検量パラメータを表 2 にまとめています。

表 1. 分析に用いた Agilent 5100 SVDV ICP-OES 操作パラメータ

パラメータ	設定
読み取り時間 (s)	10
繰り返し	3
取り込み遅延時間 (s)	20
安定化時間 (s)	10
洗浄時間 (s)	30
高速ポンプ (rpm)	80
RF 出力 (kW)	1.20
補助ガス流量 (L/min)	1.0
プラズマ流量 (L/min)	12.0
ネブライザ流量 (L/min)	0.7
測光高さ (mm)	6

実験方法

標準溶液とサンプルの前処理

メソッドの有効性を確認するために、米国標準技術局 (NIST) 標準物質 (SRM) 1577 ウシ肝臓を前処理し、分析しました。Milestone Ethos マイクロ波分解システムを用いて SRM を分解しました。サンプル約 0.5 g を正確に計量し、分解容器に入れました。その後、濃 HNO₃ 7 mL と 30 % H₂O₂ 1 mL を添加しました。あらかじめ設定された分解メソッドを用いてサンプルを分解し、冷却したのち、DI 水で体積を 50 mL にしました。最終酸濃度は約 12 % v/v HNO₃ です。

1 % HNO₃ 中の多元素標準から一連の標準 (1、5、10、100、250、500 ppm) を作成し、ウシ肝臓分解物に多元素標準を 100 ppb 添加しました。

表 2. 分析に選択した波長およびキャリブレーションパラメータ

元素	波長 (nm)	バックグラウンド補正	検量線タイプ	相関係数
K	766.491	フィッティング	直線	0.99966
Na	589.592	フィッティング	直線	0.99978
Fe	238.204	フィッティング	直線	0.99999
Cu	327.395	フィッティング	直線	1.00000
Zn	213.857	フィッティング	直線	1.00000
Mn	257.610	フィッティング	直線	0.99998
Se	196.026	フィッティング	直線	1.00000
Pb	220.353	フィッティング	直線	0.99999
Cd	228.802	フィッティング	直線	1.00000
As	188.980	フィッティング	直線	1.00000
Ca	396.847	フィッティング	直線	0.99997
Co	238.892	フィッティング	直線	0.99999
Mg	279.078	フィッティング	直線	0.99968
Mo	202.032	フィッティング	直線	1.00000
Ag	328.068	フィッティング	直線	1.00000
Tl	190.794	フィッティング	直線	1.00000

結果と考察

5100 SVDV ICP-OES における Na および K のダイナミックレンジ (LDR) は、優れた直線性を示しています (図 1 および 2)。どちらの元素も 500 ppm までの検量線作成が可能です。相関係数は 0.999 以上で、各標準溶液での検量エラーは 10 % 未満です。このことは、5100 SVDV ICP-OES を使えば、1 回の測定で Na および K について優れた LDR が得られることを示しています。従来のデュアルビュー機器では、これと同等の LDR を得るためには、サンプルを複数回測定する必要があります。

