

| | | | |
|-------|--|------|--------|
| 発表日 | 平成 29 年 10 月 25 日 (水) | 発表形式 | ポスター展示 |
| 所属・氏名 | 環境科学研究所 猪俣 好美 | | |
| 発表名称 | ICP 発光分光分析法における高塩濃度試料に対する前処理方法（溶媒抽出法）の検討 | | |
| ジャンル | 環境研究 | 部門 | 改善事例 |

1. はじめに

環境科学研究所では水質汚濁防止法第 22 条に基づく特定施設又は有害物質貯蔵指定施設への立入検査に伴う事業所の排水分析を行っている。事業所の排水分析では、横浜市の生活環境の保全等に関する条例（以下、市条例）で定める「排水指定物質」について公定法による分析を行うが、カドミウム及びその化合物、鉛及びその化合物等の重金属類は ICP 発光分光分析法にて分析を行っている。

ICP 発光分光分析法では、試料の前処理として、硝酸添加後、ホットプレート（250℃前後）にて加熱する湿式分解法を採用している。まれに、高塩濃度（塩などの分析を妨害するマトリクスが高い）試料を機器に導入すると、プラズマの消灯や内部標準物質（注入量等を確認するため）の回収率が低下する（80%以下）等の問題がみられる。これらの問題に対応するため、溶媒抽出法による前処理の導入について検討を試みた。



Table1. ICP 測定条件

| ICP operation conditions | | |
|--------------------------|---------|---------|
| プラズマガス | (l/min) | 10 |
| 補助ガス | (l/min) | 0.2 |
| キャリアーガス | (l/min) | 0.55 |
| RF出力 | (W) | 1300 |
| ポンプ | (ml/分) | 1 |
| リテンションタイム | (秒) | 45 |
| Analytical lines | | |
| Cd | (nm) | 214.440 |
| Pb | (nm) | 220.353 |
| Cu | (nm) | 324.752 |
| Zn | (nm) | 206.200 |
| Ni | (nm) | 231.604 |

Fig1. ICP 発光分光分析装置（ICP-OES8300）：PerkinElmer 社製

2. 検討方法について

溶媒抽出法については、各種研究報告書にて、キレート剤と溶剤の組合せや分析条件の検討などの研究結果が報告されている^{1) 2)}。各種溶媒抽出法のうち、抽出後の溶剤を ICP 発光分析装置へ直接導入する方法があるが、当研究所では通常、水系試料のみを分析しており、装置器具の交換等により作業効率が低下することが懸念されたため、抽出後溶媒を揮散させ硝酸にて溶解する方法を採用した（Fig2. 前処理フロー）。前処理方法の妥当性確認のため、超純水及び高塩濃度であることが確認されている試料に、標準物質を添加し、添加回収率を算出した。また、内部標準物質（Y：イットリウム）は、機器の試料導入系にて前処理後の試料と混合し、プラズマに直接噴霧されるため、試薬ブランクの発光強度に対する前処理後試料での発光強度の割合から回収率を算出することとした。

① 試料の準備

高塩濃度が確認されている複数の試料を混合し、予め、イオンクロマトグラフ法にてイオン成分を分析したところ、ナトリウムイオンが 3600 mg/L、塩素イオンが 7900 mg/L 程度であることを確認した。

② 混合標準液の添加

超純水及び高塩試料に、重金属類 (Cd、Pb、Cu、Zn、Ni) の混合標準溶液を最終濃度が 0.1 mg/L になるように添加した。Cd については、他の項目と比較して規制基準が低いことから、並行して 10 分の 1 の濃度 (0.01mg/L) についても分析を行うこととした。

③ 試薬の調整

JIS K0102 52.1 a)3)³⁾ により試薬を調整した。

④ 分析回数

②により調整した超純水、高塩試料について、操作ブランクとは別に、3 回 (N1、N2、N3) 分析を行った。また、溶媒抽出法との比較のため湿式分解法についても同様に分析を行った。

