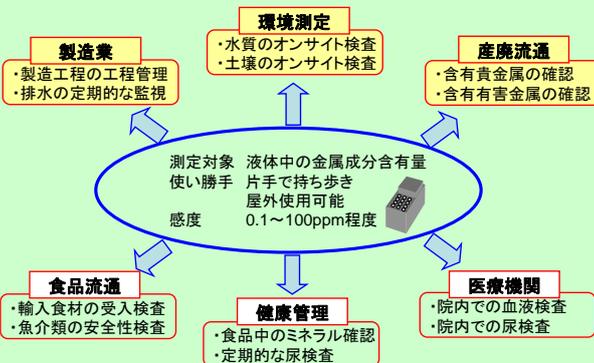


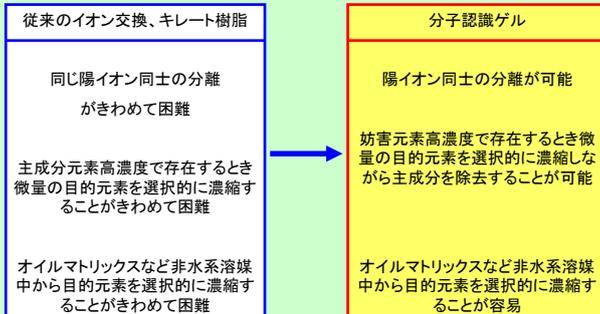


## ポータブル元素検出装置可能性



多くの市場での活用を期待できる

## 分子認識ゲルの特長



## 土壌中ヒ素迅速検出法 検討手法



土壌抽出時間の短縮化



ノンメタルブロックによる加熱抽出

土壌抽出時間の短縮化



マイクロ波による簡易抽出



振とう抽出



フィルターろ過



固相抽出法による夾雑物の除去と対象元素の濃縮

## 検討した固相抽出カートリッジ

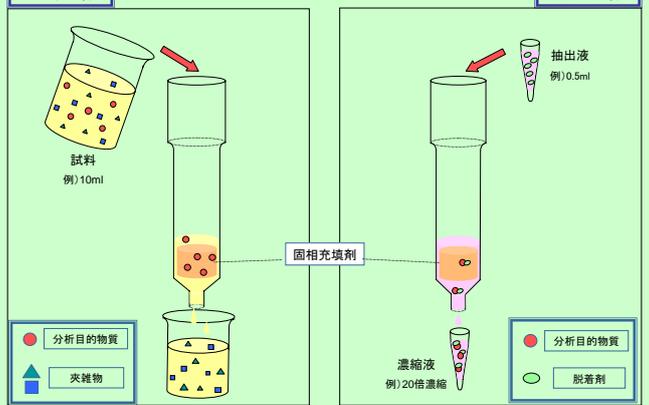


MetaSEP AnaLig Pb-01 50mg/15mL

## 固相抽出イメージ

1. 吸着

2. 脱着



## 検討した固相抽出行程

評価カートリッジ MetaSEP AnaLig Pb-01、Pb-02

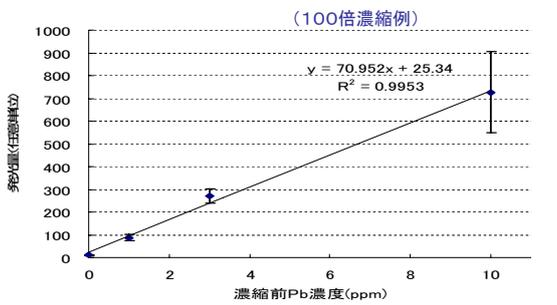
Step	Function	Solution	Volume	Flow Rate
1	Rinse	0.1M HNO <sub>3</sub>	3ml	5ml/min
2	Rinse	H <sub>2</sub> O	12ml	10ml/min
3	Rinse	0.03M EDTA · NH <sub>4</sub>	3ml	10ml/min
4	Condition	H <sub>2</sub> O	12ml	10ml/min
5	Retain	sample	10ml × 1 ~ 5	1ml/min
6	Wash 1	H <sub>2</sub> O	5ml	5ml/min
7	Wash 2	0.1M HNO <sub>3</sub>	3ml	5ml/min
8	Wash 3	H <sub>2</sub> O	5ml	10ml/min
9	Elute	0.03M EDTA · NH <sub>4</sub>	0.5 ml × 2	0.5ml/min

