



キーワード

主要および微量元素の測定と、毒性元素の定量化を含む牛乳および乳製品の品質管理

概要

ICP-MSによるさまざまな濃度範囲の粉ミルクの元素を1回の分析で定量するための一般的な方法

ICP-MSによる粉ミルクの特性評価

はじめに

牛乳や乳製品は、人の食事において重要な役割を果たしています。乳幼児から大人まで、さまざまな種類の乳製品が私たちの日常生活に寄り添い、主要元素および微量元素、ビタミン、その他の必要な物質を提供しています。多くの乳製品は腐敗しやすく、保存期間が限られているため、粉ミルクは直接消費する牛乳を調製したり、他の製品に加工するための代替手段です。貯蔵寿命が長く、簡単に輸送できるため、粉ミルクは広く使用されている製品です。

乳児の栄養における粉ミルクの使用の拡大には、製品の品質を恒久的に保証するための厳密な品質管理が必要です。そのため、サンプルはCd、As、Hg、Pbなどの有毒元素について検査されるだけでなく、主要および微量元素のレベルについても監視されます。元素はg/kgから $\mu\text{g}/\text{kg}$ の非常に異なる濃度レベルで存在するため、通常すべての濃度範囲をカバーするために複数の分析手法が使用されます。

誘導結合プラズマ質量分析 (ICP-MS) は、1回の分析で幅広い濃度範囲をカバーする非常に柔軟な手法です。PlasmaQuant MS ICP-MSは、最高のパフォーマンス、使いやすさ、および低いランニングコスト (経済的な運用) を兼ね備えた高感度で堅牢なシステムです。オートサンプラーはASPQ 3300を接続して、多数のサンプルの自動特性評価を可能にします。

PlasmaQuant MS は使いやすい分析ツールと、サンプルあたりの分析時間とコストを大幅に削減する特許技術のソリューションを備えています。強力なエコプラズマは、アルゴンプラズマガス消費量の半分で ICP の完全なパフォーマンスを発揮します。特許のイオン光学システムと統合型コリジョンリアクションセルの組み合わせにより、分析時間が短縮され使いやすく効果的な方法で干渉が除去できます。ADD¹⁰ 検出器システムは 10 桁のリニアダイナミックレンジを提供し、1 回の分析で主要元素、微量元素、および超微量元素の濃度を同時に定量します。

強力なメソッドと組み合わせることで、PlasmaQuant MS は、さまざまな濃度レベルで最短の分析時間ですべての関連元素を定量することができます。

装置とメソッド

メソッドの開発と検証には、認証標準物質を使用しました。マイクロ波試料分解法を含むサンプル前処理を行った後に ICP-MS によるサンプル分析を行いました。

サンプルと試薬

数種類の粉ミルクサンプルを分析用に準備しました。メソッド開発と評価には、認証標準物質 ERM®-BD151 脱脂粉乳を使用しました。開発した方法に従って、市販の粉ミルクのサンプルを分析しました。

すべてのサンプルは、2 つの異なる方法で前処理しました。0.2 g の粉ミルクを 20 mL の脱イオン水で慎重に希釈する方法と、0.5 g をマイクロ波分解後 50 mL に定容する方法です。

マイクロ波分解法は、マイクロ波試料分解装置 TOPwave を使用して、粉ミルクのサンプルを完全に分解しました。各サンプルは 2 サンプル分解し、各元素は両方の測定値の平均値を測定値としました。サンプルは約 0.5 g を計り取り、分解容器 PM60 で HNO₃ と H₂O₂ により分解しました。分解溶液をメスフラスコに移し、脱イオン水で 50 mL に定容しました。検量線用溶液は、1% HNO₃ (ultrapure, Rotipuran) で、微量元素は 0.1 ~ 50 µg/L、主成分元素は 1 ~ 50 mg/L の濃度範囲で調製しました。

