



# Agilent 730-ES ICP-OES を使用した 植物および食品中の主成分元素、 および微量元素の迅速な測定方法

## アプリケーションノート

ICP-OES (誘導結合プラズマ発光分光分析装置)

### はじめに

土壌、植物、肥料、飼料、および食品などの栄養素、微量栄養素、および毒性元素の測定は、環境を管理し、健康を維持するための中心的な役割を果たしています。例えば、収穫量の低下を抑えるために是正措置が取れるよう、穀物の養分欠乏の診断に植物分析が頻繁に使用されています。また、植物分析は、毒性元素の含有レベルを監視するためにも使用されています。食品業界における食品の製造、処理、および輸送段階では、金属元素の測定が重要です。1990年の栄養表示教育法による製品表示の規定では、米国食品医薬品局の規制対象となる包装食品の14種類の必須栄養素について栄養表示が求められています。これらの栄養素には、Ca、Fe、Naに加え、任意で表示できる9元素の金属が含まれます [1]。

この結果、誘導結合プラズマ発光分光分析法 (ICP-OES) は、食品および農業分野での多元素分析におけるパワフルなツールとなり、分析ラボが迅速で正確な高精度の結果を提供する必要性がますます高まっています。

多くの場合、植物や食品の分析には、厳密で時間の掛かるサンプル前処理が必要です。最新のマイクロウェーブ分解技術を使用することで、このようなサンプルの前処理が簡略化され、高速化されます。また、多くの場合、従来の外部分解加熱法よりも汚染の発生が抑えられ、その速度と効率により、従来のサンプル前処理に代わる非常に魅力的な方法となっています。マイクロウェーブは、サンプル保持容量の面で制約があると言われてきましたが、最近のシステムは最大で40個のサンプルを一度に分解できるため、迅速で効率的なサンプル前処理が可能になります。



Agilent Technologies

この実験では、米粉、小麦粉、粉乳に加えて、リンゴ、果樹、トマトの葉を含む各種葉サンプルなど、農業製品を代表するさまざまな認証済み標準物質の分析について説明します。この分析は、CCD 検出器が採用された Agilent 730-ES マルチ ICP-OES で行いました。スイッチングバルブシステム (SVS) 付きで、従来の標準導入システムよりも効率的なサンプル導入とウォッシュアウトにより分析時間をさらに短縮しました。

## 装置

Agilent 730-ES は、カスタム設計された CCD 検出器を使用して、真の同時測定、全波長のカバー、高速の分析時間を実現します。CCD 検出器では、エシェルポリクロメータから得られる 2 次元画像に一致する連続した角度付きの配列として配置されたピクセルを使用します。分光器は 35 °C に温調され、また稼働部品がないため、優れた長期安定性を提供します。

アジレントスイッチングバルブシステム (SVS) を Agilent SPS3 オートサンブラと組み合わせて使用し、サンプルの導入およびウォッシュアウトの効率を向上させました。SVS は、ソフトウェアからコントロールされる 4 ポートスイッチングバルブで構成され、測定後にサンプル導入システムをすばやく洗浄すると同時に、次の分析用サンプルを導入することができます。SVS は測定直後に過剰なサンプルをスプレーチャンバから除去するため、サンプルキャリーオーバーが大幅に低減され、高マトリックスが含まれるサンプルからトーチの消耗を防ぐことができます。

内標準法とイオン化干渉抑制剤をこの分析に使用しました。内標準法を使用することにより、サンプルタイプ間に物理的な違いがある場合に、その違いを補正することができます。例えば、溶液の粘度のばらつきによって噴霧化効率が変わり、その結果、プラズマに到達するサンプルの量に影響を与えることがあります。イオン化干渉抑制剤は、ナトリウム、カリウム、カルシウムなど、イオン化しやすい元素 (EIE) が高濃度で含まれることにより発生する可能性のあるイオン化干渉の影響を大幅に削減します [2,3,4]。約 1 mg/L のイットリウム (内標用元素) と 1 % リチウム (イオン化緩衝液) が含まれる溶液を、ペリスタルティックポンプの第 3 のチャンネルを使用してサンプルにオンラインで加え、サンプル前処理を最小限に抑えました。