ASPEC XLi Injection Rloop Size = 2mL

Flow Rate : 1.0 mL/min

Wash : 15 sec, Stable : 15 sec, measurement 5 sec x 3 times. CV=1.5%

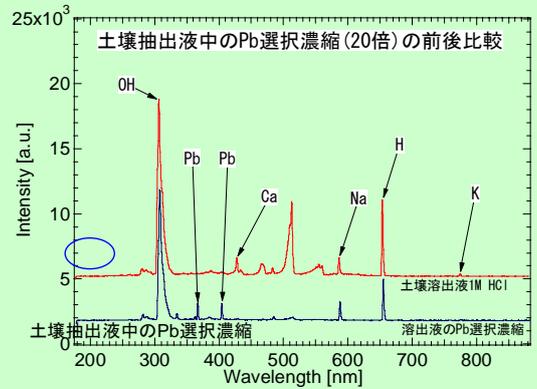
### 固相濃縮を用いた分離・濃縮



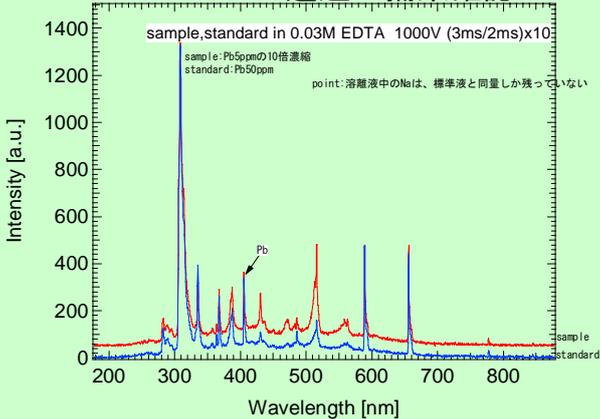
微量サンプルを高速に10~1000倍濃縮処理可能

検出下限 溶液濃度にて0.29ppm 土壌に換算して9.7mg/kg定量下限  
 溶液濃度にて0.65ppm 土壌に換算して22 mg/kg

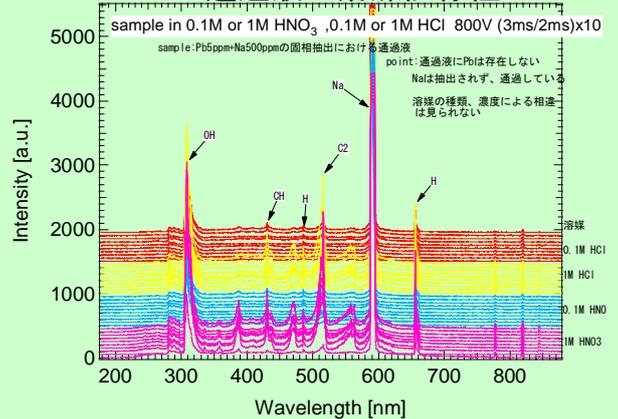
### Pb-01カートリッジ 分離・濃縮効果



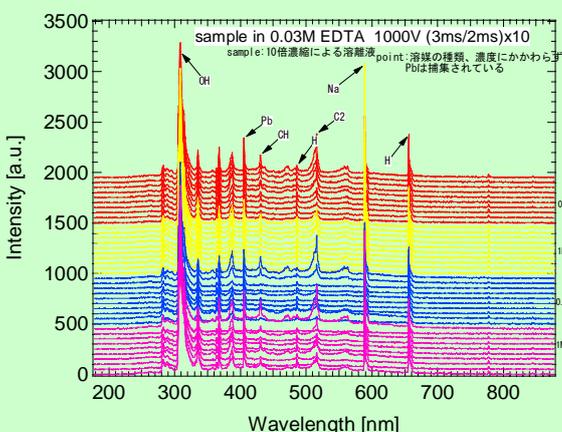
### Pb-01のNaの通過／捕集確認



### Pb-01通過液の溶媒依存性



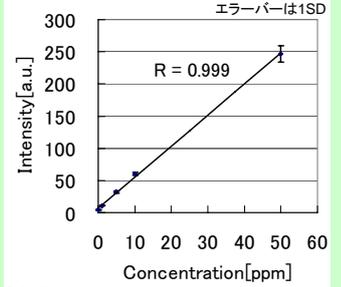
### Pb-01溶出液の原液溶媒依存性



### 汚染土壌のPb濃度の定量

#### 測定条件

試料: 土壌標準サンプル (NMIJ CRM 7302-a No.97)  
 前処理: 試料3gと、85°Cに加熱した1M塩酸50mlを混合後、30分振とう  
 分離剤: Analig Pb-01  
 装置: MH-5000  
 容器: LepiCuve-01  
 印加電圧: 1000 V  
 パルス幅: 3 ms  
 パルス間隔: 5 ms  
 積算: 10パルス x 10 (総パルス数 100)  
 データ数: 5回 / 各濃度



#### 測定結果

試料濃縮液の発光量 143.3±4.5  
 濃縮液の濃度 25.2±0.3 ppm  
 土壌中のPbに換算 81.5±0.9 mg / kg  
 (認証値 82.7±3.8 mg / kg との差は1.5%)

## 自動前処理システムの長所と課題

### 長所

- 分析操作の省力化