装置

分析は、PlasmaQuant MS と標準サンプル導入、オートサンプラー ASPQ 3300 を使用して行いました。表 1 は、分析のパラメーターとデータ収集条件をまとめたものです。内部標準を使用してサンプル導入システム、イオン化、および検出の安定性を観察しました。元素 Sc、Y、Rh、Ir は、単一元素の標準原液から 20 ppb 溶液に調製し、サンプルに T コネクターをオンライン添加しました。これにより、分析全体を通じて内部標準溶液とサンプル溶液の一定の添加と混合が保証されました。

表 1: 装置条件

パラメーター	設定値
プラズマガス	9.0 L/min
補助ガス	1.25 L/min
ネブライザーガス	1.0 L/min
iCRC ガス	ガスなし, H ₂ , He
RF出力	1.40 kW
デュエルタイム	20 ms
スキャン回数	15 (ピークホッピング, 1 pt/peak)
繰り返し回数	5
ポンプ回転数	12 rpm - 黒/黒 PVC ポンプチューブ

パラメーター	設定値
サンプル導入時間	30 s
安定化待ち時間	15 s
サンプリング深さ	6.0 mm
ネブライザー種類	マイクロミスト (石英コンセントリック)
イオン光学系	自動最適化
チャンバー種類	ガラススコット
チャンバー温度	3 °C

PlasmaQuant MS は、多原子イオンからの干渉を除去するために、統合型コリジョンリアクションセルを備えています。表 2 に各分析対象元素の潜在的な多原子分子イオン干渉を示しています。異なるセルガスを使用することにより、干渉が最小限に抑えられました。これにより、粉ミルクサンプル中の分析対象成分の最高のパフォーマンスが保証されました。

表 2: 多原子分子イオン干渉

同位体	存在比 [%]	2価イオン干渉	多原子イオン干渉	iCRC モード
³⁹ K	93.258	⁷⁷ Se ⁺⁺ , ⁷⁸ Se ⁺⁺ , ⁷⁸ Kr ⁺⁺ , ⁷⁹ Br ⁺⁺	²³ Na ¹⁶ O ⁺ , ³⁸ Ar ¹ H ⁺	no gas
⁴⁴ Ca	2.086	⁸⁸ Sr ⁺⁺	²⁶ Mg ¹⁸ O ⁺ , ²⁸ Si ¹⁶ O ⁺ , ¹² C ¹⁶ O ₂ ⁺ , ³² S ¹² C ⁺	no gas
²³ Na	100	⁴⁵ Sc ⁺⁺ , ⁴⁶ Ti ⁺⁺ , ⁴⁶ Ca ⁺⁺	⁷ Li ¹⁶ O ⁺ , ⁹ Be ¹⁴ N ⁺	no gas
²⁴ Mg	78.99	⁴⁸ Ti ⁺⁺ , ⁴⁸ Ca ⁺⁺	²³ Na ¹ H ⁺ , ⁷ Li ¹⁶ O ¹ H ⁺ , ¹⁰ B ¹⁴ N ⁺	no gas
³¹ P	100	⁶² Ni ⁺⁺	¹⁴ N ¹⁶ O ¹ H ⁺	Hydrogen
¹¹⁰ Cd	12.49	²²⁰ Rn ⁺⁺	⁹⁴ Zr ¹⁶ O ⁺ , ⁹⁴ Mo ¹⁶ O ⁺	no gas
⁶⁵ Cu	30.83	¹³⁰ Te ⁺⁺ , ¹³⁰ Ba ⁺⁺	⁴⁹ Ti ¹⁶ O ⁺ , ²⁵ Mg ⁴⁰ Ar ⁺ , ²⁷ Al ³⁸ Ar ⁺ , ²⁸ Si ³⁷ Cl ⁺	Helium
⁵⁶ Fe	91.72	¹¹² Cd ⁺⁺ , ¹¹² Sn ⁺⁺	⁵⁵ Mn ¹ H ⁺ , ⁴⁰ Ar ¹⁶ O ⁺ , ⁴⁰ Ca ¹⁶ O ⁺	Hydrogen
⁵⁵ Mn	100	¹¹⁰ Cd ⁺⁺ , ¹¹⁰ Pd ⁺⁺	³⁹ K ¹⁶ O ⁺ , ¹⁵ N ⁴⁰ Ar ⁺	Helium
⁷⁸ Se	23.78	¹⁵⁶ Gd ⁺⁺ , ¹⁵⁶ Dy ⁺⁺	³⁸ Ar ⁴⁰ Ar ⁺ , ³⁸ Ar ⁴⁰ Ca ⁺ , ⁴³ Ca ³⁵ Cl ⁺	Hydrogen
⁶⁶ Zn	27.90	¹³² Ba ⁺⁺	⁴⁹ Ti ¹⁶ O ¹ H ⁺ , ²⁶ Mg ⁴⁰ Ar ⁺ , ³¹ P ³⁵ Cl ⁺ , ³² S ³⁴ S ⁺	Hydrogen