CEM のマイクロウェーブ、Mars 5 クローズベッセルを使用して固体サンプルを分解しました。

表 1 に、この分析で使用した測定条件を示します。

表 1. 装置の測定条件

条件	設定
電源	1.2 kW
プラズマガス流量	15 L/min
補助ガス流量	1.5 L/min
スプレーチャンバ	ガラスサイクロン
トーチ	標準アキシャルトーチ
ネブライザ	Seaspray
ネブライザガス流量	0.7 L/min
ポンプチューブ	サンプル、白/白 (内径 1.02 mm) ドレイン、青/青 (内径 1.65 mm) イオン化干渉抑制剤/内標元素、 黒/黒 (内径 0.76 mm)
ポンプ速度	15 rpm
サンプル使用量	0.8 mL
積分時間 (秒)	5
繰り返し回数	2
サンプル遅延時間 (秒)	12
スイッチングバルブ遅延 (秒)	10
安定化時間 (秒)	5
洗浄時間 (秒)	10
高速ポンプ	オン
バックグラウンド補正	フィット

## 標準溶液の調製

標準溶液は、多元素溶液 CCS-4、CCS-6、および Var-Major-1A (Inorganic Ventures, Inc.) を調製しました。リンおよび硫黄の標準溶液の調製には、Spex CertiPrep の単元素溶液を使用しました。これらの溶液は、Millipore system の >18 MΩ/cm<sup>3</sup> の脱イオン水と 12 % v/v HNO<sub>3</sub> (Merck Tracepur) を使用して調製しました。

CCS-4 (100 mg/L) : Al, As, Ba, Be, Bi, Ca, Cs, Ga, In, K, Li, Mg, Na, Rb, Se, Sr

CCS-6 (100 mg/L) : Ag, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Hg, Mn, Ni, Pb, Tl, V, Zn

Var Major 1A (5000 mg/L) : K, Na, Mg, Ca, Fe

Spex CertiPrep 単元素溶液 : (1000 mg/L) P

ブランク溶液は、>18 MΩ/cm<sup>3</sup> の脱イオン水と 12 % v/v HNO<sub>3</sub> (Merck Tracepur) を使用して調製しました。

内標元素/イオン化干渉抑制剤は、Spex CertiPrep の単元素溶液 (1000 mg/L イットリウム) と Merck Tracepur の LiNO<sub>3</sub> から調製しました。

12 % Tracepur HNO<sub>3</sub> に溶解した 1 mg/L イットリウム (内標元素) および 1 % LiNO<sub>3</sub> (イオン化干渉抑制剤) の最終溶液を、ペリスタルティックポンプの第 3 のチャンネルを通じてサンプルラインにオンラインで加えました。ペリスタルティックポンプとネプライザの間にある Y-コネクタを使用して、内標元素/イオン化干渉抑制剤をサンプルラインに加えました。

表 2 に、選択した波長と、各元素の標準がカバーする濃度範囲を示します。波長の選択は、感度、ダイナミックレンジ、およびスペクトル干渉を考慮して選定しました。

表2. 元素の波長とキャリブレーション範囲

元素	波長 (nm)	検量範囲 (mg/L)
Mg	279.078	0–500
K	766.491	0–50
K	404.721	50–500
P	213.618	0–100
Ca	370.602	0–500
Na	588.995	0–10
Na	589.592	0–50
Na	568.821	10–500
Zn	213.857	0–10
Fe	259.940	0–10
Mn	257.610	0–10
Cu	324.754	0–10
Cu	327.395	0–10
Al	396.152	0–10

ICP Expert II ソフトウェアを使用することにより、特定の元素の複数の波長を同時に測定し、検量範囲を拡張することができます。分析ツール MultiCal は、分析結果の確認に役立ちます。

## サンプル前処理

CEM Mars 5 マイクロウェーブシステムを使用して、次に示す食品および農業サンプルから対象元素を抽出しました。分解手順は、USEPA メソッド 3051A [5] の推奨事項と、Mars 5 の "CEM Microwave Sample Preparation Notes (CEM マイクロウェーブサンプル前処理に関する資料)" [6] で定義されているマ