- 高倍率濃縮
- 再現性の向上
- コンタミネーションの低減化



前処理一体型元素モニタへのベースとする現有装置  
(左)自動前処理装置(岡山犬、ジーエルサイエンス)  
(右)ハンディ元素分析器(北陸先端大、マイクロエミッション)

### 課題

- 高倍率化のために遊離液の量を抑えると、溶出が不完全になる恐れがある
- 高倍率に濃縮されている少量の液だけを的確に取得することが困難である

### 対策

- 十分な量の遊離液を低速で流しながら、溶出液の濃度を連続的に測定することで、溶出漏れの不安なく、かつ、高倍率に濃縮された部分の濃度を捉えることができる

## 溶出液Pb濃度の時間遷移

### 測定条件

試料: 0.1M硝酸中のPb  
(40ppm, 2.5ml と  
20ppm, 2.5ml)

分離剤: Analig Pb-01

装置: Auto-Pret System  
及び LEP実験機

容器: 石英製流路

流速:  $5 \mu\text{L}/\text{sec}$

印加電圧: 1500 V

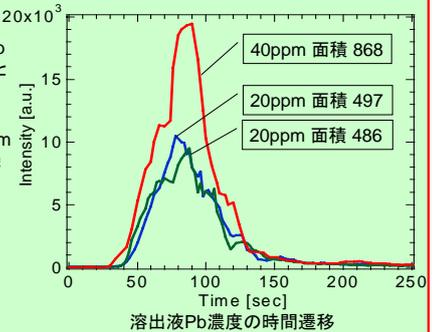
パルス幅: 3 ms

パルス間隔: 5 ms

積算: 10 パルス

測定頻度: 約 2 sec

後処理: 5点平滑



溶出液濃度の時間遷移を捉えられた  
試料濃度を面積で評価できる目処を得た

## まとめ

- ハンディ元素分析器を用いて(濃縮なし)、水溶液中のPbの濃度測定を行った。0-50ppmの範囲で、検量線の直線性は $R=0.999$ 、各濃度の変動係数 $CV$ =約5%、 $LOD$ は1ppmであった。
- 固相抽出剤Pb-01による分離・濃縮の効果を確認し、汚染土壌中のPb測定に用い、認証値との差が1.5%の値を得た。認証値の誤差範囲に含まれている。
- 更なる高濃縮を実現するため、フロー方式で自動前処理システムと直結した溶出液中の濃度ピークを時間の関数として捉えることができ、溶出量の最小化に使える目処が立った。
- 今後は自動前処理システムと液体電極プラズマ発光を一体化し、高倍率濃縮液を直接測定できる装置を開発する。