

プラズマ発光分析法のための
分子認識固相分離剤を中心とした
分光干渉の除去、検出感度の向上技術

○古庄義明、辻登(ジールサイエンス)



背景と目的



有用金属資源の枯渇、リサイクル技術の需要増大

高マトリックス試料中の微量元素測定需要増加

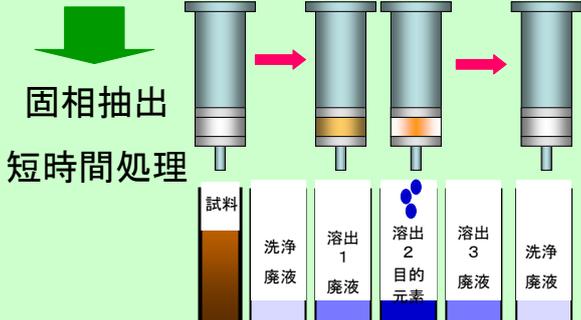
分光干渉、化学干渉、物理干渉の緩和



高選択性分子認識固相抽出を用いた前処理法の開発



オープンクロマト管処理(長時間処理)



無機分析で適用される分離剤

逆相系

SDB系ポリマー

有機金属分離
有機物除去

イオン交換系

カチオン、アニオン

Cr(III)、Cr(VI)
As(III)、As(V)

キレート樹脂系

イミノ二酢酸基

2⁺、3⁺カチオン
Na、K、Cl、Ca、Mg除去

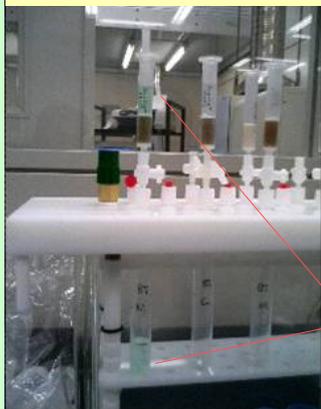
分子認識系

シリカ系、ポリマー系

重金属単離
貴金属精製
ハロゲン分離

導入事例 ニッケルメッキ液中のPbの抽出

ex) MetaSEP AnaLig® Pb



AnaLig Pb-01 is highly selective for Pb collection

Conditioning : H₂O

Sample Loading : pH 0 - 9.5

Rinse 1st : H₂O

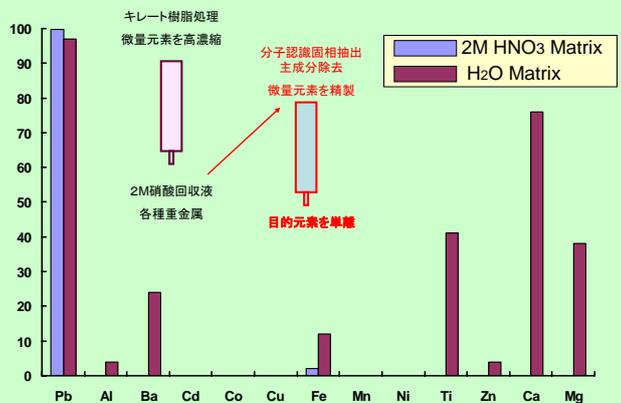
Rinse 2nd : 0.1-1.0M HNO₃

Elution : 0.03M EDTA

Quantitative removal of Ni from sample

分子認識固相 MetaSEP AnaLig Pb-02 使用時

2M硝酸と水マトリックス下における各元素の回収選択性の評価



検討した無電解Niメッキ液実試料と検討結果

● Pb無添加無電解メッキ液とPb添加試料の検討

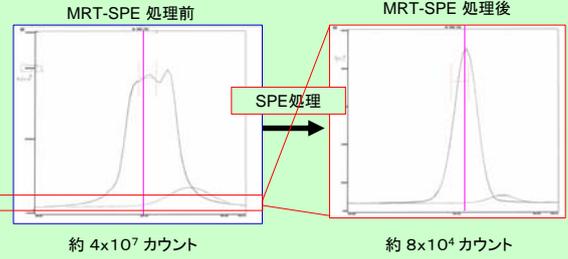
- A 新液Pb無添加液
- B 新液Pb無添加液A+Pb 1ppm添加

● 参考試料データ(実際の老化液と老化想定液の検討)

