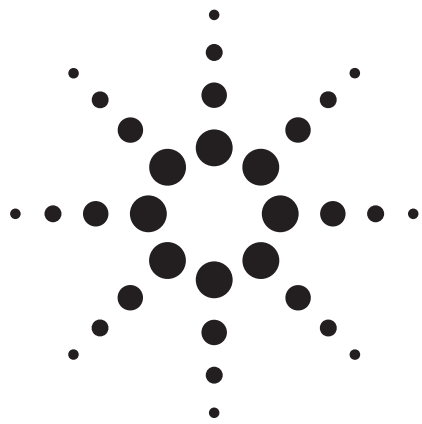




Agilent 7700x ICP-MS による 食品中微量金属の簡便かつ高速一斉分析

アプリケーション

食品

著者

Steve Wilbur
Agilent Technologies, Inc.
1615 75th Street SW, Suite 200
Everett, Washington 98203
USA

Michiko Yamanaka
Agilent Technologies Tokyo Analytical
Division
9-1 Takakura-cho Hachioji, Tokyo 192-
0033
Japan

はじめに

輸出入される食品中の化学的および生物的汚染物質は、効率的に監視するのがきわめて困難です。従来、食品中金属の分析には、幅広い元素、濃度、食品の種類に対応する複数の手法が必要とされてきました。このアプローチは時間と費用がかかることから、より高速で感度が高く、コスト効率の良いスクリーニング手法が求められています。Agilent 7700x ICP-MS は、単一ガスによるコリジョンセル手法により、1台で簡便に食品に含まれる各種の微量成分や濃度の高い金属成分を正確に分析することができます。このメソッドは設定やルーチンオペレーションが容易で、多数のサンプルを迅速に分析し、有毒金属の総含有量を測定することも可能です。有害金属が検出されたサンプルのうち、その化学構造により毒性が異なる場合には、アジレントが提供する LC-ICP-MS や GC-ICP-MS などのハイフォネート ICP-MS テクニックを用いて、さらなる形態別分析を行うことができます。



Agilent Technologies

実験

Agilent 7700x は、さまざまな金属をさまざまな濃度で含む食品を幅広く一斉分析することができます。この性能を証明するために、複数の認証参照食品サンプルを分析しました。ワンクリックでのプラズマ設定機能を用いてロバストプラズマ条件を設定し、オートチューン機能で最適な感度、質量レスポンス、最小干渉を設定しました。測定パラメータを表 1 に示します。メソッドをできるだけ簡単かつ高速にするために、ヘリウム (He) セルガスだけの単一のガスモードでオクタポールリアクションシステム (ORS³) を使用しました。この信頼性の高いセルメソッドを使えば、分析対象物やマトリクスの組成にかかわらず、全ての多原子干渉を効果的に除去できます。表 2 の分析条件 (取り込み質量と積分時間) で、すべての認定値を満たす十分な感度が得られました。サンプルあたりの分析時間は 3 分以下でした。

表 1. Agilent 7700x ICP-MS の測定パラメータ (ワンクリックでのプラズマ設定およびオートチューン機能により設定)
7700 オートチューン条件

	パラメータ	値
ワンクリックプラズマ 設定により設定	RF 電力 (W)	1550
	キャリアガス流量 (L/min)	0.99
	スプレーチャンバ温度 (°C)	2
	サンプリング位置 (mm)	8
	引き出し電極1 (V)	0
オートチューンにより 設定	CeO+/Ce+ (%)	1.114
	Ce++/Ce+ (%)	1.867
	感度 cps/ppb	Li (62700)、Y (92920)、 Tl (87080)

従来、このような幅広い濃度域の分析を行うためには、準主要元素 (Na と Ca) については ICP発光分析装置 (ICP-OES)、Pb と Cd については黒鉛炉-原子吸光分析装置 (graphite furnace AA)、Hg については専用の Hg アナライザもしくは冷蒸気-原子吸光分析装置 (cold vapor AA)、As と Se については水素化物 - 原子吸光分析装置 (hydride AA) が必要となります。Agilent 7700x ICP-MS のHeコリジョン モードなら、1 回の分析ですべての元素を簡単に測定できます。一般的な多原子干渉を受けないため、通常はコリジョンガスを使わない条件で測定される Be や Hg といった元素も同様に、He モードで優れた感度が得られています (Be 検出下限 = 28 ppt、Hg 検出下限 = 1.6 ppt)。

