

サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社 エレメンタル営業部

EL10002

Key Words

- ICP発光分析
- iCAP RP
- バイオディーゼル
- キャノーラ油
- 食用油

キーポイント

- 測定パラメータ最適化ツールによる自動メソッド開発
- 有機溶媒試料導入キットにより、最高分析性能を達成

はじめに

キャノーラ油 (CANadian Oil) は菜種油の一種であり、カナダで1960年代から70年代に菜種から開発されました。食物から燃料まで、さまざまな異なる用途があり、キャノーラ品種の菜種を圧搾して抽出した後、精製します。

キャノーラ油は食材として食品に加えられ、または一緒に料理に使用されます。キャノーラ油はオメガ-3脂肪酸のような必須脂肪酸を含み、食用油中では飽和脂肪酸が最も少なく、ビタミンE やビタミンK の良い補給源でもあります。このため、健康食品としても販売され、心臓病のリスク減少に役立つという根拠も挙げられています。

キャノーラ油の新しい用途として、バイオディーゼルの原料があります。キャノーラ油を、水酸化ナトリウムや水酸化カリウムの触媒を用いてエタノールやメタノールなどのアルコールとエステル交換反応させ、脂肪酸メチルエステル (FAME) またはバイオディーゼルを生成します。バイオディーゼルは、例えば多環芳香族炭化水素、一酸化炭素、粒子状物質などの排出物の削減など、化石燃料に比べて環境的、経済的に大きなメリットがあるため、世界中でその需要が増加しています。

キャノーラ油の微量元素成分の分析は、食品用か燃料用かの用途を決定するのに重要です。

食品用として許容される金属成分濃度は、燃料の原料用に比べ、非常に低くなっています。これは、消費者をカドミウムや鉛のような有害重金属元素の影響から保護するだけでなく、鉄などによる味の低下をも防ぎます。燃料用の油についても、金属元素濃度は異なる理由で同様に重要となります。含有元素量は燃焼のような燃料特性に影響を及ぼす他、環境規制もあります。たとえば、現在多くの国が、燃料中のイオウ含有量を規制しています。

さらに、油の使用期限も微量元素の影響を受けます。精製プロセス中で、油の劣化の原因となる元素の除去レベルを確認し、一方で精製過程における混入を監視するため、微量元素量のモニターが必要です。このうち、リンの化合物などいくつかの元素の濃度は、未処理のキャノーラ油中の 600 mg/kg から精製製品中のサブmg/kg レベルまでにわたります。



装置

この分析のためにThermo Scientific iCAP 6000 シリーズ 放射光測光モデルを選択しました。このモデルは、高いマトリックス耐性に加えて、優れた安定性を実現する全ガス経路のマスフロー制御機能と、自動メソッド最適化を含むソフトウェアを備えています。有機溶媒試料導入キットを使用し、表 1に示す測定パラメータを用いました。

表 1: iCAP 6000シリーズの分析パラメータ

パラメータ	設定
サンプルポンプチューブ	オレンジ/ホワイト バイトン
ポンプ速度	25 rpm
ネブライザーガス流量	0.4 L/分
ネブライザー	V-溝型
スプレーチャンバー	サイクロン型、バッフル付
トーチセンターチューブ径	1 mm
RF 出力	1150 W
冷却ガス流量	14 L/分
補助ガス流量	1.5 L/分
測光高さ	14 mm

試料

以下の試薬を分析に使用しました (すべてカナダ Conostan社製)。

- PremiSolv オイル希釈液
- S21 多元素混合 オイルスタンダード 300 mg/kg
- イオウ オイルスタンダード 5000 mg/kg
- ブランクオイル

以下の試料を分析しました。

- キャノーラ油 (未処理)
- キャノーラ油 (精製品)
- キャノーラ油 (脱色品)
- キャノーラ油 (脱臭品)

試料と検量線用標準液の調製

各試料は、PremiSolv希釈液で重量比で10 倍に希釈しました。

多元素混合スタンダードとイオウスタンダードを、PremiSolv で適宜希釈しました。最初にブランクオイルをスタンダードに加え、最終検液中のオイル濃度が重量比で 10 %となるように調製しました。これは、試料と標準液の物理特性を揃えることにより、ネブライザー噴霧やプラズマへの輸送などの試料導入効率が高くなり、分析結果に影響しないようにするためです。