- C 実際の老化液(Pb含有)
- D 老化想定液(Pb非含有)
- E 老化想定液Pb非含有D+Pb 1ppm

添加回収試料	Pb 測定波長 nm	
	217.000 nm	220.353 nm
B. 新液	105 %	108 %
E. 老化想定液	98 %	100 %

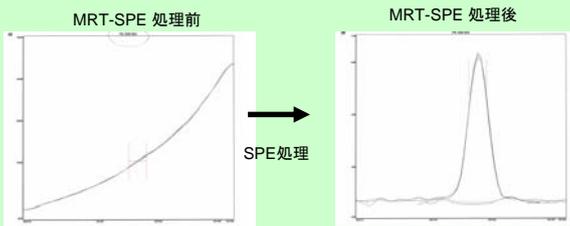
導入事例2 : Al中Pb測定 分光干渉 除去効果



蛍光カウントで約500分の1に。面積では、1000分の1程度の除去効果が確認できた

Al 396.152nm におけるモニター

導入事例2 : Al中Pbの回収効果

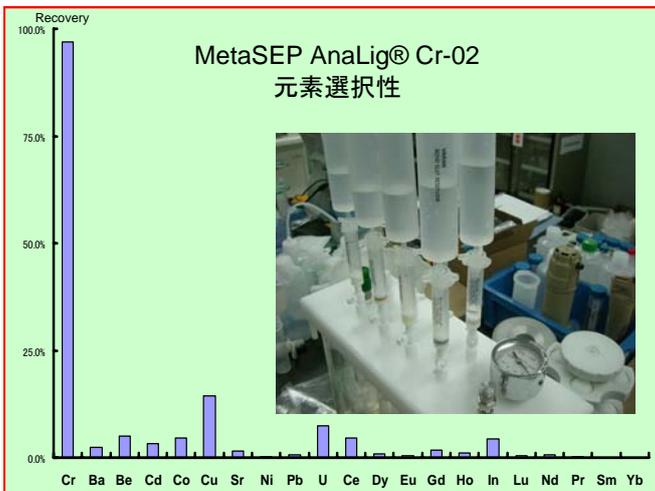
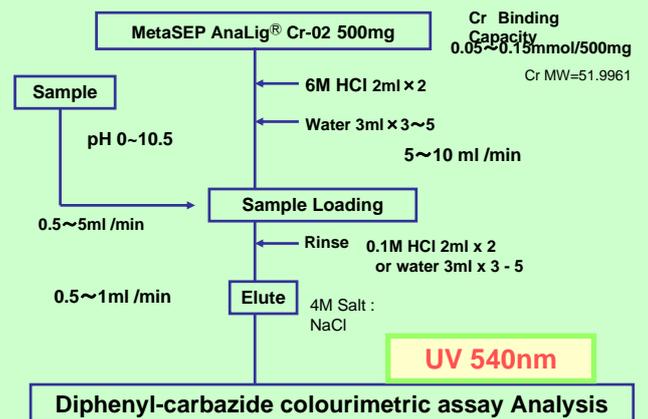


巨大なAlのピークが右側にあり、Pbピークは検出されないが、固相抽出処理を行うことにより、Pbピークが出現する

Alレーキ色素パウダーに2ppmなるようにPbを添加し、硝酸分解後6倍希釈して、一定量をSPE処理した。

Pb 220.353nm におけるモニター

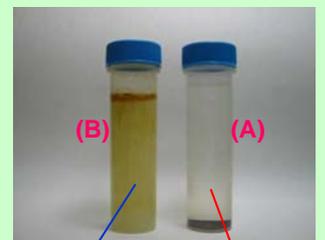
導入事例3 : Cr(VI)選択抽出



工場廃液中のCr(VI)の選択的抽出例

Recovery test results

	AN-02	Cr-02
Spiked Sample 100ppb	100.6	97.9
A) Wasted Water Plasma Polishing Spiked 1ppm	91.5	96.9
B) Wasted Water Drill Polishing Spiked 1ppm	89.2	78.1



B) Wasted water from drill polishing procedure

A) Wasted water from plasma treatment procedure



Non-SPE B) sample

Standard After SPE treatment

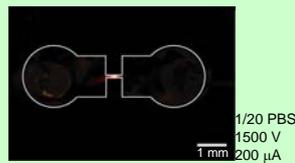
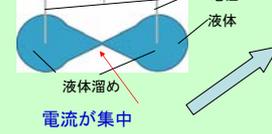
導入事例4: 高塩濃度 調味料への適用例