イクロ波の設定に基づくものです。分析サンプルは、さまざまな小麦粉、米粉、粉乳、および葉の認証済み標準物質で構成されており、次のようにラベルを付けました。

- NIES CRM No. 10「米粉 – 未精米」
  - 10-a (低レベルの Cd)
  - 10-b (中程度のレベルの Cd)
  - 10-c (高レベルの Cd)
- NIST SRM 8435「全粉乳」
- NIST SRM 8436「デュラム小麦粉」
- NIST SRM 1567a「小麦粉」
- NIST SRM 1515「リンゴの葉」
- NIST SRM 1571「果樹の葉」
- NIST SRM 1573a「トマトの葉」

マイクロウェーブメソッドは、硝酸 (HNO<sub>3</sub>) を使用した従来の加熱による抽出を模倣するように設計されました。サンプルが完全分解されず、測定した対象元素の濃度がサンプル中の総濃度を反映していないことがあります。例えばケイ酸化合物が少量含まれていることにより、葉および米粉サンプルの不完全分解は明らかでした。ただし、小麦粉および粉乳サンプルは硝酸内で完全に分解したものとされます。

葉サンプルは、Teflon PFA ライニングのマイクロ波分解容器に 0.25 g のサンプルを正確に計量し、3 mL の 10 M HNO<sub>3</sub> (Merck Tracepur) と 1 mL の脱イオン水を加えて調製しました。分解後に溶液を冷却し、25 mL メスフラスコに移して、>18 MΩ/cm<sup>3</sup> の脱イオン水で容量まで希釈しました。分解は 2 セット行いました。

米粉、小麦粉、および粉乳サンプルは、Teflon PFA ライニングのマイクロウェーブの容器に 0.5 g のサンプルを正確に計量し、10 mL の 10 M HNO<sub>3</sub> (Merck Tracepur) を加えて調製しました。分解後に溶液を冷却し、50 mL メスフラスコに移して、>18 MΩ/cm<sup>3</sup> の脱イオン水で容量まで希釈しました。分解は 2 セット行いました。マイクロ波分解プログラムの設定を表 3 で定義します。

表 3. 葉の物質のマイクロ波分解

ステージ	最大電力	% 電力	上昇 (分)	圧力 (PSI)	温度 (°C)	保持時間 (分)
1	600 W	100	3:00	350	120	5:00
2	600 W	100	10:00	350	200	10:00

表 4. 粉類および粉乳のマイクロ波分解

ステージ	最大電力	% 電力	上昇 (分)	圧力 (PSI)	温度 (°C)	保持時間 (分)
1	600 W	100	3:00	350	120	5:00
2	600 W	100	15:00	350	200	10:00

いずれの分解手順でも、添加時に一部の固体サンプルが容器の壁に付着したため、初期手順を追加しました (ステージ 1)。

これらの標準物質の認証値は乾燥重量に基づくものです。したがって、再計量の前に各物質のサンプルを 60 °C で 24 時間オープンで乾燥させ、デシケータ内で 4 時間冷却することにより水分含有量を測定しました。

表 5. 水分含有量

	測定した水分含有量	平均水分含有量の概算
リンゴの葉 (NIST SRM 1515)	2.7 %	NA
果樹園の葉 (NIST SRM 1571)	3.1 %	NA
トマトの葉 (NIST SRM 1573a)	3.9 %	NA
全粉乳 (NIST SRM 8435)	3.5 %	3.54
デュラム小麦粉 (NIST SRM 8436)	6.8 %	10.1 %
小麦粉 (NIST SRM 1567a)	6.7 %	9 %
米粉 (NIES CRM 10-b)	6.1 %	5 %

## 結果と考察

表 6~11 に、さまざまな食品および農業サンプルに含まれる抽出可能な主成分元素、および微量元素について得られた濃度と回収率を示します。2 セットのサンプル調製を行い、分析は 3 回実施しました。各結果について報告された誤差は、3 回の分析で得られた平均値からの最大の変動を表したものです。

