

ICP-MS 機能の拡張による食品中の ナノ粒子の検出

Agilent 7800 ICP-MS の単一粒子 (sp) モードを
用いた乳児用調合乳中のナノ粒子のモニタリング

著者

Shuofei Dong and
Michiko Yamanaka

Agilent Technologies, Inc.

ルーチン多元素分析に加えてナノ粒子中の複数の元素を測定

Agilent 7800 ICP-MS は、高速の多元素分析機能、低い検出下限、広いダイナミックレンジを備えているため、食品の品質管理分析に広く用いられています。しかし、食品の安全性規制の変化や消費者の意識の高まりに伴い、元素含有量全体の測定に加えて、食品中のナノ粒子 (NP: Nano Particle) のモニタリングへのニーズが増大しています。

spICP-MS による乳児用調合乳のナノ粒子分析

今回の研究では、7800 ICP-MS を標準 MicroMist ガラス製同軸ネブライザ、石英製スコット型スプレーチャンバ、ニッケル製インタフェースコーンと組み合わせて使用しました。標準トーチは、ナノ粒子アプリケーションでは一般的な内径 1.0 mm のインジェクタ付き石英製トーチを用いました。オプションの単一ナノ粒子分析モジュールと高度な取り込みモジュールを ICP-MS MassHunter ソフトウェアに追加することで、高速時間分析 (TRA: Time Resolved Analysis) および積分、多元素単一ナノ粒子 (sNP) データ処理が可能になりました。高速 TRA モードでは、測定間のセトリング時間をゼロとし、100 μ s の積分時間を使用します。これにより、感度と取り込みスピードの最適なバランスを得られます。

乳児用調合乳中のナノ粒子の潜在的な主成分と微量成分を基に、モニタリングの対象となる 13 の元素を選択しました。ORS⁴ コリジョン/リアクションセルは、Ag、Ba、Pb についてはノーガスモードで、Al、Si、Ca、Ti、Cr、Mn、Fe、Ni、Cu、Zn についてはヘリウム (He) コリジョンガスで動作させました。サンプルバイアルへの 1 回のアクセスで、ガスモードと測定質量数が連続的に採取されるため、データ品質を損なうことなく、ハイスループットの多元素ナノ粒子スクリーニングが実現します。内径 1.0 mm のトーチに合わせて最適なネブライザガス流量を設定した後、バッチオートチューンによってプラズマおよびチューニング設定を自動的に最適化しました。

表 1. spICP-MS メソッドで使用した代表的な 7800 ICP-MS 操作パラメータ

	ヘリウムモード	ノーガスモード
RF 出力 (W)	1550	
サンプリング位置 (mm)	8.0	
ネブライザガス流量 (L/min)	0.75	
エネルギーディスクリミネーション (V)	5.0	
ヘリウム流量 (mL/min)	5.0	0

標準およびサンプル: Agilent 多元素キャリブレーション標準を用いて、各元素のレスポンス係数 (cps/ppb) を測定しました。7 種類の乳児用調合乳製品を米国 (USA、3 サンプル) と中国 (CHN、4 サンプル) のスーパーマーケットで購入しました。各サンプルを約 0.25 g ずつ 25 mL の脱イオン水 (DIW) で懸濁した後、分析前にさらに 5 倍希釈しました。60 nm Ag ナノ粒子懸濁液 (BBI Solutions、UK) を用いて、噴霧効率を計算し、サンプルマトリックス効果を評価しました。

マトリックス効果の評価: ナノ粒子シグナルへのサンプルマトリックス効果を調べるために、同じ濃度の 60 nm Ag ナノ粒子標準試料を DIW と各サンプルにスパイクしました。Ag ナノ粒子の濃度およびサイズ分布を測定して比較しました。図 1 から、乳児用調合乳サンプルにおいて 2 つの Ag ナノ粒子サイズ分布に違いがないことがわかります。また、スパイク済みの DIW と比べると、Ag ナノ粒子濃度回収率が 87 % 以上で、サンプルマトリックスが原因で大きなマトリックス効果が引き起こされないことを確認できました。

