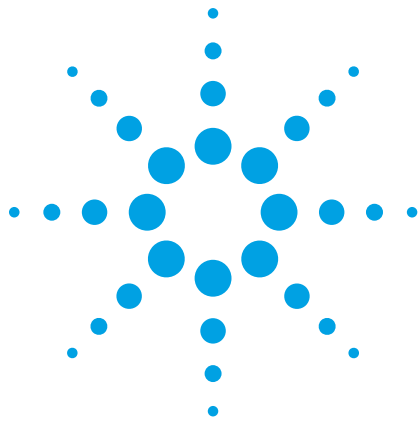




Agilent 5100 SVDV ICP-OES を使用した 中国標準メソッドに基づく 粉ミルクの分析

アプリケーションノート

食品

著者

Neli Drvodelic

Agilent Technologies
Melbourne, Australia



はじめに

牛乳の元素組成は環境汚染の優れた指標になります。牛乳は、毒性金属の重要な取り込み経路であると同時に、人にとって欠かせない栄養素の源でもあります [1]。このために、牛乳および乳製品の元素含有量を監視する標準メソッドとガイドラインが開発されています。たとえば、中国国内の食品安全性標準、GB 5413.21—2010 は、乳児および幼児向け食品、生乳、および乳製品中の Ca、Fe、Zn、Na、K、Mg、Cu、Mn の測定を網羅しています。



Agilent Technologies

Na、K、および Ca など、粉ミルク中の主要栄養素の多くは高い濃度で存在します。一部の毒性元素は低濃度での測定が必要ですが、これは機器の感度が非常に重要であることを意味します。この結果、毒性元素に必要な低い定量下限を達成するためのアキシャル ICP-OES 機器の必要性が高まっていますが、高濃度の主要な栄養素元素を測定するための戦略も考慮する必要があります。これまでの研究から [2、3]、内標準およびイオン化抑制剤としてセシウム (Cs) を標準およびサンプルに添加することが、Na や K などの高濃度の元素の測定に有効であることがわかっています。この広い測定範囲に対応するための別の方法として、デュアルビュー (DV) ICP-OES 機器を使用して微量元素をアキシャルビューで、栄養素元素をラディアルビューで測定する方法があります。ただし、従来の DV 機器ですべての元素を完全に分析するには、サンプルの順次測定が複数回必要です。

この実験では、独自の DSC (ダイクロイック・スペクトルコンバイナ) 技術を使用した Agilent 5100 SVDV (シンクロナス・パーティカル・デュアルビュー) ICP-OES を用いて、アキシャル光とラディアル光の両方を 1 回の読み取りで測定しました。この結果、Na や K などの主要元素のラディアル測定を行いながら、微量元素のアキシャル測定ができました [4]。これにより測定範囲が広がり、時間をかけずに、サンプルあたりのアルゴン消費量を抑えて、Na や K などの栄養素元素の干渉を除去し、Zn、Cu、Mn などの微量元素を測定することができます。正確かつ精密なデータと卓越した直線ダイナミックレンジ (LDR) も得られます。

この実験を中国の GB 5413.21—2010 標準メソッドに従って行い、メソッドの真度と妥当性を NIST (米国標準技術局) 8435 全脂粉乳標準参照原料 (SRM) の分析により評価しました。

使用機器

すべての測定は、アキシャルビュー分析とラディアルビュー分析を同時に実行する DSC を備えた Agilent 5100 SVDV ICP-OES を使用して行いました。さらに柔軟な操作が必要な場合は、5100 SVDV ICP-OES を 4 つの異なるモード (シンクロナス・パーティカル・デュアルビュー、パーティカル・デュアルビュー、ラディアル、アキシャル) で実行できます。すべての 5100 構成は垂直トーチと 27 MHz のソリッドステート RF ジェネレータを備えているため、クリーニング、ダウンタイム、トーチ交換の頻度を下げながら、高マトリックス食品サンプルなどの最も困難なサンプルを測定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、ダブルパスサイクロニックガラス製スプレーチャンバ、標準の 1.8 mm トーチで構成されています。機器へのサンプルの送液には SPS 3 オートサンブラを使用しました。イットリウムを内標準として使用し、ティピースを通じてオンラインで追加しました。

装置の使用条件を表 1 に示します。

表 1. Agilent 5100 SVDV ICP-OES の使用パラメータ

パラメータ	設定
読み取り時間 (秒)	10
繰り返し測定	3
サンプル取り込み遅延 (秒)	20
安定化時間 (秒)	15
洗浄時間 (秒)	30
ポンプ速度 (rpm)	15
高速ポンプ (rpm)	80
RF 出力 (kW)	1.3
補助ガス流量 (L/min)	1.0
プラズマ流量 (L/min)	12
ネブライザ流量 (L/min)	0.7
ビュー高さ (mm)	6
サンプルポンプチューブ	白 - 白
内標準チューブ	オレンジ - 緑
内標準	すべての元素で Y 371.029

実験方法

標準溶液とサンプル前処理

NIST SRM 8435 全脂粉乳をこの実験のサンプルとして使用しました。HNO₃ (7 mL) および 30 % H₂O₂ (1 mL) を約 1.0 g の粉ミルク SRM に添加し、超音波で分解しました。GB 5413.21—2010 メソッドには灰化/分解サンプル前処理手順の概要が記載されていますが、超音波による分解も使用できます。溶解したら、この溶液を冷却し、25 mL 計量フラスコで 25 mL にします。最終的な酸濃度は約 20 % v/v HNO₃ となり、最後の希釈は 1:25 となりました。