Mg、K、P、Ca、Na など、さまざまなサンプルに含まれる主成分元素、および微量元素では、認証値との良好な一致が見られ、全般的に予想される結果の 10 % 以内に収まりました。例外は、NIST SRM 1567a 小麦粉で、Na の分析値が元のサンプルでは 131 %、複製サンプル (それぞれ別々に前処理した 2 つの同一試料) では 135 % と、予想を超える回収率が得られたました。これは元のサンプルが汚染された可能性を示しています。NIST SRM 8436 (デュラム小麦粉) のサンプルは、Na で認証値の ± 5 % 以内という優れた回収率を示しました。

3 種類の葉サンプルのナトリウムレベルには大きな違いが見られました。予想を超える Na レベルが NIST SRM 1515 リンゴの葉で見られ、元のサンプルと複製サンプルについて

それぞれ 128 % と 117 % の回収率が報告されました。これとは逆に、NIST SRM 1571 果樹の葉と NIST SRM 1573a トマトの葉では予想を下回る Na レベルとなりましたが、元の果樹の葉サンプルは、複製サンプルが 75 % であったのに対して 96 % を達成しました。

米粉、デュラム小麦粉、および粉乳サンプルからの Na の抽出は非常に良好で、回収率の範囲は 94~105 % となりました。

Zn、Fe、Mn、Cu など、さまざまなサンプルに含まれる少量および微量元素についても、認証値と一致した結果が得られました。米粉、デュラム小麦粉、および葉サンプル中の Zn、Fe の回収率は、すべて認証値の ± 10 % 以内でした。NIST SRM 1567a 小麦粉の複製サンプルの Zn、Fe については、それぞれ 118 %、159 % という高い回収率となりました。NIST SRM 8435 粉乳中の Fe の回収率は、元のサンプルと複製サンプルについてそれぞれ 106 % および 122 % でした。これは、報告された認証値 (1.8 ± 0.8 mg/kg) の誤差内には入っていますので、サンプル内の不均一性の可能性を示しています。

Mn および Cu は、それぞれのサンプルで一貫して良好な回収率 (89~109 %) を示しました。3 つの各米サンプルの Mn の回収率は 89~93 % でした。ケイ酸と思われる未分解の物質が分解完了時に観察されたため、Mn はこれらのサンプルから完全には抽出されていない可能性があります。

Al の回収率が認証値の ± 10 % に収まる NIST SRM 8436 (デュラム小麦粉) および NIST SRM 1515 リンゴの葉を除き、このメソッドは、Al の定量抽出には不適切だと思われる。米サンプルの Al の回収率は報告された値の 40~60 % ですが、これらの値は認証されていません。NIST SRM 1567a 小麦粉、NIST SRM 8435 粉乳、および NIST SRM 1573a トマトの葉からの Al の回収率は、認証値の 53~76 % の範囲内です。

表 6. 米粉中の抽出可能な主成分元素

		Mg (%)	K (%)	P (%)	Ca (mg/kg)	Na (mg/kg)
NIES CRM No.10-a 米粉	認証値	0.134 ± 0.008	0.280 ± 0.008	0.340 ± 0.007	93 ± 3	10.2 ± 0.3
	サンプル	0.133 ± 0.002	0.264 ± 0.006	0.332 ± 0.006	90 ± 1	10.7 ± 0.3
	回収率 (%)	99	94	98	97	105
	複製サンプル	0.129 ± 0.002	0.264 ± 0.001	0.320 ± 0.005	86 ± 1	10.4 ± 0.4
	回収率 (%)	97	94	94	93	102
	NIES CRM No.10-b 米粉	認証値	0.131 ± 0.006	0.245 ± 0.010	0.315 ± 0.006	78 ± 3
サンプル		0.129 ± 0.002	0.239 ± 0.001	0.305 ± 0.007	75 ± 1	17.0 ± 0.8
回収率 (%)		99	98	97	96	95
複製サンプル		0.128 ± 0.001	0.238 ± 0.002	0.301 ± 0.005	74 ± 1	16.7 ± 0.6
回収率 (%)		98	97	96	95	94
NIES CRM No.10-c 米粉		認証値	0.125 ± 0.008	0.275 ± 0.010	0.335 ± 0.008	95 ± 2
	サンプル	0.122 ± 0.002	0.249 ± 0.007	0.320 ± 0.008	92 ± 2	13.3 ± 0.5
	回収率 (%)	98	91	95	97	95
	複製サンプル	0.125 ± 0.005	0.250 ± 0.003	0.327 ± 0.009	93 ± 4	13.4 ± 0.9
	回収率 (%)	100	91	98	98	95

