

HPLC-ICP-MSの応用例 II

— ヒ素の化学形態別定量法における一斉分析の分離条件の最適化 —

1. はじめに

今回は、ICP質量分析法(ICP-MS)と逆相担体セミアミクロカラムを用いた高速液体クロマトグラフィ(HPLC)との結合システムによる、ヒ素の化学形態別定量法における分離条件の最適化について検討を行った結果を紹介します。検討の目的としては、①化学形態別ヒ素化合物として8種が分離可能なこと、②高塩濃度および極微量の試料を想定し、できうるかぎり微量化をはかる、③ICP-MSでの測定を考慮し、溶離液濃度の低濃度化をはかる、④測定時間の短縮化をはかる、等が挙げられます。

2. 実験

2-1 装置

ICP質量分析装置は、SPQ9000を使用しました。高速液体クロマトグラフィは、PU611C(ポンプ)、Inertsil AS:2.1×150mm(カラム)、CO630(カラムオープン)を使用しました。

2-2 標準溶液

As(III): 亜ヒ酸ナトリウム (和光純薬工業)

As(V): ヒ酸水素二ナトリウム (関東化学)

MAA: メチルアルソン酸 (トリケミカル研究所)

DMAA: ジメチルアルシン酸 (トリケミカル研究所)

TMAO: トリメチルアルシンオキシド (トリケミカル研究所)

TeMA: テトラメチルアルソニウムイオダイト (トリケミカル研究所)

AB: アルセノベタイン (トリケミカル研究所)

AC: アルセノコリン (トリケミカル研究所)

2-3 溶離液

1-ブタンスルホン酸ナトリウム: 10mM

(和光純薬工業)

水酸化テトラメチルアンモニウム: 4mM

(多摩化学工業)

マロン酸: 4mM (和光純薬工業)

メタノール: 0.05% (和光純薬工業)

2-4 測定条件

ICP-MSの測定条件を表1に、またHPLCの測定条件を表2にそれぞれ示します。

表1 ICP-MSの測定条件

RFパワー	1.2kW
プラズマガス流量	16L/min
補助ガス流量	0.8L/min
ネブライザガス流量	0.80L/min
ネブライザ	ガラス同軸
サンプリングデプス	10.0mm

表2 HPLCの測定条件

分離カラム	Inertsil AS 2.1×150mm
ガードカラム	Inertsil ODS-3 1×10mm
流量	0.2mL/min (純水0.8mL/min)
注入量	2μL
カラム温度	45℃

2-5 測定

図1に、HPLC-ICP-MSの接続構成図を示します。図1の様に、カラム出口のピーク材の管に純水のラインを付設し、ICP-MSのネブライザの導入キヤピラリに直接接続して使用しました。

カラムの送液は0.2mL/minで、これに純水が0.8mL/min添加されICP-MSのネブライザに接続されています。

カラムは逆相担体系のInertsil Asを使用しました。分析に使用するバッファはマロン酸をベースにイオン対試薬として、1-ブタンスルホン酸ナトリウムと水酸化テトラメチルアンモニウムを使用し、少量のメタノールを添加した後、硝酸でpHを調整して使用しました。

標準液は前述の組成のものを精秤し、純水で希釈して使用しました。

検討結果から前記測定条件で、約6分で分離の良いクロマトグラムが得られました。ヒ素は質量数75で測定し、注入量は2 μ lとしました。

3. 分析結果

図2に、標準溶液のクロマトグラムを示します。ヒ素化合物として化学形態別に8種が分離可能になりました。また、高塩濃度及び極微量の試料を想定し、注入量2 μ Lで測定可能になるとともに、測定時間は約6分となりました。

以上の結果から、本法は短時間で多種類のヒ素化合物の分析が可能であり、ランニングコストが低く押さえられ、多検体を迅速スクリーニングする方法として有用性が期待されます。

なお、この研究はG Lサイエンス株式会社、東京薬科大学 貝瀬先生との共同研究で行いました。

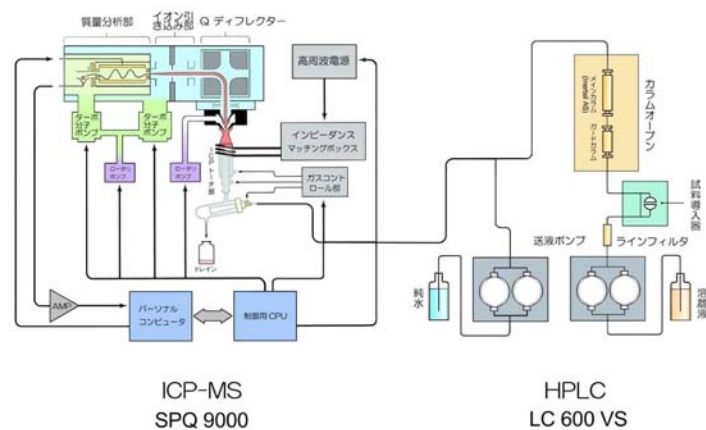


図1 HPLC-ICP-MSの接続構成図

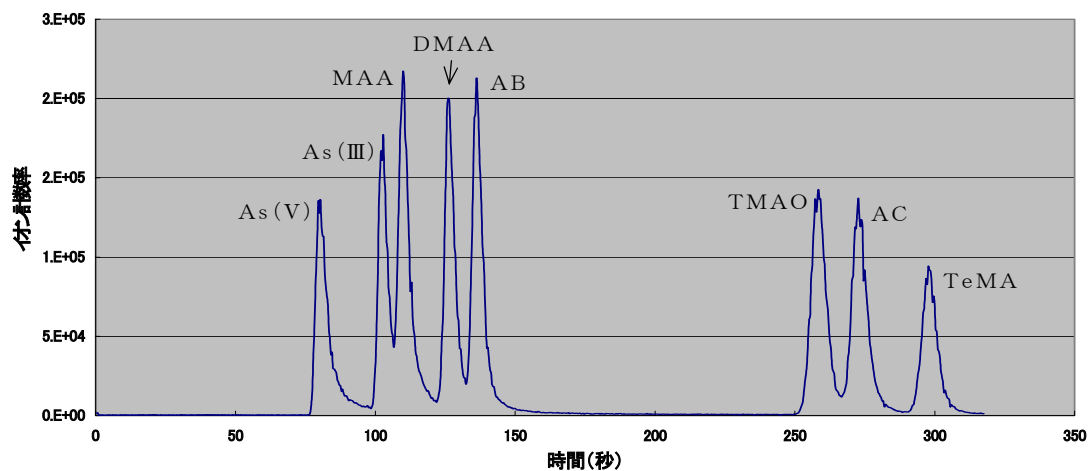


図2 標準溶液のクロマトグラム