

河川水中の亜鉛の分析

Determination of Zinc in the River Water

はじめに

Introduction

環境省告示第123号(2003年11月5日)において、水質汚濁に係わる環境基準の一部が改正されました。この改正において、生活環境の保全に関する環境基準として、公共用水域における水生生物およびその生息又は生育環境を保全する観点から、全亜鉛の基準が追加されました。この基準は、指定された水域に適用されます。

基準値は、水域類型によって異なり、河川と湖沼が0.03mg/L以下、海域が0.02mg/L以下または0.01mg/L以下です。

分析方法としては、工場排水試験方法(JIS K0102)が採用されており、以下の4つの分析方法があります。

1. フレーム原子吸光法
2. 電気加熱原子吸光法
3. ICP発光分光分析法
4. ICP質量分析法

ここでは、日本分析化学会より提供されている河川水標準物質JAC 0031(無添加)とJAC 0032(添加)中の亜鉛をフレーム原子吸光法(以下フレーム法)と電気加熱原子吸光法(以下ファーンネス法)で分析した例をご紹介します。

T. Kawakami

測定結果

Measurement Result

原子吸光法で感度を調節する方法としては、分析波長を変える以外に、フレーム法では、バーナ角度を調節する方法がありますが、ファーンネス法では、原子化時のアルゴンガス流量を調節することにより、感度調節が可能です。Fig.1にガス流量と亜鉛2ppbの吸光度の関係を示します。

Fig.2にフレーム法での検量線を示します。Fig.3にファーンネス法で、アルゴンガス流量を0.0L/minとした低濃度用の検量線を示します。Fig.4にファーンネス法で、アルゴンガス流量を0.5L/minとした高濃度用の検量線を示します。

装置と測定条件

Analytical Method and Condition

Table 1と2に各分析法で用いた装置と主な測定条件を示します。ファーンネス法では、原子化時にグラファイトチューブの内部に流すアルゴンガス流量を変えることにより、低濃度と高濃度で感度を変えて測定を行いました。

Table 1 フレーム原子吸光法の分析条件
Analytical Condition of Flame AA

装置	AA-6300
分析波長	213.8nm
スリット幅	0.7nm
電流値	10mA
点灯モード	BGC-D2
フレームタイプ	空気-アセチレン
バーナ高さ	7mm
標準液濃度	上限0.04mg/L(ppm)

Table 2 ファーンネス法の分析条件
Analytical Condition of Furnace AA

装置	本体 AA-6800 原子化部 GFA-EX7
分析波長	213.8nm
スリット幅	0.5nm
電流値	10mA
点灯モード	BGC-D2
チューブタイプ	高密度グラファイトチューブ
試料注入量	2~20 μ L(合計注入量は20 μ L)
温度プログラム	乾燥 120 灰化 400 原子化 2000 クリーニング 2500
標準液濃度	低濃度域：上限1.5 μ g/L(ppb) 高濃度域：上限15 μ g/L(ppb)

