

Application News

No. J104

ICP 発光分光分析 Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry

飲料水中多元素分析：ICPE-9820

Analysis of Multi-Elements in Drinking Water by ICPE-9820

はじめに

Introduction

成人が通常摂取する水分量は、一日あたり2リットルと言われ、そのほとんどは、水道水やミネラルウォーターなどの「飲料水」です。飲料水は、各国の規制により、安全性の検査を行う必要があります。検査項目には、ナトリウム (Na)、カルシウム (Ca) など mg/L 以上の元素から、鉛 (Pb)、カドミウム (Cd) など $\mu\text{g/L}$ 以下の微量元素まで、多くの項目が対象となります。

今回、島津マルチタイプ ICP 発光分光分析装置 ICPE-9820 と超音波ネブライザーを用い、水道水の原水として用いられる河川水の分析を行いました。ICPE-9820 は、微量から高濃度までを一斉に測定できる軸/横観測自動切り替え機能と、全元素・全波長を一斉に取得できる最新の CCD 検出器により、多元素・多検体の分析スループットを向上します。さらに、ランニングコストを低減するシステムで、ラボの生産性を高めます。

S. Hashimoto

試料

Sample

河川水認証標準物質 JSAC 0301-1 (無添加), 0302 (添加)
(社団法人日本分析化学会認証)

試料の前処理

Sample Preparation

検水 50 mL に硝酸 5 mL を加え、加熱溶解しました。放冷後、内標準元素として Y (イットリウム) を 0.5 mg/L とするように添加し、50 mL に定容し試験溶液としました。

装置と測定条件

Instrument and Analytical Conditions

測定には、島津マルチタイプ ICP 発光分光分析装置 ICPE-9820 と超音波ネブライザー UAG-1 を用いました。

測定条件を Table 1 に示します。

Table 1 測定条件
Analytical Conditions

装置	: ICPE-9820
高周波出力	: 1.2 kW
	: 1.0 kW (UAG-1)
プラズマガス流量	: 10 L/min
補助ガス流量	: 0.6 L/min
キャリアーガス流量	: 0.7 L/min
試料導入	: ネブライザー 10 超音波ネブライザー (UAG-1)
チャンパー	: サイクロンチャンパー
プラズマトーチ	: ミニトーチ
観測方向	: 軸 (AX) / 横 (RD)

ICPE-9820 は、高感度な軸方向観測 (AX) と高濃度分析に適した横方向観測 (RD) を自動で切換えて測定できることから、希釈操作を行うことなく同一溶液で、微量元素と高濃度元素を一斉分析できます。

例) 高濃度の Na を軸方向観測で測定した場合、検量線の直線性が得られないため、試料の希釈を行う必要があります。これに対し、横方向観測では、高濃度領域まで良好な直線性が得られ、希釈せずに分析が行えます。Fig. 1 に Na (最大 200 mg/L = 水道水質基準値) の検量線を示します。

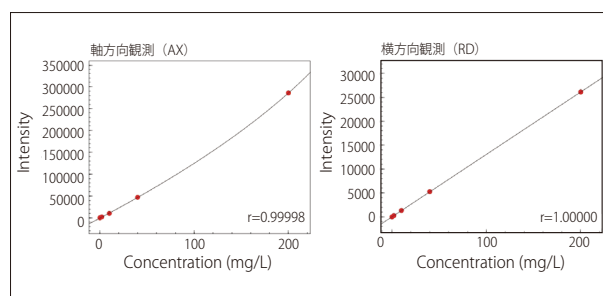


Fig. 1 Na 588.592 nm の軸方向観測、横方向観測による検量線 (最大濃度 200 mg/L)
Calibration Curves of Na 588.592 nm with Axial View and Radial View (Maximum Concentration 200 mg/L)

また、Ar ガス消費を抑えるミニトーチ、待機時のガス・電力消費を抑える Eco モード、ページガスが不要な真空分光器の採用により、従来の ICP に比べ、ランニングコストを大幅に低減します。

分析

Analysis

検量線法 - 内標準法で定量分析を行いました。

B, K, Na, Ca, Mg の測定にはネブライザー 10 を、それ以外の微量元素の測定には超音波ネブライザー UAG-1 を試料導入に用いました。

[参考資料]

- 1) 水質基準に関する省令(平成 15 年 5 月 30 日厚生労働省令第 101 号, 平成 23 年 1 月 28 日改正 厚生労働省令第 11 号)
- 2) 水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法 (平成 15 年 7 月 22 日厚生労働省告示第 261 号, 平成 26 年 3 月 31 日改正 厚生労働省告示第 147 号)
- 3) National Primary Drinking Water Regulations: US-EPA(2012)