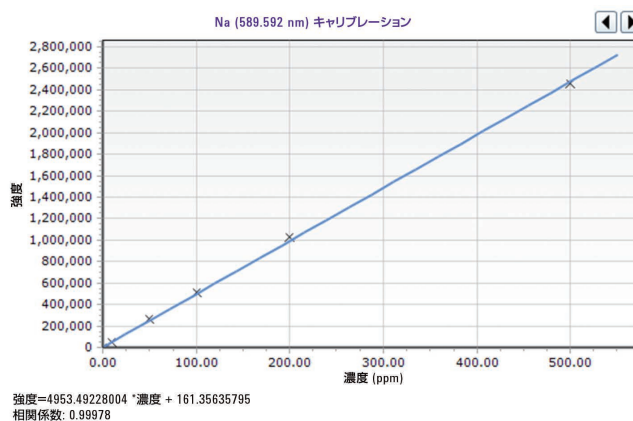


図 1. 5100 SVDV ICP-OES を用いた Na 589 直線の検量線

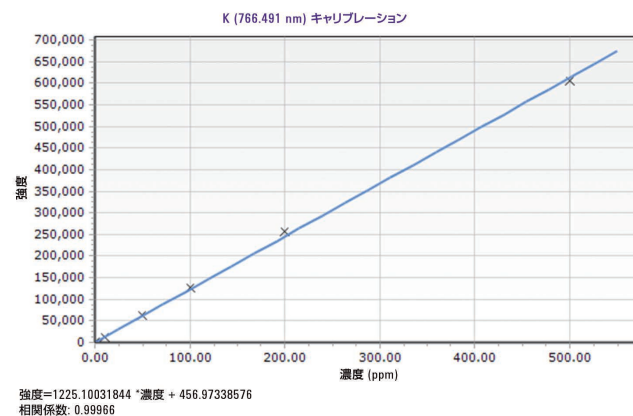


図 2. 5100 SVDV ICP-OES を用いた K 766 直線の検量線

主成分元素と微量元素の両方を 1 回の読み取りで測定し、ウシ肝臓 SRM に含まれるすべての元素を測定しました。5100 SVDV ICP-OES で得られた結果と SRM の認定値を表 3 に示しています。表 4 では、認定値が利用できない元素について、SRM の参照値と測定結果を示しています。測定値は認定値および参照値と良好に一致しています。ほとんどの測定結果は、認定濃度の 5 % 以内でした。

ブランク溶液の 10 回繰り返し測定での 3 シグマから、メソッド検出下限 (MDL) を算出しました。

表 3. NIST ウシ肝臓 1577 SRM の測定結果

元素	MDL (mg/kg)	測定値 (mg/kg)	SD	認定値 (mg/kg)	SD	回収率 (%)
K 766	7.80	9832	5.2	9700	0.06	101
Na 589	9.08	2410	2.9	2430	0.013	99
Fe 238	0.17	258	1.9	270	20	96
Cu 327	0.16	203	1.1	193	10	105
Zn 213	0.33	131	0.56	130	10	101
Mn 257	0.008	9.8	0.01	10.3	1.0	96
Cd 228	0.13	0.26	0.02	0.27	0.04	96

表 4. NIST ウシ肝臓 1577 SRM の測定結果。ここに示す元素については、参照値です

元素	MDL (mg/kg)	測定値 (mg/kg)	SD	参照値 (mg/kg)	回収率 (%)
Ca 396	6.0	126	0.16	123	103
Mg 279	0.83	603	2.4	605	100
Mo 202	0.18	3.4	0.05	3.2	106
Sr 407	0.01	0.142	0.002	0.140	102

微量濃度で存在する一部の元素については、SRM 中の濃度が定量下限を下回りました。そうした元素に対するメソッドの有効性をさらに確認するために、ウシ肝臓分解物に多元素標準を 100 ppb 添加しました。測定結果を表 5 に示しています。優れた添加回収率が得られています。いずれの元素も、回収率は 99 % ~110 % の範囲内でした。

表 5. ウシ肝臓に 100 ppb 多元素標準を添加した測定結果

元素	MDL (ppb)	測定値 (ppb)	SD	添加濃度 (ppb)	添加回収率 (%)
Pb 220	4.8	109	0.003	100	109
Se 196	8.5	103	0.001	100	103
Co 238	2.0	110	0.002	100	110
Ag 328	2.1	107	0.001	100	107
As 188	12	99	0.004	100	99
Tl 190	7.7	103	0.001	100	103

結論

DSC を搭載する Agilent 5100 SVDV ICP-OES は、アキシアルプラズマの感度という利点と、ラディアルプラズマの堅牢性という特性を 1 つのプラットフォームに統合したシステムです。そのため、すべての波長を 1 回の測定で検出することが可能です。これにより、精度の向上、分析時間の短縮、アルゴン消費量の削減といった利点が得られます。

この研究では、5100 SVDV ICP-OES を用いて、マイクロ波分解したウシ肝臓 SRM サンプルに含まれる幅広い元素を測定しました。Na および K については、最高 500 ppm という優れたダイナミックレンジが得られ、測定結果も認定値および参照値と良好に一致しました。

5100 は、ハイスループット、高感度、多元素分析テクニック、広いダイナミックレンジが求められる食品試験ラボのニーズに応える理想的なシステムです。新しい直観的なソフトウェアインタフェースや、プラグ & プレイ型タッチなどのハードウェア機能により、毎日の使用やメソッド作成が簡単になっています。そのため、異なるオペレーター間や機器間での優れたメソッド再現性が得られます。

www.agilent.com/chem/jp

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。

本資料に記載の情報は、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2014
Published July 1, 2014
5991-4868JAJP