

PS ANALYTICAL

アニオン交換液体クロマトグラフィー - 水素化物発生原子蛍光法 (HPLC-HG-AFS)による米中のヒ素スペシエーション分析

Introduction

食物に含まれるヒ素がその毒性から注目されています。ヒ素は発がん物質であることを知られており、皮膚又は膀胱がんを引き起こすことがあります。無機ヒ素(亜ヒ酸塩とヒ酸塩)は地下水から発見され、そして米のような食物にも存在していることが発見されました。そのため、人間の健康への影響を評価するために食物に含まれるヒ素の正確な分析が必要になります。

米中に含まれるヒ素種の中で安定しているAs(III), As(V), DMA そしてMMAの非常に簡単な抽出方法が開発あります。このアプリケーションノートにはアニオン交換液体クロマトグラフィー - 水素化物発生原子蛍光法を使用して上記のヒ素化合物のスペシエーション分析について記載します。標準物質として米粉であるNIST SRM 1568aを使用しました。

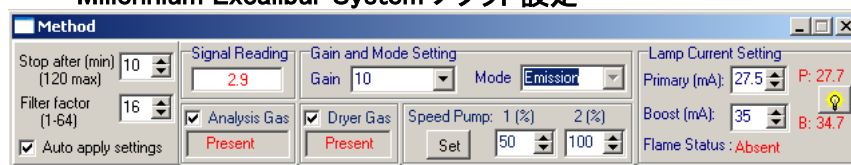
1. サンプルの前処理

粉碎したサンプル(0.5-1.0g)を0.28M硝酸15mLによって抽出しました。その混合物は25mL用バイアルにいれ90°Cで2時間放置しました。抽出物はDI水を用いて希釈し、浮遊物は0.45 μ mのナイロンシリンジフィルターを通して除去し、HPLC-HG-AFSによって測定しました。サンプルはアニオン交換HPLCと結合した水素化物発生原子蛍光法(PSA Millennium Excalibur)を用いて分析しました。反応試薬として 0.7%NaBH₄(0.1M NaOH)、試薬ブランクとして10%v/vHCl、分離の為の移動相として20mM NaH₂PO₄⁻ Na₂HPO₄(pH6.2)緩衝溶液を使用しました。

2. Arsenic Speciation

スペシエーション分析は通常のICシステムとPSAミレニアムエクスカリバーを接続することで達成できます。ミレニアムエクスカリバーの制御及びデータ収集はSAMSソフトウェアで行います。ミレニアムエクスカリバーの設定を図1に示します。

