

原子吸光分光光度計による 銀化合物含有抗菌生地の溶出評価

姜 雨晶

ユーザーベネフィット

- ◆ 抗菌生地の溶出液中の銀を簡便に分析できます。
- ◆ フレーム法とファーンズ法を併用することで、高濃度から低濃度までの効率的な測定が可能です。

■はじめに

新型コロナウイルス（COVID-19）が流行する中、銀イオン(Ag⁺)の抗菌性が改めて注目されています。銀イオンは高い抗菌性に加え、人体に無害でありながら抗菌効果が長期間持続することが特長です。このため、無機系抗菌剤として銀化合物が広く用いられており、素材に練り込んだ多くの日用品が市販されています。これまでの研究で、銀イオンにはインフルエンザウイルス、一般的なコロナウイルス、大腸菌、メチシリン耐性黄色ブドウ球菌（MRSA）などに抗菌効果が確認されています。

ここでは、銀化合物を含む抗菌生地からの銀(Ag)の溶出量を原子吸光法を用いて評価した例をご紹介します。迅速な測定ができるフレーム法と高感度なファーンズ法を併用することで、広い濃度範囲の溶出したAgを分析することが可能です。

■測定試料と溶出評価

測定試料には、市販の銀イオン含有抗菌生地を使用しました。1枚の生地から試料片を2枚切り出し（約5cm×5cm）、1枚を溶出試験に、もう1枚を分解処理に用いました。分解処理を行った溶液中のAg量を抗菌生地の銀総量とし、生地からの溶出率を算出しました。図1に分解処理のフローを示します。

溶出試験は図2の手順で行い、得られた溶液を1日分の溶出液としました。試料片を乾かした後1~4を繰り返すことで、15日間の溶出試験を行いました。

1. 試料片（5cm×5cm、0.68g）をピーカに採取
↓ ←少量の水と硝酸5mLを添加
2. 時計皿で覆いホットプレート上で約100℃で加熱分解
↓
3. 激しい反応が収まった後、温度を190℃に上げて加熱分解
↓
4. 液量が少なくなり、褐色になり始めるまで加熱分解
↓
5. ホットプレートからおろす
↓ ←少量の硝酸を添加
6. 淡黄色になるまで4,5と硝酸の添加を繰り返す
↓
7. 乾固寸前まで濃縮
↓ ←濃硝酸約0.1mLを添加
8. 放冷
↓
9. ろ過
↓
10. 純水で20mLに定容後、さらに水で3倍希釈

図1 抗菌生地の分解処理のフロー

1. 試料片（5cm×5cm、0.65g）を25mLの純水に浸漬し、1昼夜放置
↓
2. 10分間超音波洗浄機にかける
↓
3. 試料片を絞って溶出液を回収する
↓
4. ③に少量の硝酸を添加し、測定溶液とする

図2 抗菌生地の溶出試験

■装置構成と測定条件

装置は島津原子吸光分光光度計AA-7000F/AACとグラファイトファーンズアトマイザ（フレーム法とファーンズ法の自動切り替えが可能）、およびオートサンブラを用いました。分光器と原子化に関する主な条件を表1に示します。測定は検量線法で行いました。

表1 測定条件

元素		Ag
分析波長		328.1 nm
スリット幅		0.7 nm
点灯モード		BGC-D2
ランプ電流値		10 mA
フレーム法	フレームタイプ	空気-アセチレン
	アセチレン流量	2.2 L/min
	積分時間	3 s
	繰り返し測定回数	3回
ファーンズ法	灰化温度	400℃
	原子化温度	1800℃
	チューブタイプ	プラットホーム
	試料注入量	試料10μL+硝酸パラジウム2μL
	信号処理	ピーク高さ
	繰り返し測定回数	2回(最大3回)

■測定結果

初めに、抗菌生地分解液および最初の10日間の溶出液をフレーム法で測定を行いました。

フレーム法の検量線を図3に示します。

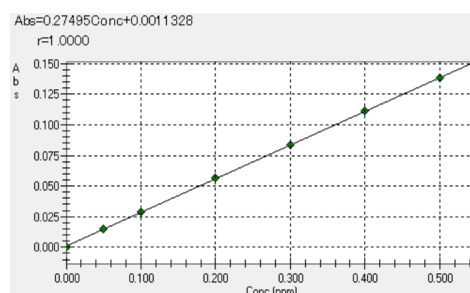


図3 フレーム法の検量線

抗菌生地の浸漬日数7日目から溶出液中のAg濃度がフレイム法の定量下限以下になりました。このため、7日目以降は高感度のファーンレス法で測定を行いました。ファーンレス法の検量線を図4に示します。