表 7. 小麦粉および粉乳中の抽出可能な主成分元素

		Mg (%)	K (%)	P (%)	Ca (mg/kg)	Na (mg/kg)
NIST SRM 8436 デュラム小麦粉	認証値	0.107 ± 0.008	0.318 ± 0.014	0.290 ± 0.022	278 ± 26	16.0 ± 6.1
	サンプル	0.105 ± 0.003	0.287 ± 0.006	0.261 ± 0.009	266 ± 10	16.8 ± 0.9
	回収率 (%)	98	90	90	96	105
	複製サンプル	0.105 ± 0.003	0.285 ± 0.008	0.262 ± 0.007	266 ± 7	15.3 ± 0.8
	回収率 (%)	99	90	90	96	96
	NIST SRM 1567a 小麦粉	認証値	0.040 ± 0.002	0.133 ± 0.003	0.134 ± 0.006	191 ± 4
サンプル		0.037 ± 0.001	0.123 ± 0.001	0.131 ± 0.003	194 ± 2	8.2 ± 0.5
回収率 (%)		92	93	98	102	135
複製サンプル		0.036 ± 0.001	0.123 ± 0.002	0.129 ± 0.003	191 ± 7	8.0 ± 0.5
回収率 (%)		90	93	96	100	131
NIST SRM 8435 粉乳		認証値	0.0814 ± 0.0076	1.363 ± 0.047	0.780 ± 0.049	9220 ± 490
	サンプル	0.0795 ± 0.0034	1.264 ± 0.022	0.717 ± 0.024	9435 ± 363	3407 ± 79
	回収率 (%)	98	93	92	102	96
	複製サンプル	0.0784 ± 0.0015	1.233 ± 0.028	0.705 ± 0.008	9381 ± 201	3339 ± 76
	回収率 (%)	96	90	90	102	94

表 8. 葉の物質中の抽出可能な主成分元素

		Mg (%)	K (%)	P (%)	Ca (mg/kg)	Na (mg/kg)
NIST SRM 1515 リンゴの葉	認証値	0.271 ± 0.008	1.61 ± 0.02	0.159 ± 0.011	1.526 ± 0.015	24.4 ± 1.2
	サンプル	0.267 ± 0.001	1.65 ± 0.01	0.158 ± 0.004	1.573 ± 0.006	31.1 ± 0.6
	回収率 (%)	98	102	99	103	128
	複製サンプル	0.264 ± 0.002	1.62 ± 0.01	0.155 ± 0.002	1.554 ± 0.005	28.4 ± 0.8
	回収率 (%)	97	101	98	102	117
NIST SRM 1571 果樹の葉	認証値	0.62 ± 0.02	1.47 ± 0.03	0.21 ± 0.01	2.09 ± 0.03	82 ± 6
	サンプル	0.57 ± 0.01	1.38 ± 0.04	0.187 ± 0.003	1.94 ± 0.06	79 ± 1
	回収率 (%)	91	94	89	93	96
	複製サンプル	0.57 ± 0.01	1.37 ± 0.04	0.189 ± 0.001	1.95 ± 0.04	61 ± 1
	回収率 (%)	91	93	90	93	75
NIST SRM 1573a トマトの葉	認証値	(1.2)	2.70 ± 0.05	0.216 ± 0.004	5.05 ± 0.09	136 ± 4
	サンプル	1.07 ± 0.01	2.55 ± 0.03	0.207 ± 0.004	4.89 ± 0.01	115 ± 3
	回収率 (%)	(89)	94	96	97	85
	複製サンプル	1.08 ± 0.01	2.55 ± 0.03	0.210 ± 0.002	4.95 ± 0.03	119 ± 3
	回収率 (%)	(90)	94	97	98	87