図1 Millennium Excalibur System メソッド設定



PSA

図2 ヒ素スペシエーション分析のためのHPLC-HG-AFSシステム概略図

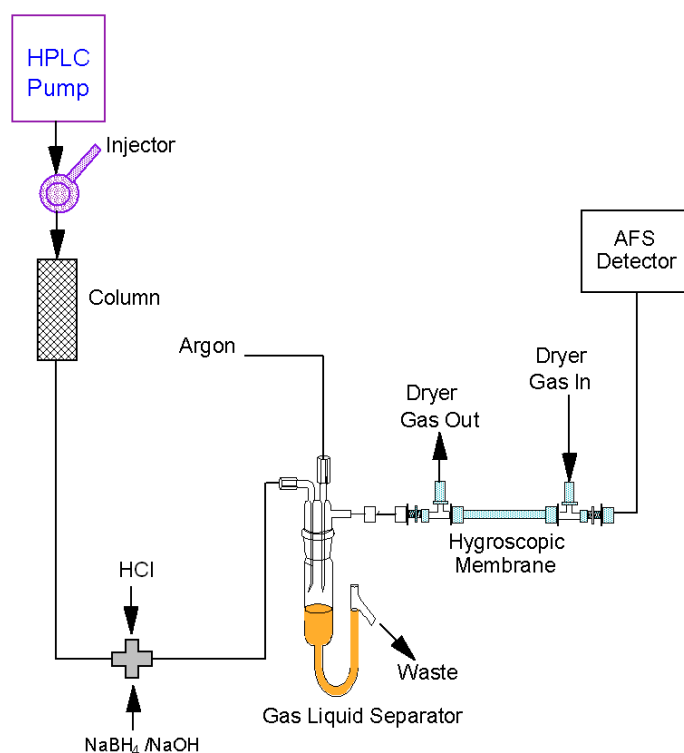


図2にシステムの概略図を示します。まず最初に200 μ Lのサンプル溶液を強アニオン交換カラムにインジェクションします。化合物の分離にはアイソクラティック溶出を用いました。カラム溶出後、サンプルは塩酸と混合し、次に水素化ホウ酸ナトリウムに混合され、揮発性水素化ヒ素を生成します。気液セパレーターに送られた水素化ヒ素ガスはアルゴンによってパージされ、PermapureTM薄膜を通り水分を除去して検出部へ送られます。検出部では水素ガスによって形成された水素拡散炎にサンプルガスが送られ、原子ヒ素となります。原子ヒ素はブースト中空陰極ランプからの特定波長によって基底状態から励起状態へと入り、次に基底状態へと戻ります。この戻る際に生じる蛍光を光電子増倍管によって検出します。ヒ素4種の分離から測定まで約10分以内で行われます。

NIST 1568aからは無機水銀及びDMAのみが検出されました。図3はサンプルと10ng/mLスタンダード溶液のクロマトグラムです。サンプルに含まれる各化合物の識別はリテンションタイムで判別されます。無機ヒ素についての分析の正確さは5%RSD、As(V)とDMAの検出限界は0.1ng/mLでした。表2に使用したHPLCの化学条件を示します。また、表1にヒ素スペシエーションの結果を示します。

表 1 米サンプルのヒ素スペシエーション分析結果 (ng g⁻¹)

PSA#	As (III)	DMA	As (V)
NIST 1568a Rice Flour	58 ± 2	160 ± 8	79 ± 3
NIST 1568a Rice Flour Certified	290 ± 30		



図 3 10 ng ml⁻¹ 各ヒ素化合物混合スタンダード溶液と米サンプルのクロマトグラフ

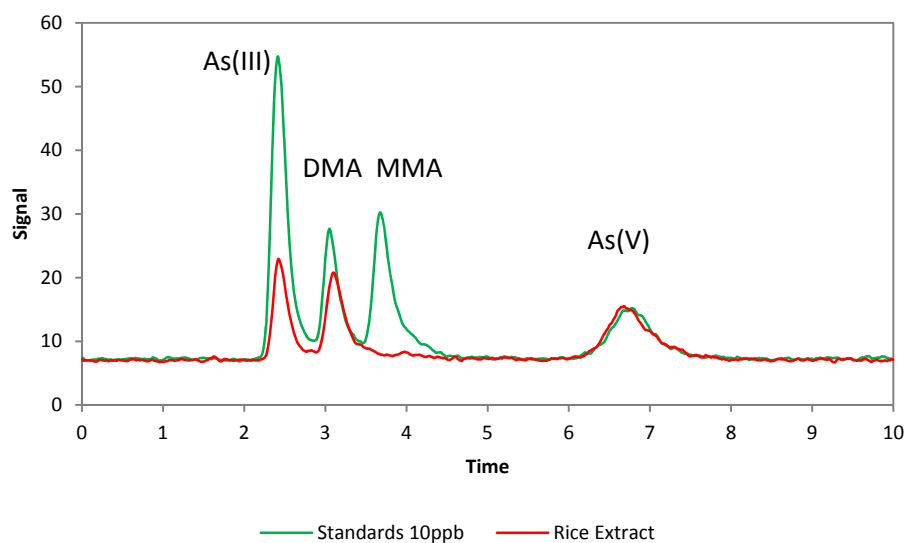


表 2 ヒ素スペシエーション分析のHPLC-HG-AFS システムの化学設定

HPLC Conditions	
Column	PSAC1 [M025C014]
Injected volume	200 μ l
Mobile phase flow rate	1 ml min ⁻¹
Mobile phase	20mM phosphate buffer, pH 6.2

Chemical Conditions	
Acid	10% v/v HCl, 2.5 ml min ⁻¹
Reductant	0.7% m/v NaBH ₄ in 0.1M NaOH, 4.5 ml min ⁻¹

総括

原子蛍光法の利点は選択性の高さ広いダイナミクスレンジです。そのため、ICシステムの接続して簡単にヒ素のスペシエーション分析が可能です。また、ICP-MSに比べてコンパクトかつ安価でランニングコストが安くなります。米中のヒ素スペシエーション分析が迅速に行え、HPLC-ICP-MS同様の検出感度を持ちます。

References

1. Quantitative chemical extraction for arsenic speciation in rice grains, Jen-How Huang , Gunter Ilgen and Peter Fecher, *J. Anal. At. Spectrom.*, 2010, 25, 800-802



本資料問い合わせ先
 アステック株式会社 応用科学事業部
 TEL: 03-3366-0811
 E-mail: unichem@astechcorp.co.jp