GB メソッドに従って、1 つの保存溶液から多元素標準溶液を調製しました。異なる元素のさまざまな濃度の標準作業用溶液を表 2 の濃度に従って調製しました。Na、K、Mg、および Ca の検量範囲が拡張されました。これは SVDV を備えた 5100 の広い LDR を示すものです。GB メソッドでは、検量範囲外で手動のサンプル希釈が許可されていますが、5100 SVDV ICP-OES には優れた直線ダイナミックレンジがあるため、この処理は不要でした。

結果と考察

メソッド検出下限 (MDL) は、分析中にブランク溶液を 10 回繰り返した測定 の 3 シグマに基づくものでした。表 3 からわかるように、5100 SVDV ICP-OES で得られた MDL は GB メソッドで指定されている値よりも低くなりました。

表 3. GB 5413.21—2010 ガイドラインに従って得られたメソッド検出下限。すべての MDL は 1 回の分析で測定しました。

元素	MDL (mg/kg)	MDL (mg/100g)	GB 指定の DL (mg/100g)
K 766.491	1.74	0.17	0.7
Ca 315.887	0.10	0.01	0.7
P 213.618	0.17	0.02	N/A
Na 589.592	0.08	0.01	1.6
S 181.972	1.11	0.11	N/A
Mg 279.078	0.08	0.01	0.2
Zn 202.548	0.006	0.0006	0.002
Sr 421.552	0.0005	0.00005	N/A
Fe 259.940	0.01	0.001	0.003
Cu 327.395	0.01	0.001	0.002
Mo 204.598	0.03	0.003	NA
Mn 257.610	0.003	0.0003	0.005

表 2. 混合標準溶液の組成および濃度、µg/mL

標準溶液	Fe	Mn	Cu	Mo	Sr	Mg	Zn	P	S	Ca	K	Na
	濃度 (µg/mL)											
1	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	1	1	1	1	10	10	1
2	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	5	5	10	10	50	50	10
3	1	1	1	1	1	10	10	100	100	100	100	20
4	5	5	5	5	5	25	25	200	200	250	250	50
5						50	50	500	500	500	500	100
6										750	750	150
7												200

粉ミルク SRM で測定された元素の回収率は 92 ~ 107 % で、メソッドの高い真度を示しています。表 4 の結果は 5100 SVDV ICP-OES の広いダイナミックレンジも示しています。これは、元素が 1 回の読み取りにより ppb から % のレベルで測定されたためです。

現時点では、中国の GB メソッドは 8 つの元素 (Ca, Fe, Zn, Na, K, Mg, Cu, Mn) の測定を網羅していますが、SRM 中の P, S, Sr, Mo の結果も報告されています。これらは、これらの元素が他の国や地域の粉ミルク分析で重要であるからです。

表 4. 5100 SVDV ICP-OES を使用した NIST 粉ミルク 8435 SRM の分析

元素	認証値 (mg/kg)	測定値 (mg/kg)	回収率 (%)
主要栄養素			
K 766.491	1.363	1.307	96
Ca 315.887	0.922	0.975	106
P 213.618	0.780	0.716	92
Na 589.592	0.356	0.353	99
低濃度および微量栄養素			
S 181.792	0.265	0.265	100
Mg 279.078	814	749	92
Zn 202.548	28.0	28.9	103
Sr 421.552	4.35	4.37	101
Fe 259.940	1.8	1.9	107
Cu 327.395	0.46	0.46	100
Mo 204.598	0.29	0.27	92
Mn 257.610	0.17	0.18	103

結論

DSC 技術を使用した Agilent 5100 SVDV ICP-OES により、アキシアルとラディアルの両方の読み取りを 1 回の迅速でコストパフォーマンスの高い測定で実行できます。粉ミルク SRM 中の微量の毒性元素および主要栄養素元素を、イオン化緩衝液を使用することなく 1 回の測定で測定しました。SVDV モードを使用する SRM で測定したすべての元素について優れた回収率が達成され、広いダイナミックレンジでこのメソッドの真度が高いことが証明されました。この実験では、Agilent 5100 SVDV ICP-OES が粉ミルク分析用の中国のメソッド GB 5413.21 に適していることがわかりました。

参考文献

1. P. D. Kluckner, D. F. Brown, R. Sylvestre, "Analysis of milk by plasma emission spectrometry". *ICP Information Newsletter*, 1981, 7, 83
2. A. J. Ryan, Direct analysis of milk powder on the Liberty Series II ICP-AES with the axially-viewed plasma. *ICP Instruments At Work*, 1997, ICP-21
3. A. Tame and D. Hoobin, Direct Analysis of Milk Powder by Axially-Viewed Simultaneous ICP-OES, *Agilent application note*, 2010, ICPES-26
4. 技術概要、Agilent 5100 SVDV ICP-OES : 優れたスピードと性能を実現するシンクロナス・バーティカル・デュアルビュー ICP-OES、アジレント技術資料、2014、5991-4853JAJP

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、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
資料番号 :5991-4900JAJP



Agilent Technologies