

Application News

No. A479

光吸収分析
Spectrophotometric Analysis

キレート樹脂固相抽出法を用いた模擬海水と精白米中の重金属 (Cd, Pb) のフレイム分析

Measurement of Cadmium (Cd) and Lead (Pb) in Sea Water and Rice with Chelating Polymer Solid Phase Extraction Technique by Flame AA

はじめに

Introduction

平成 25 年 (2013) に改正された工場排水試験方法 (JIS K 0102) において、キレート樹脂を用いた固相抽出法が Cu, Zn, Pb, Cd, Fe, Ni, Co の前処理法として新たに採用されました。この処理を用いることにより、測定元素を、妨害成分となるナトリウム、カリウム、マグネシウム、カルシウムなどから分離濃縮することが可能です。同様の目的でキレート試薬を用いた溶媒抽出法が従来から採用されていますが、キレート樹脂による固相抽出法には、溶媒使用量、汚染の低減、処理操作の簡便化が図れるなどのメリットがあります。

ここでは模擬海水と精白米の分解液中の Cd と Pb を、市販のキレート樹脂カートリッジを用いた固相抽出処理を行い、AA-7000 のフレイム法で測定した分析例をご紹介します。

T. Kawakami

前処理

Sample Preparation

模擬海水はそのままをサンプル原液としました。精白米は 2 g をビーカにはかり取り、硝酸と過塩素酸を加えて、ホットプレート上で加熱分解を行いました。冷却後にろ過を行い、ろ液を 100 mL としたものをサンプル原液としました。

サンプル原液 100 mL に対して、pH 調整 (約 pH 5.6) を行いました。このサンプル溶液をコンディショニングを行ったキレート樹脂に通液し、測定元素をキレート樹脂に捕捉しました。今回用いたキレート樹脂は、pH 5.6 付近では、Cd, Pb などは捕捉しますが、Na, K, Mg, Ca などは捕捉しません。キレート樹脂を純水で洗浄後、3 mol/L 硝酸溶液 5 mL を通液して捕捉された元素を溶出し、10 mL にメスアップしたものを測定溶液としました。キレート樹脂のコンディショニングとサンプル溶液の抽出処理のフローを Fig. 1 と 2 に示します。捕捉元素の pH 依存性、用いる試薬の種類や濃度などを用いるキレート樹脂により異なるので、メーカーの説明書を参考にする必要があります。

抽出処理の妥当性評価のために、抽出処理前に標準液をサンプル溶液に添加し同様の処理を行い添加回収試験溶液としました。添加濃度は模擬海水にカドミウム 0.01 mg/L、鉛 0.1 mg/L、米には固体中換算でカドミウム 0.2 mg/kg、鉛 2 mg/kg となるように調製しました。

アセトン 5 mL を通液
↓
3 mol/L 硝酸 10 mL を通液
↓
純水 20 mL を通液
↓
0.1 mol/L 酢酸アンモニウム 10 mL を通液

Fig. 1 キレート樹脂のコンディショニングフロー
Conditioning of Chelating Cartridge

pH 調整済のサンプル溶液 100 mL を通液
↓
純水 20 mL を通液 (洗浄)
↓
3 mol/L 硝酸 5 mL を通液 (溶出)
↓
純水で 10 mL にメスアップ
↓
フレイム AA で分析

Fig. 2 キレート樹脂によるサンプル溶液の抽出処理フロー
Chemical Separation of Sample Solution with Chelating Cartridge