注：括弧内の値は認証値ではなく、情報提供の目的のみで提供しています。

表 9. 米粉中の抽出可能な微量元素

		Zn (mg/kg)	Fe (mg/kg)	Mn (mg/kg)	Cu (mg/kg)	Al (mg/kg)
NIES CRM No.10-a 米粉	認証値	25.2 ± 0.8	12.7 ± 0.7	34.7 ± 1.8	3.5 ± 0.3	(3.0)
	サンプル	23.9 ± 0.8	12.2 ± 0.6	31.9 ± 1.0	3.3 ± 0.1	3.7 ± 0.2
	回収率 (%)	95	96	92	94	123
	複製サンプル	23.0 ± 0.8	11.8 ± 0.7	30.8 ± 3.2	3.2 ± 0.2	1.7 ± 0.1
	回収率 (%)	91	93	89	91	57
NIES CRM No.10-b 米粉	認証値	22.3 ± 0.9	13.4 ± 0.9	31.5 ± 1.6	3.3 ± 0.2	(2.0)
	サンプル	21.5 ± 0.3	12.8 ± 0.5	28.9 ± 0.4	3.1 ± 0.2	0.8 ± 0.1
	回収率 (%)	96	95	92	94	40
	複製サンプル	21.0 ± 0.4	14.2 ± 0.4	28.3 ± 0.7	3.0 ± 0.2	0.8 ± 0.1
	回収率 (%)	94	106	90	90	40
NIES CRM No.10-c 米粉	認証値	23.1 ± 0.8	11.4 ± 0.8	40.1 ± 2.0	4.1 ± 0.3	(1.5)
	サンプル	22.1 ± 0.6	10.5 ± 0.3	36.0 ± 1.4	4.1 ± 0.1	0.6 ± 0.1
	回収率 (%)	96	92	90	99	40
	複製サンプル	22.2 ± 0.6	11.0 ± 0.7	37.4 ± 1.2	4.0 ± 0.3	0.6 ± 0.1
	回収率 (%)	96	97	93	97	40

注：括弧内の値は認証値ではなく、情報提供の目的のみで提供しています。

表 10. 小麦粉および粉乳中の抽出可能な微量元素

		Zn (mg/kg)	Fe (mg/kg)	Mn (mg/kg)	Cu (mg/kg)	Al (mg/kg)
NIST SRM 8436 (デュラム小麦粉)	認証値	22.2 ± 1.7	41.5 ± 4.0	16.0 ± 1.0	4.30 ± 0.69	11.7 ± 4.7
	サンプル	21.2 ± 0.5	42.6 ± 0.8	15.0 ± 0.2	4.03 ± 0.20	12.9 ± 0.4
	回収率 (%)	96	103	94	94	110
	複製サンプル	21.4 ± 0.9	40.8 ± 1.1	15.2 ± 0.2	3.82 ± 0.30	10.9 ± 0.4
	回収率 (%)	96	98	95	89	93
NIST SRM 1567a 小麦粉	認証値	11.6 ± 0.4	14.1 ± 0.5	9.4 ± 0.9	2.10 ± 0.20	5.7 ± 1.3
	サンプル	10.8 ± 0.2	13.2 ± 0.8	8.9 ± 0.2	1.96 ± 0.19	3.50 ± 0.02
	回収率 (%)	93	94	94	93	61
	複製サンプル	13.7 ± 0.1	22.4 ± 0.5	8.8 ± 0.1	2.06 ± 0.28	3.48 ± 0.08
	回収率 (%)	118	159	94	98	61
NIST SRM 8435 全粉乳	認証値	28.0 ± 3.1	1.8 ± 1.1	0.17 ± 0.05	0.46 ± 0.08	0.9 ± 0.9
	サンプル	26.7 ± 0.7	1.9 ± 0.8	0.172 ± 0.002	0.43 ± 0.05	0.48 ± 0.09
	回収率 (%)	95	106	101	93	53
	複製サンプル	26.6 ± 0.4	2.2 ± 0.8	0.168 ± 0.007	0.50 ± 0.06	0.68 ± 0.02
	回収率 (%)	95	122	99	109	76