抗菌生地の測定結果を表2に示します。表中の溶出液中濃度は希釈前の溶液中濃度に換算した値で、実濃度は測定濃度を抗菌生地中(固体中)の濃度に換算した値です。

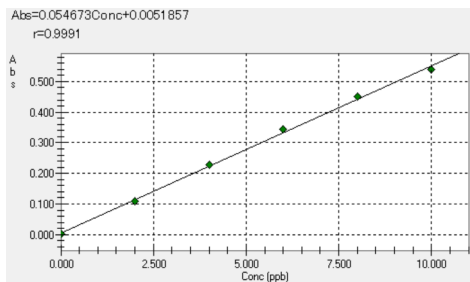


図4 ファーンレス法の検量線

図5に15日間の溶出液中Ag濃度および溶出率の変化を示します。溶出率は、溶液中のAg濃度の積算値を、分解処理を行った溶液中のAg濃度(58 μg/g)で除して算出しました。

最初の5日間はAgが多く溶出しましたが、その後は徐々に減少し、9日目以降は溶出量がほぼ変わらない傾向が見られました。

■まとめ

AA-7000シリーズは、迅速なフレイム法と高感度なファーンレス法の、両用機および各専用機のラインナップがあります。

フレイム法では、抗菌生地中の全Ag濃度や、溶出試験1週間程度までの溶出量の変化を簡便に測定することができます。抗菌生地からのAg溶出が無くなるまでの期間を把握するなど、更に低濃度域の測定が必要な場合は、高感度なファーンレス法で分析可能です。目的に応じ、両用機や各専用機を選択できます。

表2 抗菌生地の測定結果

フレイム法	日数	生地	1日目	2日目	3日目	4日目	5日目	6日目	7日目	8日目
	溶出液中濃度 (mg/L)	0.26	0.064	0.081	0.13	0.072	0.086	0.048	<0.030*	<0.030*
	SD	1.1	3.5	0.78	0.63	0.77	0.57	1.9	0.78	0.45
	%RSD	0.44	5.5	0.97	0.48	1.1	0.66	4.0	3.0	2.4
実濃度(μg/g)	58	2.2	3.1	5.1	2.7	3.3	1.8	<1.2*	<1.2*	
ファーンレス法	日数	7日目	8日目	9日目	10日目	11日目	12日目	13日目	14日目	15日目
	希釈率	5	5	2	2	2	2.5	2	2	2
	測定濃度(μg/L)	5.5	4.8	4.9	4.9	6.2	7.8	7.2	5.8	4.4
	溶出液中濃度 (mg/L)	0.027	0.024	0.0099	0.0098	0.012	0.020	0.014	0.012	0.0089
	SD	0.0063	0.024	0.0022	0.0003	0.0003	0.0018	0.0021	0.0073	0.0042
	%RSD	0.61	2.56	0.58	0.07	0.07	0.24	0.38	1.63	1.23
	実濃度(μg/g)	1.0	0.92	0.38	0.37	0.47	0.75	0.55	0.45	0.34

* 定量下限以下 (定量下限は検量線から吸光度0.01Absとなる濃度で算出)

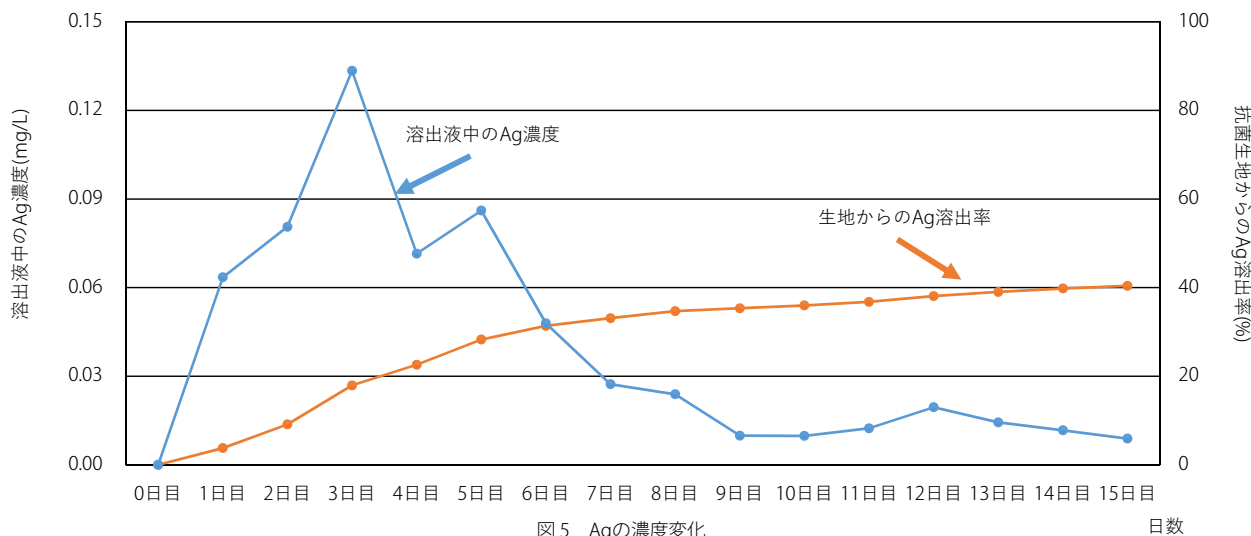


図5 Agの濃度変化