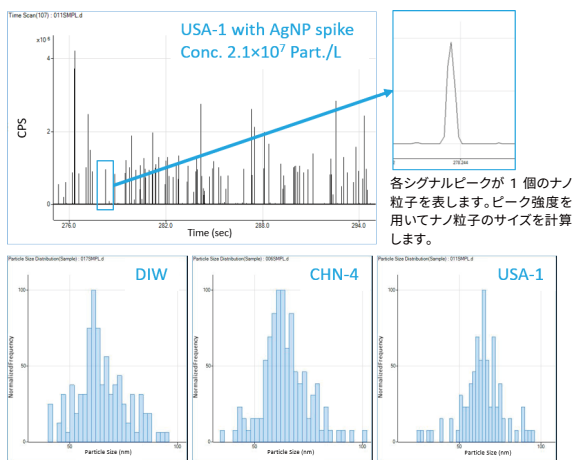


図 1. スパイク済みの乳児用調合乳中の Ag ナノ粒子 (USA-1、左上)、1 つのナノ粒子のシグナルの拡大表示 (右上)、DIW と 2 つの乳児用調合乳サンプルで一貫している Ag ナノ粒子の粒子サイズ分布の比較 (下)

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンタ

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。本文書に記載の情報、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. 2020

Printed in Japan, February 24, 2020

5994-1748JAP

DE.8862037037

多元素ナノ粒子含有量の同定

食品中のナノ粒子は、原材料、製造機器、包装材料に由来します。spICP-MS メソッドを用いて目的の 13 元素を含むナノ粒子の存在を評価しました。いくつかの乳児用調合乳サンプル中で、Al、Ca、Fe、Zn を含むナノ粒子が同定されました。図 2 の 2 つのサンプル中の Ca と Fe が示すように、異なる乳児用調合乳サンプル間でナノ粒子の粒子タイプおよび数の違いが見られました。

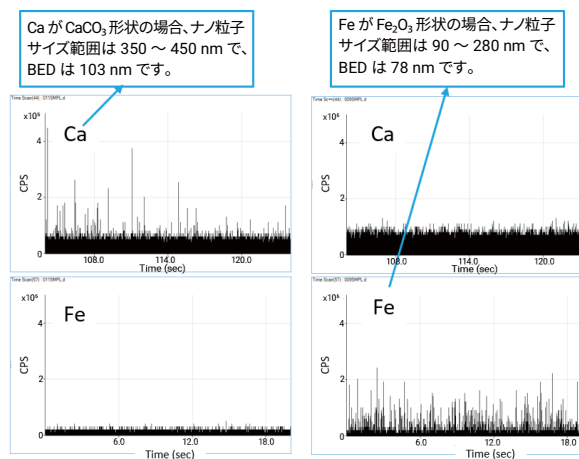


図 2. 乳児用調合乳サンプルの多元素ナノ粒子分析から得られた高速 TRA データの例。USA-1 (左) と CHN-4 (右) 中の Ca および Fe を含有する粒子のサイズと数の比較

ナノ粒子中の元素の実際の形状が不明な場合でも、ナノ粒子のタイプと数の同定に加えて、サイズ分布の推定が可能です。Ca であれば CaCO_3 、Fe であれば Fe_2O_3 など、異なるナノ粒子中でその元素の最も可能性が高い形状を仮定することによって、ナノ粒子のサイズ (直径) を計算できます。この仮定を使用し、乳児用調合乳 USA-1 中の Ca ナノ粒子の直径が 350 ~ 450 nm、バックグラウンド相当径 (BED: 検出下限粒径相当) が 103 nm になると計算しました。また、乳児用調合乳 CHN-4 中の Fe ナノ粒子の直径は 90 ~ 280 nm、BED は 79 nm と計算されました。

ICP-MS の機能の拡張

7800 ICP-MS は、食品サンプル中の主要元素と微量元素のハイルーブットかつ正確な定量測定に日常的に使用できます。spICP-MS モードをサポートするオプションのソフトウェアモジュールを追加すると、乳児用調合乳などのサンプルの多元素ナノ粒子含有量を同じ機器で評価できます。この柔軟性によって 7800 ICP-MS の有用性がさらに向上するため、品質管理や真正性の調査において高まっている食品業界からのナノ粒子分析の要求に対応できます。