■分析結果

Analytical Result

Table 2 に分析結果を示します。また、日本の水道水質基準値と US-EPA による飲料水最大限度値 (MCL) を示します。Fig. 2 に、Cd, Cr, Pb のスペクトル線プロファイルを示します。定量値は、基準値以下の微量濃度であっても、認証値と一致した良好な結果が得られました。検出限界は、全ての元素で各基準値の 1/10 以下であり、十分な感度を有しています。

■まとめ

Conclusion

ICPE-9820 を用いることにより、飲料水中の微量から高濃度までの多くの元素を正確に、かつ効率よく低コストで測定することができます。

Table 2 河川水の分析結果
Analytical Results of River Water

元素名	水道法水質基準値	EPA飲料水最大限度値	検出限界	導入法	試料:JSAC0301-1		試料:JSAC0302	
					定量値	認証値	定量値	認証値
単位 (µg/L)								
Al	200	200	0.1	UAG	19.8	19.0±0.9	66.3	67±1
B	1000		0.2	STD	8.8	8.6±0.3	59.6	59±1
Ba	700**	2000	0.002	UAG	0.62	0.60±0.02	0.60	0.60±0.01
Be		4	0.004	UAG	<		0.98	0.99±0.04
Cd	3	5	0.02	UAG	<	0.002±0.0007	1.02	1.01±0.01
Cr ⁶⁺	50	100	0.04	UAG	0.2	0.15±0.01	10.2	10.1±0.2
Cu	1000	1300	0.1	UAG	0.6	0.57±0.07	10.4	10.3±0.2
Fe	300	300	0.02	UAG	4.9	4.7±0.3	56.3	56±1
Mn	50	50 ***	0.006	UAG	0.12	0.125±0.007	5.1	5.0±0.1
Mo	70**		0.1	UAG	0.4	0.38±0.01	0.4	0.38±0.01
Ni	10*		0.05	UAG	<		10.1	9.9±0.2
Pb	10	15	0.3	UAG	<	0.005 (参考値)	10.2	10.1±0.2
Zn	1000	5000 ***	0.04	UAG	0.2	0.19±0.03	10.1	10.2±0.3
単位 (mg/L)								
K			0.001	STD	0.56	0.57±0.02	0.58	0.57±0.01
Na	200		0.0005	STD	4.35	4.4±0.1	4.35	4.33±0.07
Mg	硬度: 300		0.00001	STD	2.82	2.85±0.04	2.84	2.83±0.03
Ca		250 ***	0.00001	STD	12.2	12.0±0.2	12.3	12.2±0.2

Cr⁶⁺: 総クロムとして測定

*: 目標設定項目, **: 要検討項目, ***: National Secondary Drinking Water Regulations

検出限界: 検量線ブランクを 10 回繰返し測定し求めた標準偏差の 3 倍濃度

<: 検出限界未満

UAG: 超音波ネブライザー (UAG-1), STD: ネブライザー 10

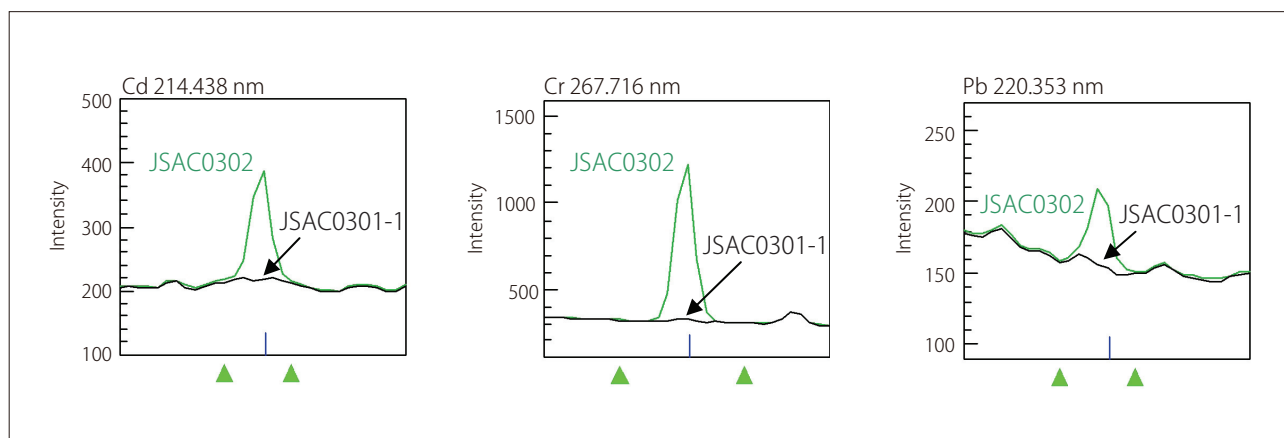


Fig. 2 河川水のスペクトル線プロファイル
Spectral Profiles of River Water

株式会社 島津製作所

分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行: 2014年8月

島津コールセンター ☎ 0120-131691
(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/solnavig/solnavig.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。