

オンカラム誘導体化法による アルミニウムイオンの迅速高感度分析（その1）

Rapid and Sensitive Determination of Aluminum Ion Using On-Column Derivatization with 8-Hydroxyquinoline (Part1)

アルミニウムイオンは、8-ヒドロキシキノリン(8-HQ)と反応して、発蛍光性のキレートを生成することが知られています。このアルミニウム/8-HQキレートをHPLCを用いて分析することにより、アルミニウムイオンの高感度分析を行うことが可能です。この場合、一般には、

カラムに注入する前に、アルミニウム/8-HQキレートを生成させ、それを分析する「プレカラム誘導体化法」が用いられますが、ここでは、8-HQを予め移動相に添加しておく独自の「オンカラム誘導体化法」によるアルミニウムイオンの迅速高感度分析法についてご紹介します。

A. Ieji

オンカラム誘導体化法の特長

8-HQは、それ自体蛍光を発生しませんが、アルミニウムイオンとモル比1:3でキレート形成することにより、強い発蛍光物質を与えます。(Fig.1)

この反応を利用した「プレカラム誘導体化法」が報告されていますが、一旦キレート反応させた後、カラムに注入するため、操作が煩雑で、また操作中の汚染や誤差、人為的ミスも問題になります。

一方、この反応では、反応速度が十分に速いことから、予め8-HQを移動相に添加しておき、注入されたアルミニウムイオンをカラム到達前にキレート生成させる「オンカラム誘導体化法」を応用することができます。

「オンカラム誘導体化法」では、キレート生成反応がHPLC装置内で行われるため、前処理による汚染や誤差、人為的ミスを抑えることができ、アルミニウムイオンの簡便な迅速高感度分析が可能となります。

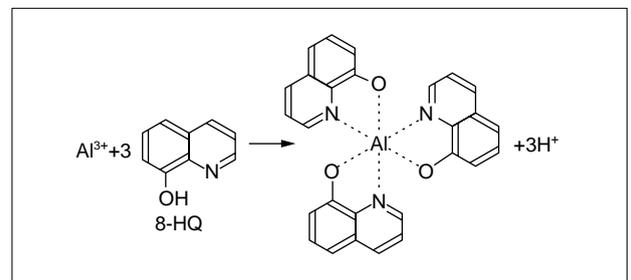


Fig.1 8-HQとアルミニウムとの反応
Reaction of Aluminum with 8-Hydroxyquinoline

標準分析条件

生成したキレートは疎水性を持つため、逆相クロマトグラフィー用カラムで分析することができます。Table1に最適化された分析条件を示します。

Fig.2は、アルミニウム標準液(50 μg/L)の分析結果です。標準液は、原子吸光分析用1000mg/L標準原液に吸着抑制のため少量の硝酸(超高純度分析用試薬)を加え、精製水で希釈して調製しました。

Table 1 分析条件
Analytical conditions

Column	: Shodex Asahipak ODP-50 (150mmL. x 4.6mmI.D.)
Mobile Phase	: A/B = 4/6 : A : 12mM 8-hydroxyquinoline acetonitrile solution : B : 100mM imidazole buffer (pH=7.1) adjusted by perchloric acid
Flow Rate	: 0.6mL/min
Inj. Volume	: 20μL
Temperature	: 40
Detection	: RF-10AXL Super at Ex=380nm, Em=520nm (Cell Temperature 25)