メソッド開発

各元素について、このマトリックスで干渉のない波長を選択しました。iTEVA ソフトウェアの最適化機能を使用して、最高のS/N比が得られるよう ICP と試料導入パラメータを最適化しました。標準試料と未知試料を連続して測定し、サブアレイとバックグラウンドを確認しました。ソフトウェアのサブアレイウィンドウでは、メソッド開発に必要なピーク位置とバックグラウンド位置を簡単に変更できます。図 1に例を示します。

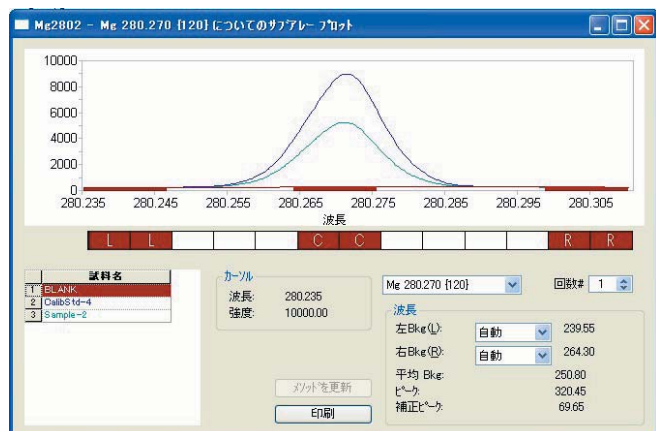


図 1 Mg 280.270 nm のサブアレイプロット

結果

分析結果を表2に示します。予想通り、キャノーラ油の精製過程につれて元素含有量は減少していました。リンとイオウの濃度は、脱臭後のキャノーラ油で低く、バイオディーゼルへの加工に適した材料候補といえます(これらの元素は、環境規制に準拠し、バイオディーゼル中では含有上限値が決められています)。検出限界は、ブランクの10回繰り返し測定値の標準偏差の3倍から算出しました。分析に必要な元素を定量するのに十分低く、キャノーラ油のコンタミネーションとみなされるレベルです。

結論

シンプルな ICPメソッドにより、精製プロセスの全段階におけるキャノーラ油の分析が可能でした。未知試料と標準液を同じ方法で調製することにより、試料導入に起因する誤差は最小限に抑えられ、内部標準法は不要です。Thermo Scientific iCAP 6500 放射光測光モデルは、高いマトリックス許容性と優れた検出能力を持つため、オイルマトリックス試料の分析に理想的です。



表 2: 分析結果とメソッド検出限界

(mg/kg)

	未処理	精製品	脱色品	脱臭品	メソッド検出下限
Ca 317.9nm	162.1	1.6	0.22	0.05	0.0019
Cu 324.7nm	0.036	<DL	<DL	<DL	0.0011
Fe 259.9nm	1.17	<DL	<DL	<DL	0.00092
Mg 280.2nm	61.57	0.611	0.07	0.006	0.00025
Na 589.5nm	0.122	1.145	0.28	<DL	0.011
Ni 231.6nm	<DL	<DL	<DL	<DL	0.0013
P 177.4nm	282.109	3.018	1.213	0.579	0.0072
Pb 220.3nm	<DL	<DL	<DL	<DL	0.010
S 180.7nm	7.031	2.93	1.484	3.495	0.058
Sn 189.9nm	0.112	0.075	0.089	0.01	0.0037

EL10002

サーモフィッシャー
サイエンティフィック株式会社

フリーダイヤル
0120-753-670

FAX
0120-753-671

E-mail
info-jp@thermofisher.com

www.thermoscientific.jp
(日本)
www.thermo.com
(グローバル)

©2010 Thermo Fisher
Scientific Inc. All trademarks
are the property of Thermo
Fisher Scientific Inc. and its
subsidiaries.

Specification, terms and
pricing are subject to change.
Not all products are
available in all countries.
Please consult your local sales
representative for details.