

フレイムレス原子吸光法による水道水中カドミウムの分析 Determination of Cadmium in the Tap Water by Flameless AA

はじめに

Introduction

「水質基準に関する省令等の一部を改正する省令」（厚生労働省令第十八号）（2010年2月17日）より、水道水中カドミウムの基準が、0.01 mg/L以下から、0.003 mg/L以下に改正されました。この基準は、2010年4月1日から施行されています。

分析方法としては、従来の4つの方法のうちフレイム原子吸光法が削除され、以下の3つの分析方法が採用されています。

1. フレイムレス原子吸光法
2. ICP発光分光分析法
3. 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認証標準物質であるJAC 0302河川水標準物質（添加）と水道水に基準値の1/10相当濃度のカドミウムを添加したものをフレイムレス原子吸光法で分析した例を紹介します。また、便利な自動希釈再測定機能をご紹介します。

T. Kawakami

装置と測定条件

Apparatus and Analytical Condition

Table 1に用いた装置と主な測定条件を示します。

Table 1 フレイムレス原子吸光法の分析条件
Analytical Condition of Flameless AA

装置	本体 AA-7000 原子化部 GFA-7000 オートサンプラ ASC-7000 ASK-7000
分析波長	228.8 nm
スリット幅	0.7 nm
電流値	8 mA
点灯モード	BGC-D2
チューブタイプ	パイロ化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25 μ L）
温度プログラム	乾燥 120 $^{\circ}$ C 灰化 500 $^{\circ}$ C 原子化 1800 $^{\circ}$ C クリーニング 2400 $^{\circ}$ C
標準液濃度	上限濃度0.0012 mg/L（1.2 μ g/L）
干渉抑制剤	硝酸パラジウム水溶液5 μ L （パラジウムとして100 ppm含有）

測定結果

Results

Fig. 1に検量線を示します。検量線の作成は、オートサンプラの自動希釈、添加機能を用いて行っていますので、オートサンプラに、希釈液、標準液の原液（2 ppb）、干渉抑制剤（硝酸パラジウム水溶液）をセットするだけで、検量線の作成が可能です。Table 2にオートサンプラによる標準液の調合条件を示します。濃度は、試料注入量20 μ L中での値です。Fig. 2に標準液のピークプロファイルを示します。

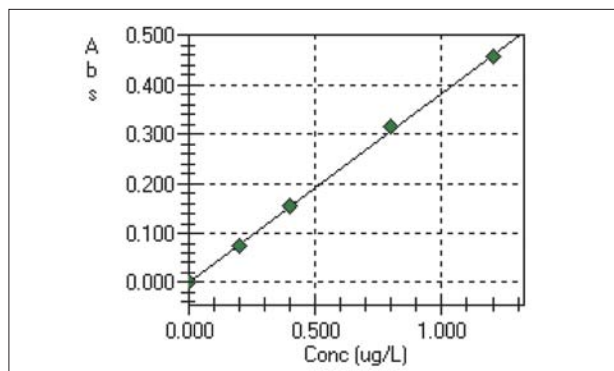


Fig. 1 カドミウムの検量線
Calibration Curve of Cadmium

Table 2 標準液の調合条件
Mixing Condition of Standard Solution

濃度	希釈液	2 ppb	硝酸パラジウム	合計注入量
ブランク	20 μ L	0 μ L	5 μ L	25 μ L
0.2 ppb	18 μ L	2 μ L	5 μ L	25 μ L
0.4 ppb	16 μ L	4 μ L	5 μ L	25 μ L
0.8 ppb	12 μ L	8 μ L	5 μ L	25 μ L
1.2 ppb	8 μ L	12 μ L	5 μ L	25 μ L