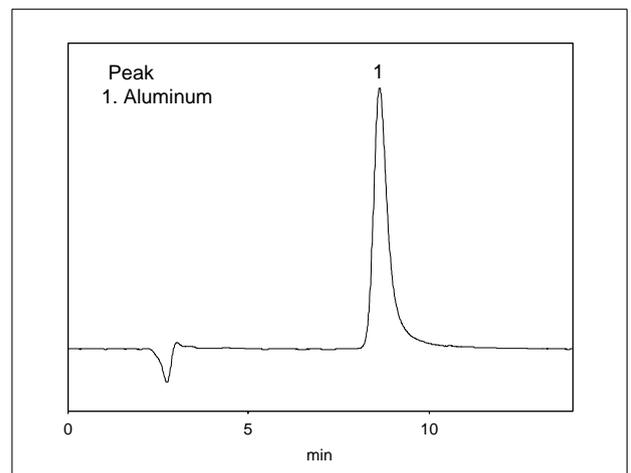


Fig.2 アルミニウム標準液のクロマトグラム
Chromatogram of Standard Aluminum Ion

検出器セル温度の影響

一般に、蛍光は温度消光現象を持つため、温度が上昇するとレスポンスが低下します。

Fig.3は、アルミニウムノ8-HQキレートを検出する際、検出器セル温度を25～35℃で3段階に変化させ、蛍光強度（ピーク面積値）の変動を調べた結果です。アルミニウムイオンの定量をより高い精度で行うためには、検出器セル温度の温調も重要な要素であることがわかります。このため、本HPLCシステムでは、セル温調機能付き蛍光検出器（RF-10AXL Super）を用い、セル温度25℃で分析を行っています。

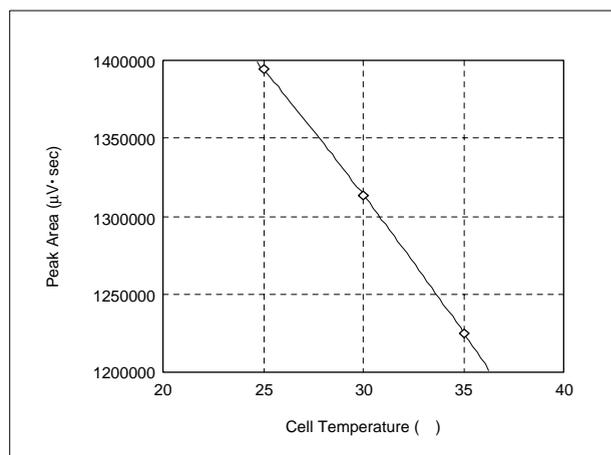


Fig.3 検出器セル温度と蛍光強度
Relationship Between Detector's Cell Temperature and Peak Area

直線性

Fig.4に、アルミニウムイオン濃度～50 μg/Lにおける検量線の直線性（面積値）データを示します。数 μg/Lまでの高感度分析が可能です。

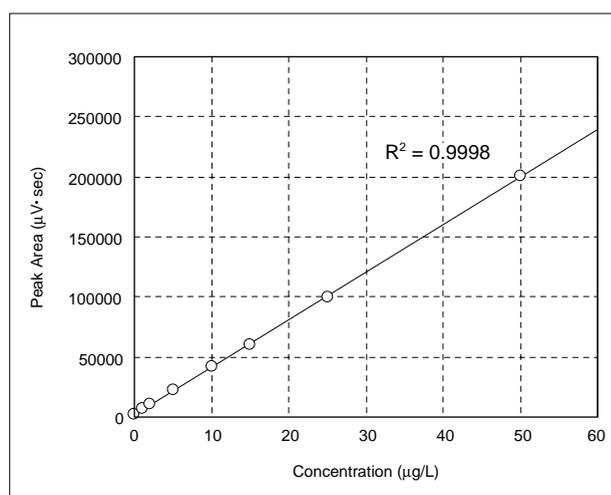


Fig.4 アルミニウムの検量線
Calibration Curve of Aluminum Ion

再現性

Table2は、ピーク面積値の併行精度を示します。低濃度領域でも十分な精度での分析ができます。

Table 2 アルミニウムイオン面積値併行精度
Repeatability of Peak Area of Aluminum Ion

	Blank	10 μg/L	25 μg/L
1st	2294	41764	99605
2nd	2259	42103	99798
3rd	2311	41480	98212
4th	2342	40105	97503
5th	2194	42220	99125
6th	2236	40165	100891
Average	2272.7	41306.2	99189.0
RSD%	2.37	2.29	1.21

初版発行：2002年9月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691(携帯電話不可)
● 携帯電話専用番号(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。