



# 4100 MP-AES を用いた食品中主成分、副成分、微量成分元素の分析 —コストパフォーマンスの向上—

## アプリケーションノート

食品・飲料

### 著者

Tran Nham、Craig Taylor

Agilent Technologies  
Melbourne, Australia



### はじめに

食品の安全性確保や品質の確認、産地の特定においても、食品に含まれる微量元素の測定は、きわめて重要な意味をもちます。一部の元素には、人体の健康のために低濃度で必要とされるものもありますが、鉛やクロムといった元素は毒性が高く、ウイルス性疾患や神経疾患といった病気に関連しているものもあります。汚染や低品質が疑われる食品は、健康に対するリスクとなるだけでなく、消費者の信頼も損ねます。そのため、悪評による売上の減少や信頼の喪失から、収益の減少につながるおそれがあります。

原子発光分光分析法は、食品中金属の分析テクニックとして確立されています。実際に用いられるテクニックは、分析対象元素や予想濃度、サンプルの数や種類などのアプリケーションニーズに応じて変化します。そのほか、機器の選択に影響を与える重要な要素としては、消耗品やガスの購入費用、労力、サービスやメンテナンスのコストなどがあります。



Agilent Technologies

ラボの予算がますます圧迫されている現状を受けて、アジレントは原子発光分光分析装置のラインナップを拡充し、4100 マイクロ波プラズマ原子発光分光分析装置 (MP-AES) を発表しました。MP-AES は、マイクロ波誘導窒素プラズマを用いて元素を分析する新しい分析テクニックです。プラズマガスとして窒素を使用するため、使用コストを大幅に削減できます。

## 実験手法

このアプリケーションノートでは、各種の認証標準物質の分析例を紹介します。サンプルの説明を以下に記載しています。

- NIES CRM No.7 茶葉 : 国立環境研究所 (NIES)、日本
- NIES CRM No.10c 米粉 : 国立環境研究所 (NIES)、日本
- NIST SRM 1577 Bovine Liver : 米国標準技術研究所 (NIST)、米国
- CRM-小麦粉 : High Purity Standards、米国
- CRM-粉ミルク : High Purity Standards、米国
- CRM-カキ組織 : High Purity Standards、米国

## サンプル前処理

簡単な酸分解メソッドを用いて、3 種類のサンプルを前処理しました。まず、茶葉 CRM 0.25 g、Bovine Liver SRM 0.5 g、米粉 CRM 1 g を計量し、それぞれ別の 250 mL ビーカーに入れました。HNO<sub>3</sub> 10 mL を加え、各ビーカーに時計皿で蓋をしました。サンプルをホットプレートで加熱し、完全に溶解させました。室温に冷ましたのち、各分解物を 100 mL 容量フラスコに移し、Milli-Q 水を加えて必要な容積にしました。

CRM 小麦粉、CRM 粉ミルク、CRM カキ組織の 4 % HNO<sub>3</sub> 溶液を High Purity Standards (米国) から購入しました。

検量線作成用溶液とブランクをサンプルとマトリックスマッチングしました。

## 機器

独自のマイクロ波励起アセンブリを備えた革新的な 4100 MP-AES は、さまざまな濃度の複数元素の高速無人分析に対応できる原子発光分光分析テクニックで、分析には窒素プラズマが用いられます。独自のマイクロ波励起アセンブリが、トーチ周辺の集中軸方向磁場でつくられたマイクロ波エネルギーを集束および維持します。これにより、堅牢なドーナツ型プラズマが生まれ、液体サンプルを安定的に導入することが可能になります。最高 5,000 K の中心温度を持つ MP-AES は、高強度の原子発光線を生成するため、分光分析にきわめて適しています。シンプルなスペクトルに加えて、窒素-MP-AES により、アセチレンなどのコストのかかる可燃性ガスが不要になるため、フレーム AA に比べて使用コストを削減し、ラボの安全性を高めることができます。

この分析には、標準 MP-AES トーチ、コンセントリックネブライザ、ガラスサイクロンスプレーチャンバを備えた Agilent 4100 MP-AES を使用しました。

動作パラメータを表 1 に示しています。

表 1. Agilent 4100 MP-AES の動作パラメータ

機器パラメータ	設定
ネブライザ圧力	160~180 kPa
読み込み時間	3 秒 (MDL は 10 秒)
繰り返し回数	3 (MDL は 10)
安定化時間	15 秒
バックグラウンド補正	オート

## 結果

### メソッド検出下限 (MDL)

ブランクを用いて、メソッド検出下限を測定しました。選択した分析波長とメソッド検出下限 (3 $\sigma$ ) を表 2 にまとめています。

表 2. Agilent 4100 MP-AES の分析波長とメソッド検出下限 (ppb)

元素	波長 (nm)	MDL (ppb)
Al	396.152	0.5
Ba	455.403	0.02
Ca	445.478	14
Cd	228.802	1.2
Co	340.511	4
Cr	425.433	0.5
Cu	327.396	0.4
Fe	371.993	3
K	769.897	3
K	404.414	280
P	213.618	100
Pb	405.781	5
Pb	368.343	12
Mg	518.361	4
Mn	403.076	0.5
Mo	379.825	1.5
Na	589.592	3
Na	568.821	140
Ni	341.476	2
Ni	352.453	2
Sr	407.771	0.01
Zn	213.857	4

### 食品の分析

6 種類の食品に含まれる主成分、副成分、微量成分元素の分析結果を表 3~8 に示しています。測定値 (3 回繰り返し分析) は、すべての CRM および SRM サンプルの認証値と良好に一致しています。

