

固相抽出のフォーマット を有効利用する例

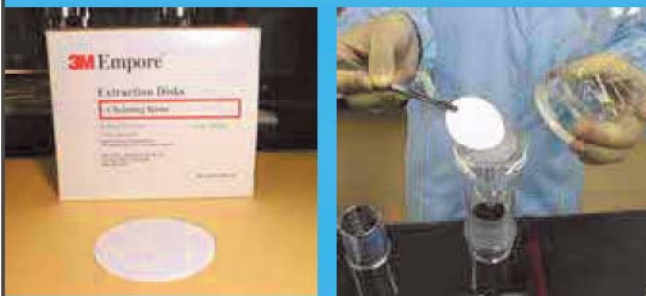
検出器の特性に応じて
前処理剤の形態を選択する

ディスク型固相抽出の利用



膜型構造を生かした便利な利用方法例

ディスク型固相抽出とは？



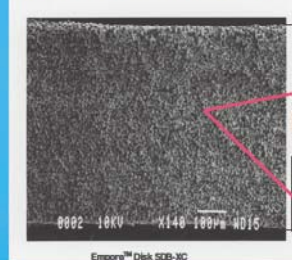
製品紹介：エムポア™ディスク

エムポア™メンブレン

Empore™

Particle-loaded Membrane

Particle/PTE : 90/10
(w/w)
Thickness : 0.5mm
Pore Size : 0.5um
Particle Size : 10um



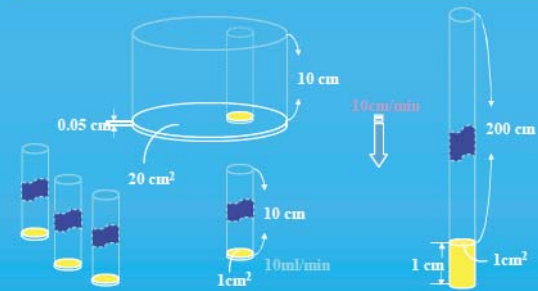
ディスク断面写真

エムポア™ディスク/抽出操作



ディスク型とミニカラム型固相の比較

	ディスク型 (47mm)	ミニカラム型
試料量	200 ml	200 ml
通水速度	200 ml/min	10 ml/min
通水時間	1 min	20 min



機能性濾紙 ディスク型固相と各種検出法

Cr(VI) : ($\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, CrO_4^{2-})


↓

-NH₄⁺


↓

Cr(III) : (Cr^{3+})


強陰イオン交換膜によるCr(VI)の分離



Proposed Procedure



Concentrated on SPE Disks



XRFの検出感度をSPEディスクで補い、選択的分析を行うことが可能

(SII, SEA200, FieldX)

方法

蛍光X線分析では、単位当たりの目的物量が問題となるため、なるべくエムポアディスクの通液面積を狭くする。

ディスクを13mmに切り抜き、ホルダーにセットする。

ブランクが気になる場合は、事前洗浄。

スタンダード添加した精製水を50mL通液した。

ホルダーからアディスクを取り出し、水分を除去した後、蛍光X線分析を行う。



形態別砒素の蛍光X線分析スクリーニング

試料(50mL)

- SDB-XD(13mm) → 疎水性の高い有機砒素
- Anion-SR(13mm) → As(III)


↓

ディスクを取り出す

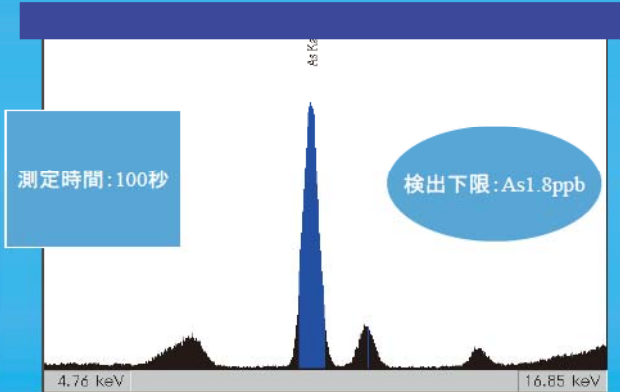
↑

蛍光X線分析

AAS or ICP



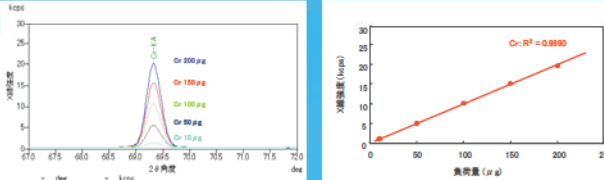
有機砒素(ジフェニルアルシン酸)1ppmのスクリーニング例



測定時間: 100秒

検出下限: As 1.8ppb

ディスク型固相によるCr(VI)検出例



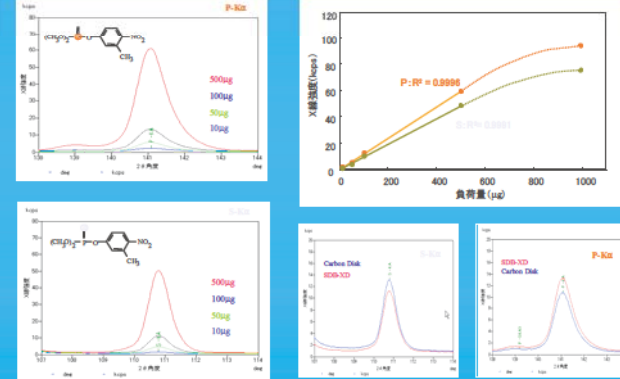
Empore Anion-SR 47mm

- Methanol 10ml
- Water 10ml
- 20% HNO₃ 20ml
- Water 50ml × 2
- (1M NaOH 20ml)
- (Water 50ml × 2)
- Tap Water 1L (50ml/min)