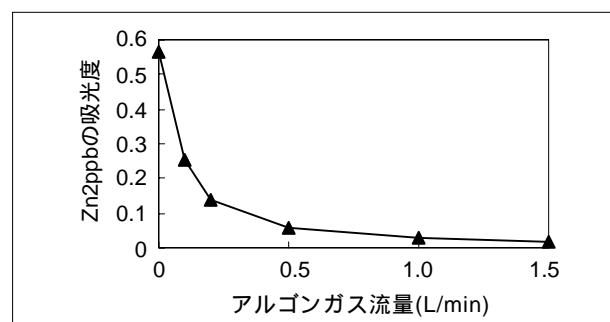


Fig.1 アルゴンガス流量と感度の関係
Relation between the Ar flow rate and the sensitivity

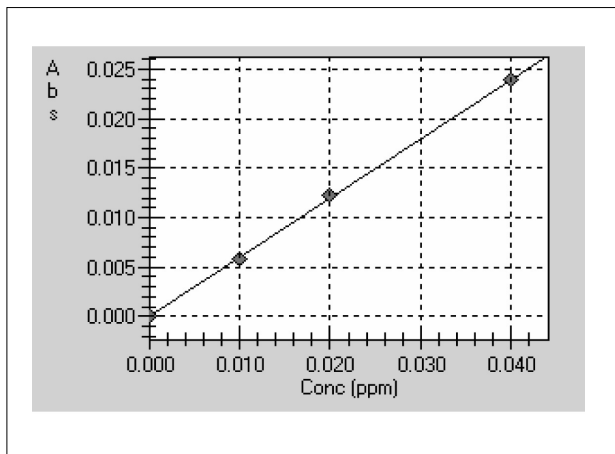


Fig.2 フレーム法の検量線
Calibration Curve of Flame AA

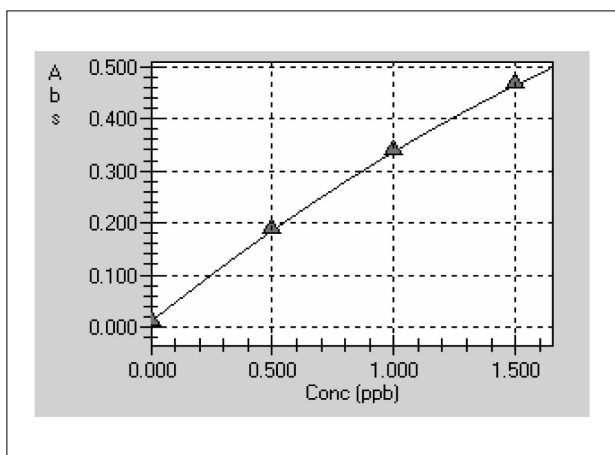


Fig.3 ファーネス法(低濃度)の検量線
Calibration Curve of Furnace AA in the Low Concentration Range

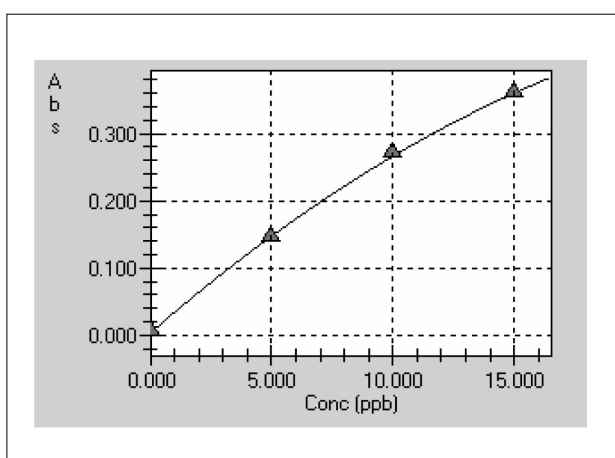


Fig.4 ファーネス法(高濃度)の検量線
Calibration Curve of Furnace AA in the High Concentration Range

Fig.5にファーネス法での低濃度域での標準液のピークプロファイルを示します。

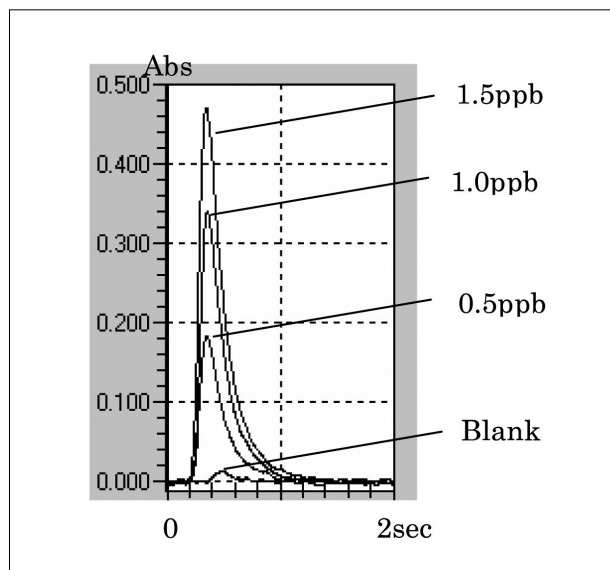


Fig.5 ファーネス法でのピークプロファイル
Peak Profiles of Furnace AA

Table 3に測定結果を示します。Table 4に今回の測定結果から予想されるフレーム法とファーネス法の定量下限(検液中)を示します。ファーネス法の定量下限は、低濃度域の測定結果から予想したものです。

Table 3 測定結果
Measurement Result

	認証値	フレームAA	ファーネスAA (低濃度)	ファーネスAA (高濃度)
JAC0031 無添加	0.00079 (mg/L)	<0.007	0.00079	0.00074
JAC0032 添加	0.0113 (mg/L)	0.011	0.0105	0.0106

JAC0032は、ファーネス法における低濃度の測定では、注入量を2 μ Lに減らして測定しています。

Table 4 定量下限
Quantification Limit

方法	定量下限
フレーム法	0.007mg/L
ファーネス法	0.0001mg/L

フレーム法では、0.01mg/L以下の亜鉛を直接定量することは困難になりますので、濃縮処理が必要となります。一方、ファーネス法では濃縮せずに基準値の1/100の0.0001mg/Lまで定量することが可能ですが、海水などの高塩濃度を含む試料では分光干渉、化学干渉に注意が必要です。また、亜鉛濃度が0.01mg/L以下では容器、処理に用いる酸などからの汚染に対して十分に注意する必要があります。