表 3. NIES No.7 茶葉の分析結果

元素	測定値	認証値
	wt%	wt%
Ca	0.314 ± 0.013	0.320 ± 0.012
Mg	0.150 ± 0.004	0.153 ± 0.006
K	1.861 ± 0.074	1.86 ± 0.07
	mg/kg	mg/kg
Ba	5.76 ± 0.57	5.7*
Cd	nd	0.03 ± 0.03
Co	nd	0.12*
Cr	nd	0.15*
Cu	7.13 ± 0.81	7 ± 0.3
Pb	nd	0.8 ± 0.03
Ni	6.03 ± 0.63	6.5 ± 0.3
Sr	3.63 ± 0.43	3.7*
Zn	34 ± 3	33 ± 3

\* 参照値のみ

表 4. NIES No.10c 米粉の分析結果

元素	測定値	認証値
	wt%	wt%
Mg	0.127 ± 0.006	0.125 ± 0.008
K	0.279 ± 0.012	0.275 ± 0.010
P	0.300 ± 0.010	0.335 ± 0.008
	mg/kg	mg/kg
Al	1.49 ± 0.13	1.5*
Ca	95.4 ± 7.0	95 ± 2
Cd	1.83 ± 0.14	1.82 ± 0.06
Co	nd	0.007*
Cr	nd	0.08*
Cu	4.03 ± 0.32	4.1 ± 0.3
Fe	10.6 ± 0.15	11.4 ± 0.8
Mo	nd	1.6 ± 0.1
Ni	nd	0.30 ± 0.03
Sr	0.2	0.2*
Zn	21.8 ± 1.0	23.1 ± 0.8

\* 参照値のみ

表 5. NIST 1577 Bovine Liver の分析結果

元素	測定値	認証値
	wt%	wt%
Na	0.247 ± 0.006	0.243 ± 0.013
K	1.00 ± 0.08	0.97 ± 0.06
	mg/kg	mg/kg
Ca	131	123*
Cd	nd	0.27 ± 0.04
Co	nd	0.18*
Cu	185 ± 6	193 ± 10
Fe	266 ± 5	270 ± 20
Pb	nd	0.34 ± 0.08
Mg	625 ± 45	605*
Mn	10.4 ± 1.41	10.3 ± 1
Mo	nd	3.2*
Sr	0.15 ± 0.07	0.14*
Zn	125 ± 4	130 ± 10

\* 参照値のみ

表 6. CRM-小麦粉の分析結果

元素	測定値 (mg/kg)	認証値 (mg/kg)
Al	0.83 ± 0.02	0.85 ± 0.01
Ca	9.64 ± 0.97	9.5 ± 0.1
Cd	nd	0.0015*
Co	nd	0.001*
Cr	0.013 ± 0.001	0.014*
Cu	0.09 ± 0.008	0.1 ± 0.002
Fe	0.81 ± 0.04	0.90 ± 0.01
K	62.5 ± 0.5	65 ± 0.7
P	61.1 ± 1.7	65 ± 0.7
Pb	0.05 ± 0.001	0.050 ± 0.003
Mg	20.8 ± 0.1	20.0 ± 0.2
Mn	0.36 ± 0.02	0.4 ± 0.008
Ni	nd	0.009 ± 0.001
Zn	0.47 ± 0.05	0.50 ± 0.01

\* 参照値のみ

表 7. CRM-粉ミルクの分析結果

元素	測定値 (mg/kg)	認証値 (mg/kg)
Al	nd	0.020 ± 0.002
Ca	131 ± 9	130 ± 1
Co	nd	0.0004*
Cr	nd	0.0003*
Cu	0.006 ± 0.001	0.007 ± 0.001
Fe	0.018 ± 0.002	0.020 ± 0.001
K	178 ± 6	170 ± 2
P	98.7 ± 1.3	100 ± 1
Pb	nd	0.002*
Mg	11.9 ± 0.2	12 ± 0.1
Mn	0.003 ± 0.002	0.003*
Na	48.7 ± 2.6	50 ± 1
Zn	0.48 ± 0.05	0.50 ± 0.01

\* 参照値のみ

表 8. CRM-カキ組織の分析結果

元素	測定値 (mg/kg)	認証値 (mg/kg)
Al	2.92 ± 0.07	3*
Ca	15.0 ± 0.49	15*
Cd	nd	0.03*
Co	nd	0.004*
Cr	nd	0.007*
Cu	0.56 ± 0.05	0.6*
K	100 ± 0.96	100*
P	79.1 ± 0.9	80*
Pb	nd	0.005*
Mg	12.1 ± 0.2	12*
Mn	0.18 ± 0.01	0.2*
Na	48.9 ± 0.8	50*
Ni	nd	0.01*
Zn	8.3 ± 0.4	9*

\* 参照値のみ

## 結論

MP-AES は、アセチレンベースの機器に頼っていた分析施設にとって、きわめて有効な代替テクニックとなります。不燃性の窒素を使用するので、感度や複数元素分析機能、分析スピードを同等に維持しながら、使用コストを削減し、ラボ環境の安全性を向上させることが可能です。

この研究では、簡単な酸分解前処理手順 (6 種類の食品サンプル中、3 種類で必要) をおこなったのちに、6 種類すべての認定および標準物質について、主成分、副成分、微量成分元素を MP-AES により高精度で分析することができました。Agilent 4107 窒素ジェネレータを追加すれば、ガスの供給が困難でコストのかかる遠隔地の分析でも、この分析のガスコストを大幅に削減することが可能です。

**[www.agilent.com/chem/jp](http://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。著作権法で許されている場合を除き、書面による事前の許可なく、本文書を複製、翻案、翻訳することは禁じられています。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2011

Published September 1, 2011

Publication number: 5990-8685JAJP



**Agilent Technologies**