表 11. 葉の物質中の抽出可能な微量元素

		Zn (mg/kg)	Fe (mg/kg)	Mn (mg/kg)	Cu (mg/kg)	Al (mg/kg)
NIST SRM 1515 リンゴの葉	認証値	12.5 ± 0.3	83 ± 5	54 ± 3	5.64 ± 0.24	286 ± 9
	サンプル	12.2 ± 0.2	76 ± 1	52 ± 2	5.60 ± 0.08	290 ± 3
	回収率 (%)	98	92	96	99	102
	複製サンプル	11.9 ± 0.3	77 ± 1	51 ± 1	5.48 ± 0.12	309 ± 5
	回収率 (%)	95	93	94	97	108
NIST SRM 1571 果樹の葉	認証値	25 ± 3	(270)*	91 ± 4	12 ± 1	N/A
	サンプル	24.5 ± 0.7	268 ± 7	83.1 ± 2.0	11.0 ± 0.2	215 ± 1
	回収率 (%)	98	99	91	92	NA
	複製サンプル	24.1 ± 0.1	264 ± 2	83.7 ± 0.4	11.2 ± 0.2	191 ± 5
	回収率 (%)	98	98	92	93	NA
NIST SRM 1573a トマトの葉	認証値	30.9 ± 0.7	368 ± 7	246 ± 8	4.70 ± 0.14	598 ± 12
	サンプル	29.9 ± 0.7	338 ± 8	234 ± 2	4.57 ± 0.14	452 ± 3
	回収率 (%)	97	92	95	97	76
	複製サンプル	29.9 ± 0.4	338 ± 7	239 ± 3	4.84 ± 0.13	427 ± 3
	回収率 (%)	97	92	97	103	71

\* 注: HNO<sub>3</sub>/HClO<sub>4</sub> に可溶な量

## 結論

食品および農業関係のラボに対する要求の高まりに応じて、より効率的なサンプル前処理および分析メソッドがますます求められています。この実験では、マイクロウェーブの分解によるさまざまな食品および農業サンプルの迅速な前処理と、Mg、K、P、Ca、Na、Zn、Fe、Mn、Cu を正しく測定するためのマルチ ICP-OES を使用した高速分析を実証しています。AI は分解手順で完全には抽出されなかったものと思われ、ほとんどのサンプルの測定回収率は 40~76 % の範囲内でした。デュラム小麦粉とリンゴの葉サンプルの AI の回収率は許容可能な値でした。

スイッチングバルブシステム (SVS) をサンプルの導入とウォッシュアウトに使用することで、分析効率を向上させることができました。各サンプルでは、直前のサンプルの十分なウォッシュアウトを含めて (元の濃度の 0.02 % 未満まで)、わずか 50 秒で主成分元素および微量元素を測定できました。

## 参考文献

1. Federal Register 58, 3(1/6/93) 632-690, 2066-2964.
2. I. B. Brenner, A. Zander, M. Cole, A. Wiseman, "Comparison of axially and radially viewed inductively coupled plasmas for multi-element analysis: effect of sodium and calcium". *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*, 1997, 12, 897-906.
3. C. Dubuisson, E. Poussel, J-M. Mermet, "Comparison of axially and radially viewed inductively coupled plasma atomic emission spectrometry in terms of signal-to-background ratio and matrix effects". *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*, 1997, 12, 281-286.
4. A. 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.
5. USEPA Methods 3051A "Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils and oils" Revision 1, January 1998.
6. CEM Microwave Sample Preparation Notes (Mars 5)

## 詳細情報

アジレントの製品とサービスの詳細については、アジレントの Web サイト ([www.agilent.com/chem/jp](http://www.agilent.com/chem/jp)) をご覧ください。

[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.  
Printed in Japan  
November 1, 2010  
10-033JAJP



**Agilent Technologies**