

ICP-MS による栄養表示のためのモリブデン定量試験： 単一試験室による妥当性確認

(2013年8月8日受付)

(2014年1月17日受理)

松本輝樹、竹林 純、市田尚子、加藤美智子、石見佳子

独立行政法人国立健康・栄養研究所

Determination of molybdenum content for nutrition labeling by ICP-MS: single laboratory validation

(Received August 8, 2013)

(Accepted January 17, 2014)

Teruki Matsumoto, Jun Takebayashi, Naoko Ichida, Michiko Katou, Yoshiko Ishimi

National Institute of Health and Nutrition

Abstract

As a method for nutrition labeling, the quantitative analysis of molybdenum in food by inductively coupled plasma mass spectrometry after dry ashing at 500 °C was studied and validated. Single laboratory validation has been performed to evaluate the trueness, precision, applicability, limit of detection, limit of quantification and linearity of the method. Repeatability and intermediate precision of the method for analysis of molybdenum content in certified reference material (NIST SRM 3280, multivitamin/multielement tablets) were 3.8 and 3.8 % relative standard deviation, respectively, with HorRat value 0.5. Recovery tests of molybdenum contents were performed 18 food samples. Consequently, the recovery rate of molybdenum ranged from 71 to 123 % indicating the high applicability of the method.

Keywords: モリブデン、誘導結合プラズマ質量分析装置、定量分析、栄養表示
molybdenum, ICP-MS, quantitative analysis, nutrition labeling

I 緒言

栄養表示基準¹⁾は、健康増進法第31条に基づき、販売に供する食品について、栄養成分または熱量に関する表示をする場合に適用される基準である。特別用途食品²⁾は、乳児用、幼児用、妊産婦用、病者用等の特別の用途に適する旨の表示をするものであり、その表示には健康増進法第26条に基づく国の許可が必要である。特別用途食品には、様々な許可基準が設定されており、それらの中の大部分の試験は、栄養表示基準における栄養成分等の分析方法(公定法)³⁾によるものとされている。しかし、特別用途食品のうち、総合栄養食品(病者用のいわゆる濃厚流動食)の許可基準において、モリブデン(Mo)の標準範囲は食品100gあたりMoを0.8~15.6 µgとされているが、公定法が規定されていない。このような項目については、採用した試験方法を試験成績書に記載することとされている。

食品中のMo定量法については、硝酸などを用いた加熱酸分解法により調製した試験溶液を原子吸光度計⁴⁾や誘導結合プラズマ発光分光分析装置(ICP-AES)⁵⁾で測定する方法が一般的である。また近年では、日本食品標準成分表⁶⁾作成時や乳幼児調製粉乳のMo定量法⁷⁾として、マイクロ波による酸分解法(MW)により調製した試験溶液を誘導結合プラズマ質量分析装置(ICP-MS)で測定する方法が報告されている。一方、Mo以外の8種の無機質(亜鉛、カリウム、カルシウム、鉄、銅、ナトリウム、マグネシウム、マンガン)については、公定法として乾式灰化法が採用されている。

そこで本研究では、総合栄養食品における標準範囲の濃度を定量可能な方法として、公定法として他の無機質の試料調製法に採用されている乾式灰化法を用いたICP-MSによる定量法を選択し、その単一試験室による妥当性確認を行ったので報告する。