キーワード

サプリメント中の Pb、Fe、Zn Se の定量

概要

高分解能連続光源固体直接原子吸光法による Pb、Fe、Zn Se の定量

高分解能連続光源原子吸光分析装置を用いたサプリメント中の元素の固体直接測定

はじめに

サプリメントの消費は広く行き渡り、増加しています。 サプリメントは、処方箋や適切なカウンセリングもなく、潜在的な健康リスクについての認識もされずに一般的に使用されています。これらの製品の安全性を保証し、使用者にサプリメントの効果を認識させるためにも、サプリメントに含まれる有害金属の測定は大変重要です。 いくつかの元素は、身体機能を維持するために必須ですが、過剰に摂取すると命にかかわる危険性があります。過剰摂取により脳機能障害が起きたという研究結果もあります。 また、Pb や Cd のような重金属は、低濃度レベルで重大な疾病を引き起こす有害金属として知られています。

原子吸光法 (AAS) は、重金属の定量に非常に適しており、安定した信頼できる感度のよい分析方法です。 したがってこの分析法は、サプリメント中の重金属の定量に広く用いられています。

analytikjena
An Endress+Hauser Company

装置

測定は、高分解能連続光源ファーネス原子吸光分析装置 contrAA 800 と固体サンプラー SSA 600L を使用しました。

表 1 : 測定条件

項目	パラメーター
温度	20 °C (室温)
スペクトル表示範囲	200 ピクセル
測定モード	ピーク面積
測定ピクセル	3 ピクセル (セレンは 5 ピクセル)
バックグラウンド補正	IBC (反復バックグラウンド補正 = iterative background correction)
サンプラー	SSA 600L
チューブ種類	固体用

表 2 : 各元素の測定条件

元素 / 波長	灰化温度 [°C]	原子化温度[°C]	昇温速度 [°C/s]	測定時間 [s]	モディファイア	スペクトル表示範囲 [nm]
Pb 283.306 nm	1050	2350	1500	4	5 µL Pd/ $Mg(NO_3)_2$	0.32
Fe 304.266 nm	1150	2450	1300	6	-	0.32
Se 207.479 nm	500*/1100	2400	1500	5	5 µL Pd/ $Mg(NO_3)_2$	0.26
Zn 307.590 nm	400	1600	1400	5	-	0.33

* 空気による 20 秒の酸素灰化ステップの後、酸素を除去するためにアルゴンで 30 秒パージ

サンプルと試薬

ミネラルタブレットはボールミルでよくすりつぶし、混合しました。 粉末の朝鮮人参と カプセル剤の内容物は前処理なしでそのまま測定を行いました。 亜鉛の測定は、希釈を行う必要があったため、高純度のカーボン粉末で希釈しました。希釈は、0.04 g のタブレットに 1 g のカーボン粉末を加え、ボールミルでよく混和均質化しました。
希釈倍率は 25 倍です。

モディファイアは、0.1 % TritonX 100 で調製し、サンプルが充分に湿るようにしました。

結果と考察

Fe と Pb のピークの周辺には、Fe の近接線がありました。しかし 200 nm 付近ではスペクトル分解能が 2 pm であり、他の元素のスペクトルオーバーラップがなく、干渉のない測定が可能です。 部分的にまたは直接分析線にオーバーラップする分子吸収は、最小二乗バックグラウンド補正 (LSBC) で補正が可能です。 この場合、バックグラウンド吸収に相当する分子吸収スペクトルをメソッドに保存し、サンプルピークから差し引きます (表 3) 。

亜鉛はサンプル内に多く含まれているために、非常に感度の低い分析線での測定が必要でした。カーボン粉末で希釈したサンプルを第二波長の 307.590 nm を使用して測定しました。

固体直接原子吸光法は、均質化した固体サンプルを直接測定するために、時間と手間のかかるサンプル前処理が不要です。 加えて、分解のようにサンプルが希釈されません。 分析時間も短縮され、試薬のような汚染源となる物質の使用も最小限になります。

固体直接原子吸光法では、溶液測定と比較すると RSD 値が高くなる傾向があります。主な原因は、サンプルの不均質性のためであり、この場合にはサンプルの繰り返し測定回数を多くすることを推奨します。 特にカプセルのゲル状の内容物に不均質性が観察されました。炭素が多く含まれているサンプルは、灰化段階で煙が発生しました。 温度プログラムに酸素による灰化ステップを入れると、有機物が除去できるために測定後のサンプルボートに残渣が残ることを防ぎます。