測定方法と条件

Analysis Method and Conditions

測定は検量線法で行いました。標準液は市販の原子吸光用の標準液を希釈して調製しました。

装置の主な測定条件を Table 1 に示します。

Table 1 装置の主な測定条件
Instrument Measurement Parameters

	Cd	Pb
分析波長	228.8 nm	283.3 nm
スリット幅	0.7 nm	
点灯モード	BGC-D2	
フレイムタイプ	Air-C ₂ H ₂	

■測定結果とまとめ

Results and Conclusion

Fig. 3 と 4 に Cd と Pb の検量線を示します。標準液は測定試料と硝酸濃度が同等になるように添加して調製しました。

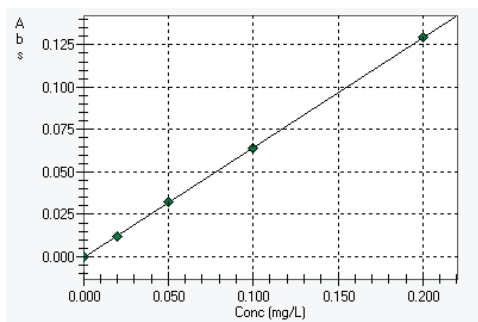


Fig. 3 Cd の検量線
Calibration Curve of Cd

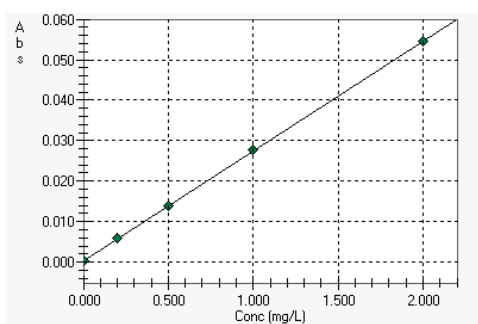


Fig. 4 Pb の検量線
Calibration Curve of Pb

①模擬海水の測定結果

Table 2 に元の模擬海水中の Na と Mg 濃度と抽出液中の Na と Mg 濃度を示します。Na, Mg ともに抽出液中濃度は元の模擬海水の 1/1000 以下であり、効率よく妨害成分を除去できていることがわかります。

Table 3 に Cd と Pb の測定結果を示します。濃縮効果により、フレーム法でも低濃度まで定量可能でした。また添加回収率は 95 % 以上であり良好な結果でした。Fig. 5 に積算時の吸光度を示します。

Table 2 抽出処理前後の模擬海水中の Na と Mg の濃度
Na and Mg Concentration of Original Sea Water and Extracted Sea Water

元素	原液中	抽出液中
Na	10000 mg/L	2 mg/L
Mg	1300 mg/L	0.6 mg/L

Table 3 模擬海水中 Cd と Pb の測定結果
Measurement Results of Cd and Pb in Sea Water

元素	Cd	Pb
模擬海水	0.0017 mg/L	<0.02 mg/L
添加回収率	98 %	95 %
定量下限 (*)	0.0007 mg/L	0.02 mg/L

(*) 定量下限は、海水 100 mL に対してキレート樹脂固相抽出処理を行い 10 mL にしたものを測定した場合に、吸光度 0.004 を与える海水中的濃度

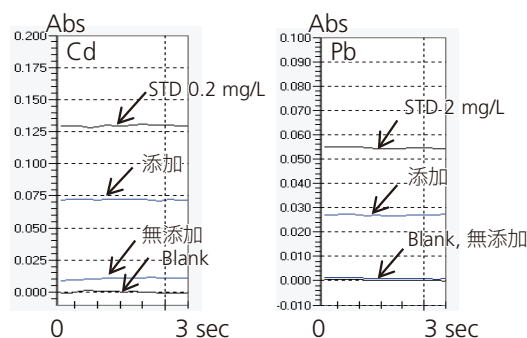


Fig. 5 積算時の信号 (模擬海水)
Signal of Cd and Pb in Sea Water and Standard

②精白米の測定結果

Table 4 に試料の測定結果を示します。添加回収率は良好な値が得られました。カドミウムの場合、食用米の国内基準である 0.4 mg/kg の 10 分の 1 以下まで定量可能でした。

Fig. 6 に積算時の吸光度を示します。

Table 4 精白米中 Cd と Pb の測定結果
Measurement Results of Cd and Pb in Polished Rice

元素	Cd	Pb
精白米	0.03 mg/kg	<0.4 mg/kg
添加回収率	95 %	98 %
定量下限 (*)	0.03 mg/kg	0.8 mg/kg

(*) 定量下限は、精白米 2 g を分解処理後、キレート樹脂固相抽出処理を行い 10 mL にしたものを測定した場合に、吸光度 0.004 を与える精白米中の濃度

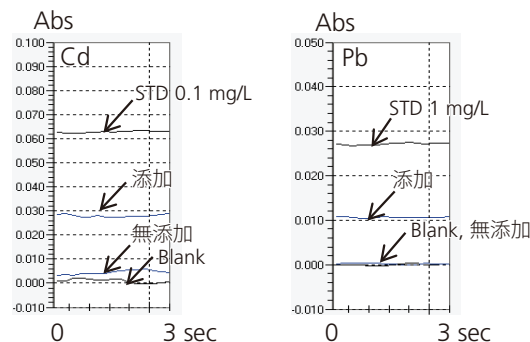


Fig. 6 積算時の信号 (精白米)
Signal of Cd and Pb in Polished Rice and Standard

前処理法としてキレート樹脂による固相抽出法を用いることにより、簡便な操作で、妨害成分の除去、測定元素の濃縮が可能になり、溶媒抽出処理を行った場合と同等の高感度な測定が可能になります。また、得られる処理液は、硝酸水溶液なので、フレーム原子吸光だけでなく、電気加熱原子吸光法、ICP 発光分析法、ICP 質量分析法などにも使用できます。

AA-7000 シリーズには、フレーム法、電気加熱法の専用機だけではなく、両方の原子化法を自動切換え可能なタイプもラインナップしており、幅広いニーズに対応することができます。