測定波長	元素	(nm)	InertSep ME-1 回収率%			MetaSEP Pb-02 回収率%			参考値		
			蓄溜	ゾース	検出	蓄溜	ゾース	検出	蓄溜	ゾース	検出
軸	Cd	228.802	98%	99%	98%	0.0%	0.0%	0.0%	0.05	0.05	0.025
軸	Cd	214.440	100%	101%	100%	0.0%	0.0%	0.0%	0.05	0.05	0.025
軸	Cd	226.502	100%	102%	99%	0.0%	0.0%	0.0%	0.05	0.05	0.025
軸	Pb	220.353	90%	90%	99%	113%	93%	133%	0.05	0.05	0.025
軸	Pb	217.000	79%	106%	80%	119%	94%	147%	0.05	0.05	0.025
軸	Pb	261.418	87%	95%	90%	116%	94%	141%	0.05	0.05	0.025
ラジアル	Na	589.592	0.001%	0.001%	0.007%	1.1%	0.2%	3%	3054	1722	1430
ラジアル	Na	588.995	0.001%	0.001%	0.007%	1.1%	0.2%	3%	3054	1722	1430
軸	K	766.490	0.003%	0.005%	0.014%	-	-	37%	232	174	93
軸	Mg	285.213	0.7%	0.8%	1.4%	0.02%	0.01%	0.02%	37.4	19.2	16.2
軸	Mg	279.077	0.7%	0.8%	1.5%	0.02%	0.01%	0.02%	37.4	19.2	16.2
軸	Ca	317.933	10.7%	8.4%	7.7%	3.5%	0.2%	7.9%	11.5	35.1	17.0
軸	Ca	315.887	10.6%	8.4%	7.7%	3.3%	0.2%	7.9%	11.5	35.1	17.0
軸	P	213.617	0.01%	0.02%	0.02%	0.03%	0.05%	0.01%	91.8	14.9	45.8
軸	P	214.914	0.06%	-0.03%	0.01%	0.03%	0.07%	0.02%	91.8	14.9	45.8

導入事例5: 液体電極プラズマ発光分析への適用

液体電極プラズマ

DC voltage 200~1500V



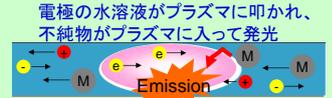
溶液が局部的に過熱され沸騰



液体を電極にしてプラズマが発生



電極の水溶液がプラズマに叩かれ、不純物がプラズマに入って発光

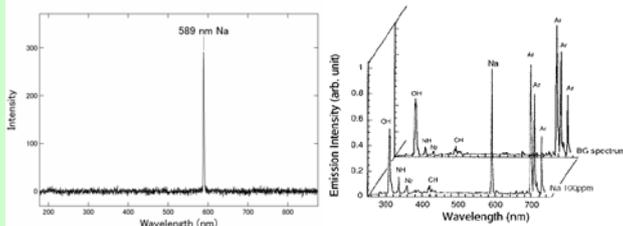


噴霧器、プラズマガス、大電力不要

液体電極プラズマ発光の特徴

本法によるスペクトル

従来法 (microICP) によるスペクトル



T. Ichiki, 2002.

低いバックグラウンド・高い感度 ← プラズマガスがない希釈されていない

ポータブル液体電極プラズマ発光元素分析装置

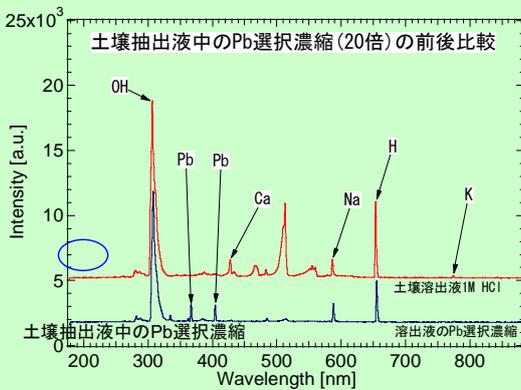


- 単独動作
- 分光器内蔵
- 6元素 x 4条件
- 検出限界: 0.1~100ppm
- 測定セルをセットしてスタートを押すだけの簡単操作
- 各種安全装置内蔵

寸法 205(L)x115(W)x113(H)mm
重量 約1400g
電源 乾電池またはACアダプター

1. 安全対策
2. 量産性
3. 拡張性
4. 操作性
5. デザイン

Pb-01カートリッジ 分離・濃縮効果



まとめ

- 分子認識ゲルを利用することにより選択的要素の捕捉が可能
- 分子認識ゲルに捕捉後のPbは低濃度EDTAを用いて回収
- Pb捕捉性能は、MetaSEP Pb-01 > MetaSEP Pb-02
- Cr-02捕捉後のCr(VI)は4M酸あるいは4M NaClで回収可能
- 本手法により発光分析における各種干渉影響の除去効果あり
- マトリックス除去、および、元素濃縮のより高マトリックス試料に対応