結果と考察

粉ミルクの認証標準物質の分析により、サンプル前処理とサンプル分析方法を確認しました (表 3)。感度が高く、正確で、堅牢な ICP-MS メソッドを使用すると、認証値と非常によく一致する結果が得られました。標準物質は、最初の検量線作成後に分析しました。品質管理サンプルとして、CRM は 2 時間の連続サンプル分析後に再度分析しました。表 3 に示す偏差は、メソッドの安定性を強調しています。

表3：認証標準物質BD-151と粉乳サンプルの結果と性能

元素	結果 [g/kg]	認証値 [g/kg]	回収率 [%]	市販の粉ミルク [g/kg]	長時間安定性 (2h) 偏差 %
⁴⁴ Ca	14.1	13.9 ± 0.7	101	7.05	0.97
³⁹ K	16.7	17.0 ± 0.8	98	7.24	0.6
²⁴ Mg	1.23	1.26 ± 0.07	98	0.61	0.98
²³ Na	4.30	4.19 ± 0.23	103	1.98	0.98
³¹ P	10.7	11.0 ± 0.6	97	3.88	0.2

元素	結果 [mg/kg]	認証値 [mg/kg]	回収率 [%]	市販の粉ミルク [mg/kg]	長時間安定性 (2h) 偏差 %
¹¹⁰ Cd	0.104	0.106 ± 0.013	98	<0.001	0.96
⁶⁵ Cu	4.87	5.00 ± 0.23	97	4.27	0.83
⁵⁶ Fe	52	53 ± 4	98	92.1	0.1
⁵⁵ Mn	0.27	0.29 ± 0.03	93	0.36	0.1
^{206,7,8} Pb	0.197	0.207 ± 0.014	95	0.008	0.1
⁷⁸ Se	0.19	0.19 ± 0.04	100	0.14	0.1
⁶⁶ Zn	44.5	44.9 ± 2.3	99	74	1

2つの異なるサンプル前処理法で処理したサンプルは、同等の結果が得られました。ただし、希釈法では、サンプルの導入と取り扱いを慎重に行う必要があります。オートサンプラーにサンプルを長時間放置すると、粉ミルクの沈殿が観察されました。分析前に注意深く振とうおよび超音波処理を行い、サンプルを損失うことなく安定したサンプル導入を確実にする必要があります。これは最終的に、特にカルシウムなどの主成分元素の偽陰性の結果につながります。市販の粉ミルクの結果は、CRMの認証濃度と同様の範囲にあり、ラベルに記載されている数値とよく一致しました。

結論

このアプリケーションノートでは、PlasmaQuant MSでの粉ミルクおよび乳製品の分析に対するICP-MSの可能性を示しました。非常に優れた安定性を備えた正確で堅牢なメソッドは、これらのマトリックスのルーチン分析の鍵となります。

この資料に記載している内容は、発行時点の内容であり、情報は変更される場合があります。技術的な変更や修正など、他の文書がこの文書に優先する場合があります。