表 2. 分析対象物および取り込み時間のリスト。すべての元素は He モードで測定

質量	元素	質量あたりの 積分時間 (秒)	繰り返し回数	
6	Li	0.3	3	内部標準
9	Be	0.99	3	
23	Na	0.3	3	
40	Ca	0.3	3	
43	Ca	0.3	3	
45	Sc	0.3	3	内部標準
51	V	0.3	3	
52- 53	Cr	0.3	3	
55	Mn	0.3	3	
56	Fe	0.3	3	
60	Ni	0.99	3	
63	Cu	0.3	3	
66	Zn	0.3	3	
72-74	Ge	0.3	3	内部標準
75	As	0.99	3	
77- 78, 82	Se	0.99	3	
95	Mo	0.99	3	
111	Cd	0.3	3	
115	In	0.3	3	内部標準
121	Sb	0.99	3	
137	Ba	0.3	3	
159	Tb	0.3	3	内部標準
202	Hg	0.99	3	
205	Tl	0.99	3	
208	Pb	0.3	3	
209	Bi	0.3	3	内部標準
238	U	0.99	3	

いくつかの分析が困難な金属元素の検量線例を図1に示します。

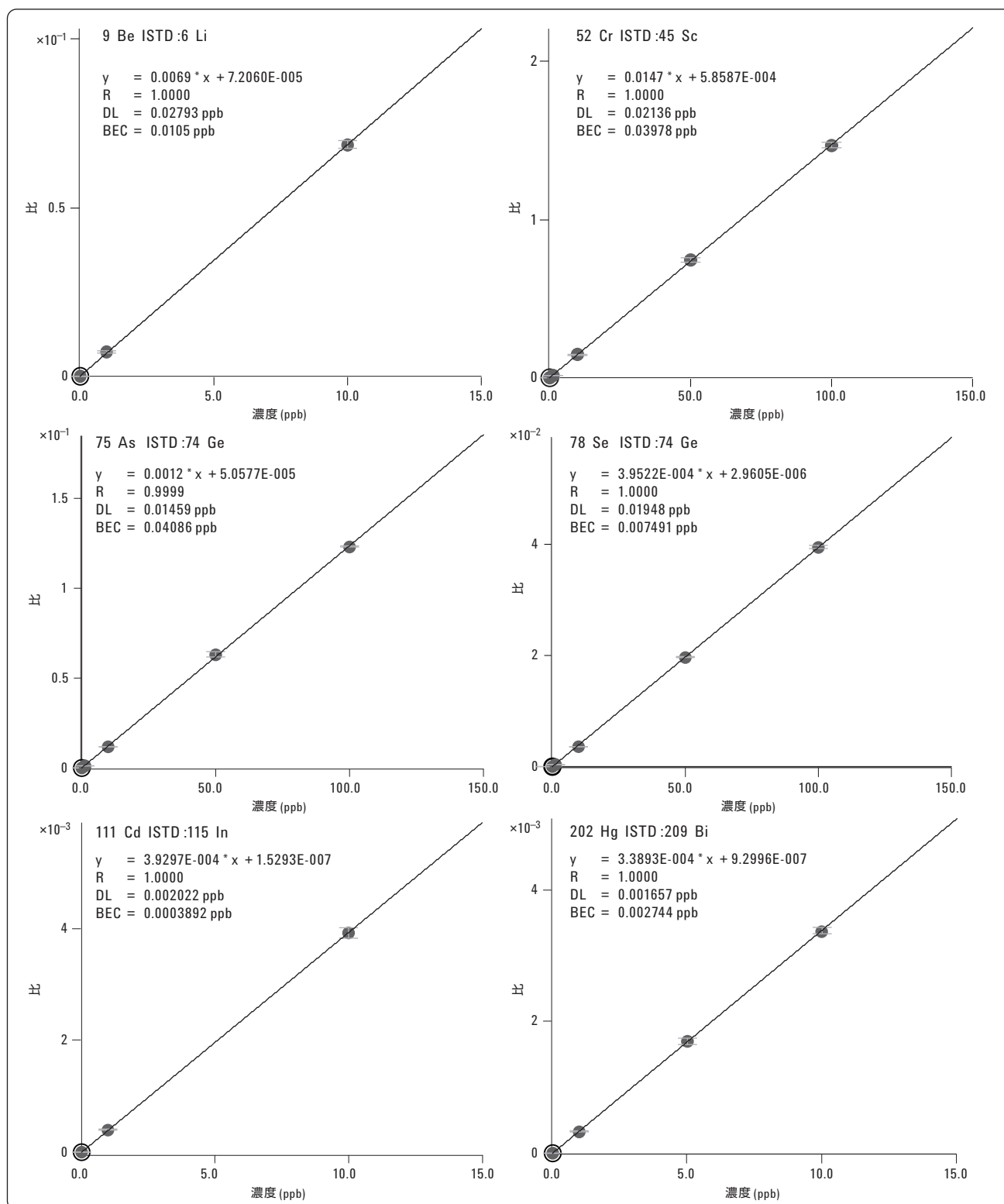


図1. Be、Cr、As、Se、Cd、Hgの検量線

マイクロ波分解による前処理後、認証参照食品サンプルを直接分析しました。各サンプル 0.5 g~1 g を計量し (含水率測定後)、 HNO_3 6 mL と H_2O_2 2 mL を用いてマイクロ波分解により前処理しました。超純水を用いて、すべてのサンプルの最終容積を 100 mL としました。分析結果を表 2 に示します。Ni、Mn、Cu、As、Se、Cd、Hg、Pb といった微量元素、超微量元素の測定値は、3 種類すべてのサンプルで認証値と良好に一致しました。Fe、Ca、Zn の測定値は認証値と少しのずれは、前処理方法である分解手順に起因します。

結論

一般的な食品サンプルの分析で、複数のサンプル前処理手順や分析装置を使用する必要はなくなりました。マイクロ波分解と ICP-MS 分析を用いたシンプルなメソッドを使えば、食品を迅速かつ正確に分析し、微量元素、超微量元素と準主要元素の濃度を測定することができます。Agilent 7700x を He コリジョンガス (He モード) で使用すれば、一般食品に含まれる幅広い金属元素の分析において、マトリクス干渉を完全に除去し、優れた感度と精度を得ることができます。He モードは高感度と汎用性に優れており、あらゆる食品サンプルの含有金属元素分析に応用できます。サンプルマトリクスやその組成について、前もってデータを収集する必要はありません。