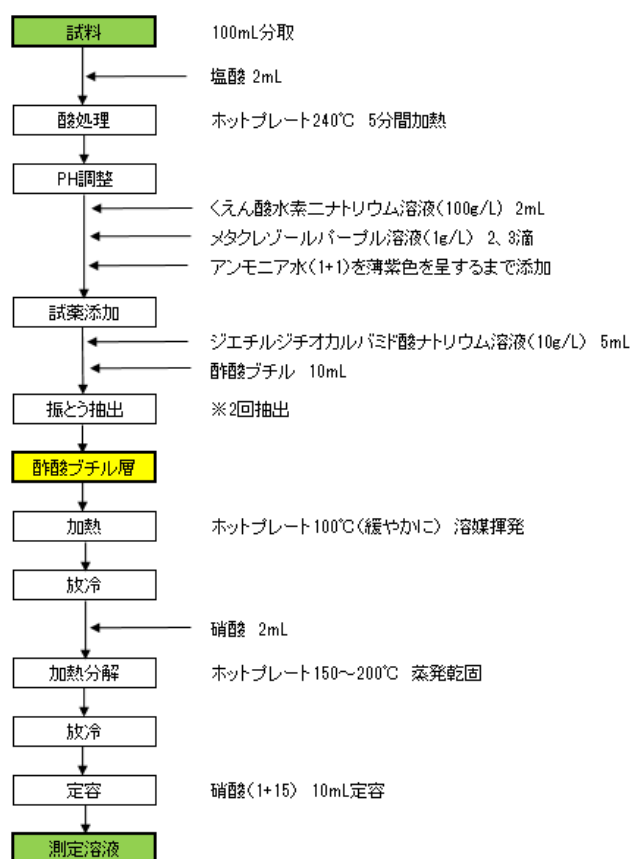


Fig2. 前処理フロー

3. 結果

溶媒抽出法では、超純水、高塩試料とも相対標準偏差及び回収率について良好な結果が得られた。また、高塩試料における内部標準物質の回収率についても、溶媒抽出法では平均 95.7%の回収率が得ることができた。これらのことから、高塩濃度試料に対する前処理方法として溶媒抽出法を採用することが有用な方法の一つであることが確認できた。

| | 設定濃度 (mg/L) | 溶媒抽出法 | | | | | | | | 湿式分解法 | | | | | | |
|-----------|-------------|-------------|--------|--------|----------|-------------|--------|--------|----------|-------------|--------|--------|----------|----|----|-------|
| | | 超純水 | | | | 高塩試料 | | | | 高塩試料 | | | | | | |
| | | 測定結果 (mg/L) | | | 回収率 (平均) | 測定結果 (mg/L) | | | 回収率 (平均) | 測定結果 (mg/L) | | | 回収率 (平均) | | | |
| | | N1 | N2 | N3 | | | N1 | N2 | | N3 | | N1 | | N2 | N3 | |
| Cd | 0.1 | 0.0922 | 0.0936 | 0.0923 | 92.7% | 0.0951 | 0.0953 | 0.0951 | 95.2% | 0.0880 | 0.0885 | 0.0889 | 88.5% | | | |
| | 0.01 | 0.0098 | 0.0100 | 0.0098 | 98.7% | 0.0080 | 0.0083 | 0.0082 | 81.7% | | | | | | | |
| Pb | 0.1 | 0.0963 | 0.0949 | 0.1075 | 99.6% | 0.1015 | 0.1074 | 0.0915 | 100.1% | 0.0971 | 0.0962 | 0.0946 | 95.9% | | | |
| Cu | 0.1 | 0.0977 | 0.0931 | 0.0978 | 96.2% | 0.1209 | 0.1186 | 0.1161 | 118.5% | 0.1042 | 0.1015 | 0.1054 | 103.7% | | | |
| Zn | 0.1 | 0.0781 | 0.0863 | 0.0817 | 82.0% | 0.0979 | 0.1053 | 0.1163 | 106.5% | 0.1828 | 0.1240 | 0.1128 | 139.9% | | | |
| Ni | 0.1 | 0.0957 | 0.0960 | 0.0960 | 95.9% | 0.1108 | 0.1135 | 0.1168 | 113.7% | 0.0868 | 0.0845 | 0.0882 | 86.5% | | | |
| Y(内部標準物質) | | | | | | 101% | | | | | 95.7% | | | | | 78.7% |

Fig3. 測定結果

文献)

- 1) 山垣浩司、高橋正、山田啓夫、吉井道直；水質汚濁研究第 12 巻第 8 号 524-527 (1989)
- 2) 関根達也、長谷川佑子；有機合成化学第 41 巻第 7 号 (1983)
- 3) JIS ハンドブック 環境測定Ⅱ 水質