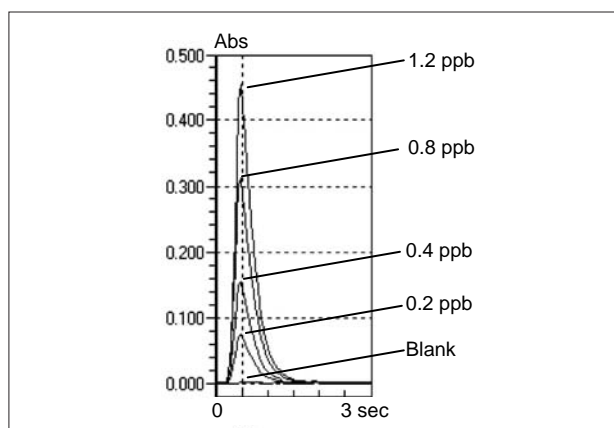


Fig. 2 標準液のピークプロファイル（抜粋）
Peak Profile of Standard

Table 3に測定結果を示します。河川水標準物質では認証値と一致した結果が得られています。水道水に基準値の1/10相当濃度を添加した試料も、真度、精度ともに良

Table 3 測定結果
Measurement Result

	認証値	測定値	%RSD
河川水標準物質 (添加)	0.00101 mg/L	0.00100 mg/L	2.0 %
水道水 (無添加)	—	<0.00002 mg/L	—
水道水 (添加)	—	0.00031 mg/L	2.3 %

測定値は、5回の繰返し測定の平均値です。
%RSDは5回の繰返し測定の値から算出しています。

AA-7000のオートサンブラ (ASC-7000+ASK-7000) には、自動希釈再測定機能が装備されています。この機能を用いると、未知試料の濃度が、設定された上限を超えた場合、自動的に採取量を減らして再測定を行うことが可能です。Fig. 4に自動希釈再測定の設定画面を示します。未知試料上限濃度を入力し、自動希釈再測定をチェックすると、設定した上限濃度を越えた試料を測定した場合は、自動的に試料採取量を減らして再測定を行います。Table 4

好な結果が得られています。Fig. 3にそれぞれの試料のピークプロファイルをそれぞれ示します。

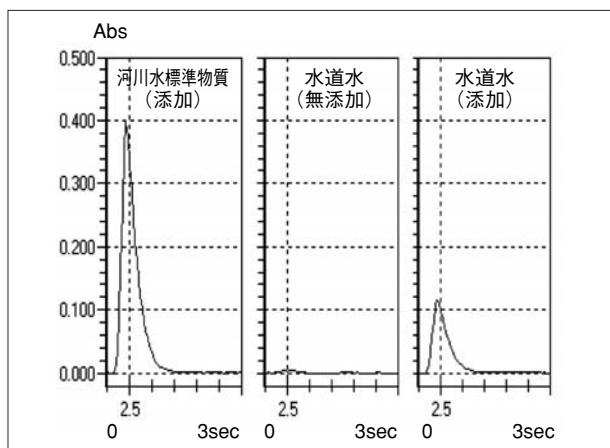


Fig. 3 サンプルのピークプロファイル (抜粋)
Peak Profile of Samples

に自動希釈再測定の例を示します。この例では、上限濃度を1.2 ppbと設定し、5 ppb標準液を未知試料として測定しています。1回目の測定で上限濃度を越えたので、自動的に試料注入量を20 μ Lから3 μ Lに減じて、再測定を行っています。自動希釈再測定による希釈倍率は自動希釈の欄に自動的に入力され、実濃度欄に反映されます。この自動希釈再測定機能を用いることにより、分析者による再測定の手間を軽減することが可能です。

Fig. 4 自動希釈再測定の設定画面
Setting for Automatic Dilution Remeasurement

Table 4 自動希釈再測定の例
An Example of Automatic Dilution Remeasurement

動作	サンプルID	除外	濃度	吸光度	位置	試料量	希釈液	硝酸パラジウム	合計	希釈倍率	自動希釈	実濃度	実濃度単位
UNK1	5 ppb	X	3.475	1.332	6	20	0	5	25	1		3.47	ppb
UNK1-1	5 ppb		0.765	0.294	6	3	17	5	25	1	6.67	5.10	ppb
UNK1-2	5 ppb		0.757	0.291	6	3	17	5	25	1	6.67	5.05	ppb
UNK1-3	5 ppb		0.741	0.284	6	3	17	5	25	1	6.67	4.94	ppb
UNK1-4	5 ppb		0.727	0.279	6	3	17	5	25	1	6.67	4.85	ppb
UNK1-5	5 ppb		0.766	0.294	6	3	17	5	25	1	6.67	5.11	ppb
UNK1-AV	5 ppb		0.751	0.289	6	3	17	5	25	1	6.7	5.01	ppb

初版発行：2010年7月
A改訂版発行：2010年11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。