

非対称フローFFFとICP-MSによる河川水の 銀ナノ粒子の高感度分析

一般情報

ID0046

アプリケーション：ナノ粒子、環境

テクノロジー：AF4-ICP-MS

機器構成：AF2000 MT、PN3211 UV-Vis、PN1650 スマート・ストリーム
・スプリッター、Agilent 7900 ICP-MS

キーワード：非対称フローFFF、誘導結合プラズマ質量分析、
スマート・ストリーム・スプリッティング、大量注入、高感度分析、
銀ナノ粒子、河川水

はじめに

非対称フロー・FFFと誘導結合プラズマ質量分析器(AF4-ICP-MS)は、自然環境下での銀ナノ粒子(AgNP)を評価する為の適した分析機器です。AF4は粒子をマトリックスから分離し、ICP-MSに送り、粒子の高感度な元素分析が可能です。また、ハイボリューム・インジェクション[1]及びスマート・ストリーム・スプリッティング機構(S3)によるチャンネル内の濃縮効果で、検出感度をさらに上げることが出来ます[2,3]。よって、AF4-ICP-MSは河川水の様な複雑なマトリックス中の微量なAgNPの分析が可能です。



図1：AF2000 MT と Agilent7900 ICP-MS

ハイボリューム・インジェクション

AF4の注入段階において、サンプルはインジェクションフローによりシステム内に注入され、フォーカスフローにより留められます。注入されたサンプルはチャンネル下部に留まり、平衡化されます(図2)。AF4の利点の一つは、この工程により大量のサンプル注入が可能なことです。この方法により、低濃度のサンプルでもチャンネル中で濃縮が可能です。

このアプリケーションでは、AgNP注量を増加させた時のAF4-UVによるサンプルの回収率と感度係数の評価を行いました。結果、注入量10 μ Lと8000 μ Lを比べた時、高い回収率を保ったまま660の感度係数を示すことが出来ました。

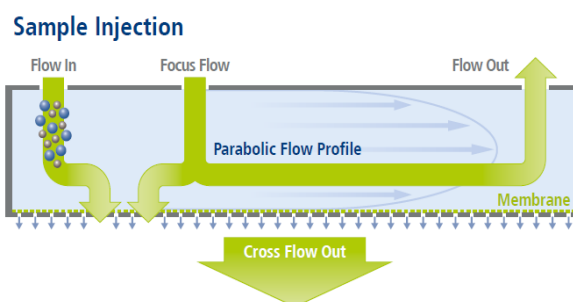
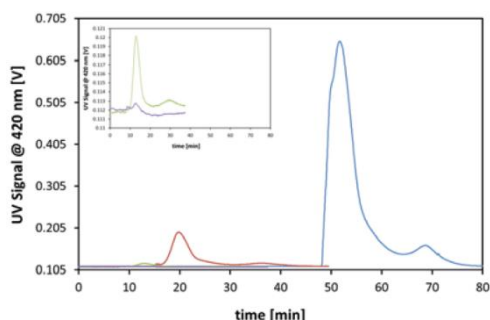


図2：AF4の大量注入図面



注入量 [μL]	回収率 [%]	感度係数
10	100 ± 20	-
100	87 ± 15	7
1000	102 ± 5	83
8000	99 ± 5	660

図3：AF4-UV-フラクトグラムとインジェクションボリューム別回収率と感度係数

スマート・ストリーム・スプリッティング

AF4の分離メカニズムではサンプルはチャンネルの下部に存在します。これはサンプルが検出器に送られるときに上部のサンプルの存在していないフローに薄められてしまうということです。スマート・ストリーム・スプリッティング (S3) を使うことで上部のサンプルの入っていないフローを取り除き、下部のサンプルの濃いフローのみを検出器に送ります。結果、検出器は濃度が増加したサンプルを検出するので高い数値を得ることができます(図4)。

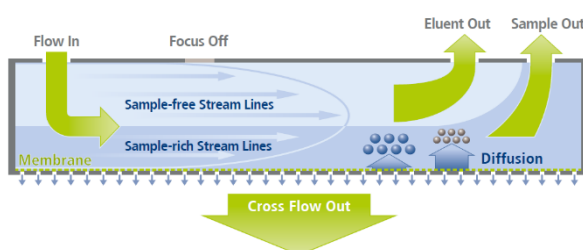
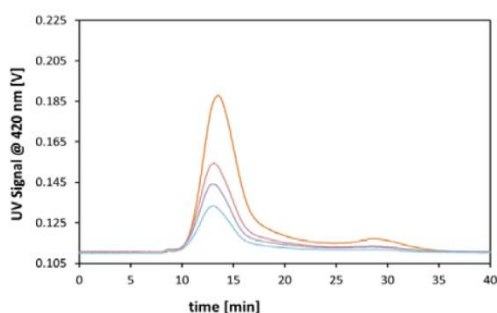


図4：AF4 内の S3 構造図

河川水中のAgNPにおいては、S3により上部チャンネルフローの60%を取り除くことで、回収率を100%近く保ち、感度が2.4倍になりました。(図5)。



スプリット率 [%]	回収率 [%]	感度係数
0	100 ± 3	-
20	98 ± 2	1.2
40	99 ± 2	1.6
60	97 ± 1	2.4

図5：AF4-UV フラクトグラムと S3 によるチャンネルフロースプリット別回収率と感度係数

AgNPを添加したライン川河川水のAF4-ICP-MS分析

超純水で行われた実証実験後、AF4-ICP-MSで、AgNP(321ng/Lと628ng/L)を添加したライン川河川水の評価を行いました(図6)。更に、8000 μ Lの注入量と60%のS3を使用した結果、回収率98 \pm 8%とAgNP定量下限値14 \pm 4ng/L(DIN32645に準拠)の良好な結果が得られました。

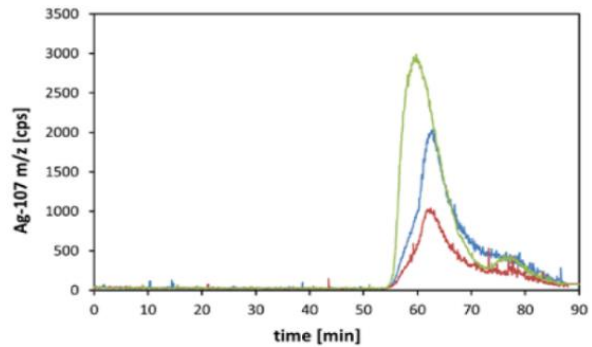


図6:AgNP添加ライン川河川水(青:628ng/L,赤:321ng/L)と超純水(緑:1037ng/L)のAF4-ICP-MSフラクトグラム

まとめ

ここではAF4のAgNP微量分析に対し高度な適応性を示しています。ハイボリューム・インジェクションとスマート・ストリーム・スプリッティングを活用し、ICP-MSと接続することによりAF4は複雑な環境マトリックス下の微量AgNPの評価に有効な分析手法です。

参考文献

- [1] Mudalige T.K., Qu H., Linder S.W., Analytical Chemistry, 2015, 87, 7395-7401.
- [2] Giddings J.C., Lin H.C., Caldwell K.D., Myers M.N., Separation Science and Technology, 1983, 18(3), 293-306.
- [3] Prestel H., Niessner R., Panne U., Analytical Chemistry, 2006, 78(18), 6664-6669.