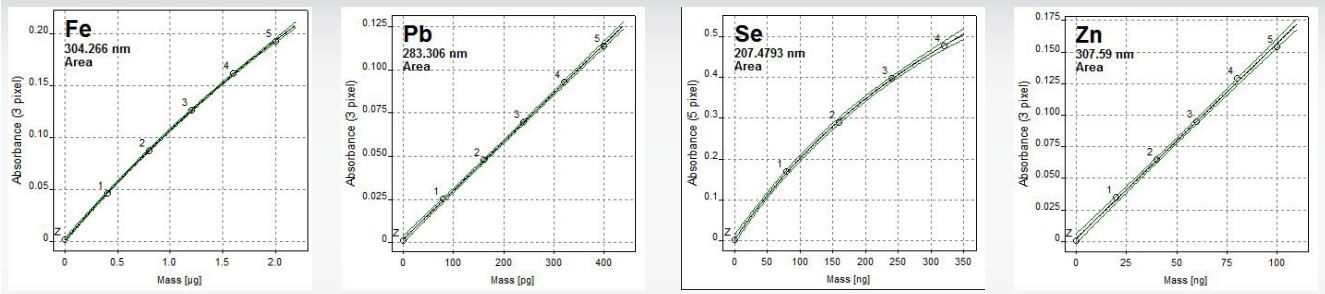


図 1 : 検量線

表 3 : 最小二乗バックグラウンド補正 (LSBC) のピーク

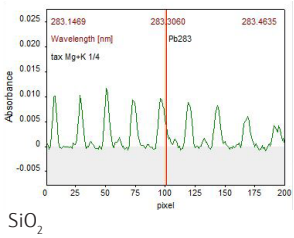
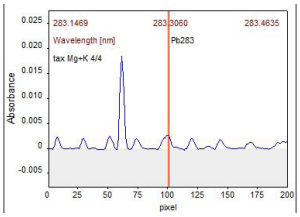
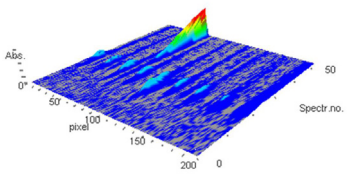
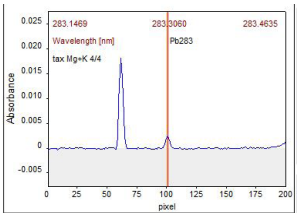
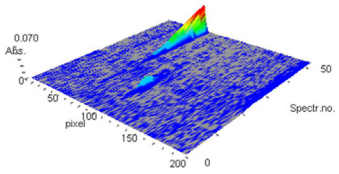
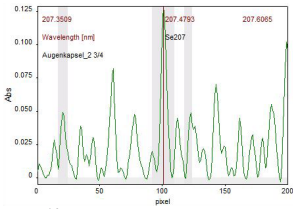
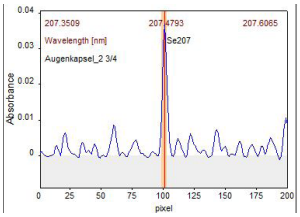
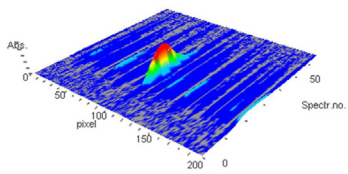
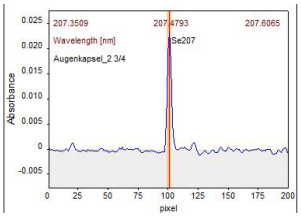
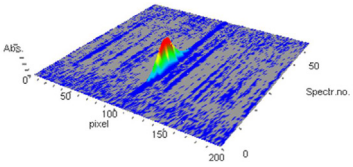
元素	分子吸収ピーク	補正前ピーク	補正後ピーク
Pb	 SiO_2	 	 
Se	 PO (約 4 mg $NH_4H_2PO_4$)	 	 

表 4 : サプリメント中元素の測定結果

サンプル	元素 / 波長	サンプル量 [mg]	タブレット/カプセル重量 [g]	濃度 [mg/kg]	濃度 タブレット/カプセル中含有量	RSD (n=4) [%]
ミネラルタブレット	Pb 283.306 nm	0.8 – 1.5	1.9689	0.093 ± 0.006	0.183 µg	5.9
	Fe 304.266 nm	0.4 – 0.7	1.9689	2205 ± 18.3	4.34 mg	8.9
	Zn 307.590 nm	0.2 – 0.4	1.9689	2818 ± 47.4	4.55 mg	10.1
朝鮮人参粉末	Pb 283.306 nm	2.0 – 2.8	-	< LOQ **	-	-
カプセル1	Se 207.479 nm	1.8 – 4.0	0.3345	76.5 ± 6.16	25.6 µg	18.2
カプセル2	Se 207.479 nm	1.8 – 4.0	0.3275	82.4 ± 6.0	27.0 µg	16.5

**検出限界 (LOD) : 4.84 pg Pb (2.5 mg のサンプルで 1.94 µg/kg 相当)
定量下限 (LOQ) : 14.5 pg Pb (2.5 mg のサンプルで 5.80 µg/kg 相当)
モディファイアを使用した検量線ブランク (空のボート) の 11 回測定から算出

結論

近接線による干渉だけでなく、バックグラウンド補正にスペクトル補正アルゴリズムを適用することで、contrAA 800 は、安定した高感度の分析を提供するだけでなく、どのような種類のサンプルの微量金属分析にも簡単でかつ信頼性のある分析を可能としました。固体直接原子吸光法は、サンプル前処理を最小にして測定のエラーを回避し、効率のよいルーチン分析を保証します。

株式会社アナリティクイエナジャパン
神奈川県横浜市保土ヶ谷区神戸町134
横浜ビジネスパークイーストタワー11階
Tel 045-340-5740
Fax 045-340-5745
sales@analytik-jena.co.jp
www.analytik-jena.de/jp

AAS_0002_jp · 11/2016
© Analytik Jena AG | Pictures ©: Istock/Cucu_Remus