表 3. 3 種類の認証参照食品サンプルの測定値と認証値の比較

回収率は分析精度と同じく分解効率より影響を受けます。すべての測定値は、含水率に応じて補正した乾燥サンプル重量を元と計算しています。すべての認証元素は、サンプルそれぞれについて認証されているもので、すべてのサンプルがすべての元素について認証をしてはいません。

質量/元素	NRC-CNRC DORM3 魚タンパク質		NIST SRM 2976 ムラサキガイ		NIST RM 8415 全卵粉末	
	認証値 (mg/kg)	測定値 (mg/kg)	認定値 (mg/kg)	測定値 (mg/kg)	認定値 (mg/kg)	測定値 (mg/kg)
23 Na	—	—	—	—	3770 ± 340	3807
43 Ca	—	—	—	—	2480 ± 190	2703
52 Cr	—	—	—	—	0.37 ± 0.18	0.344
55 Mn	—	—	—	—	1.78 ± 0.38	1.64
56 Fe	347 ± 20	324.0	171 ± 4.9	158.5	—	—
60 Ni	1.28 ± 0.24	1.29	—	—	—	—
63 Cu	15.5 ± 0.63	14.4	4.02 ± 0.33	3.32	2.7 ± 0.35	2.61
66 Zn	51.3 ± 3.1	45.86	137 ± 13	121.2	—	—
75 As	6.88 ± 0.3	6.15	13.3 ± 1.8	12.57	—	—
78 Se	—	—	1.8 ± 0.15	1.87	1.39 ± 0.17	1.25
95 Mo	—	—	—	—	0.247 ± 0.023	0.215
111 Cd	0.29 ± 0.02	0.28	0.82 ± 0.16	0.794	—	—
202 Hg	0.355 ± 0.056	0.359	0.061 ± 0.0036	0.068	—	—
208 Pb	0.395 ± 0.050	0.398	1.19 ± 0.18	1.163	0.061 ± 0.012	0.055

詳細情報

アジレント製品とサービスの詳細については、アジレントのウェブサイト www.agilent.com/chem/icpms をご覧ください。

www.agilent.com/chem

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., 2009 Printed in Japan September 10, 2009
5990-4539JAJP



Agilent Technologies