Drying in Oven (100°C, 15min)

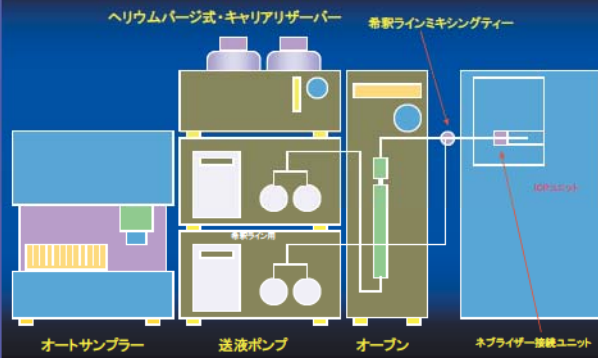
XRF (WDS)

逆相固相抽出ディスクによる有機化合物測定例



ノンメタルHPLC/ICP-MSシステム

ノンメタルHPLCシステム基本構成例



セミマイクロHPLCをICP-MSに接続するときのポイント

セミマイクロカラム対応ノンメタルHPLCを選択する

- ★ ポンプ駆動系、配管関係はすべてノンメタル素材
- ★ 微量成分を分析向けに、セミマイクロ配管(ノンテッドボリューム)を採用
- ★ セミマイクロ分注+純水希釈ラインにより、有機溶媒移動相を利用可能に
- ★ 分析用出口から、ネブライザーへ直接、メンブレンスペースで



GLS Non-Metal Pump PU 701シリーズ

セミマイクロHPLCをICP-AES、ICP-MSに接続するときのポイント

HPLCカラム出口とネブライザーを接続する

- ★ テフロン樹脂などのノンメタル素材
- ★ ワンタッチ式で便利
- ★ 接続部のデッドボリュームには注意する。



ノンメタル配管

カラム出口へ

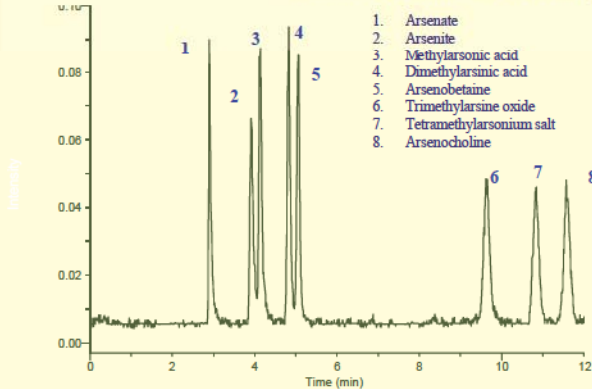
GLS ネブライザー/HPLC接続ユニット

形態分析用HPLCカラム

品名	サイズ
Inertsil AS 色素迅速分析	2.1 x 150 mm
Inertsil AS 色素詳細分析	2.1 x 250 mm
Inertsil AS ガードカラム	10 x 1.5 ml.I.D.
GL-Pack IC-1 Cr, Br, I, As	4.0 x 100 mm
GL-Pack IC-2 色素生体試料	4.0 x 100 mm
GL-Pack IC-3 セレン	4.0 x 100 mm
GL-Pack IC-G ガードカラム	4.0 x 10 mm

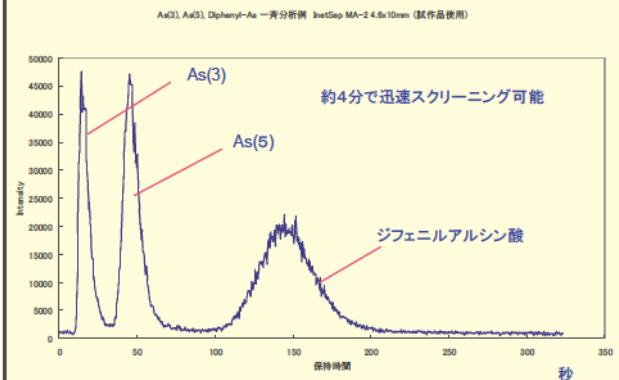
ヒ素化合物 8 成分の一斉分析例

Inertsil AS 3mm 4.6 x 250 mm 使用

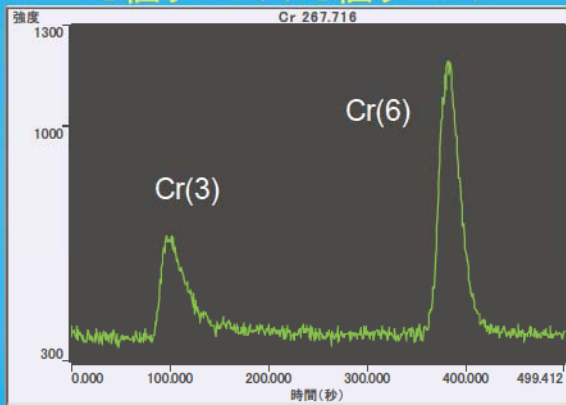


SPE/ICP-MSによるジフェニルアルシン酸と無機ヒ素の分離

GL-Pack IC-2 4.6 x 10 mm(30 μm) 使用



3価クロム+6価クロム



まとめ

- 酸分解と固相抽出を組み合わせる
 - 脱塩濃縮が短時間で可能
 - 選択的な元素イオンの抽出
- 固相抽出分離剤をHPLCカラムで使用
 - オンライン SPE/ICP-MS
 - オンライン HPLC/ICP-MS
 - 形態別分析(スペシエーション)に応用



デジプレップ写真館

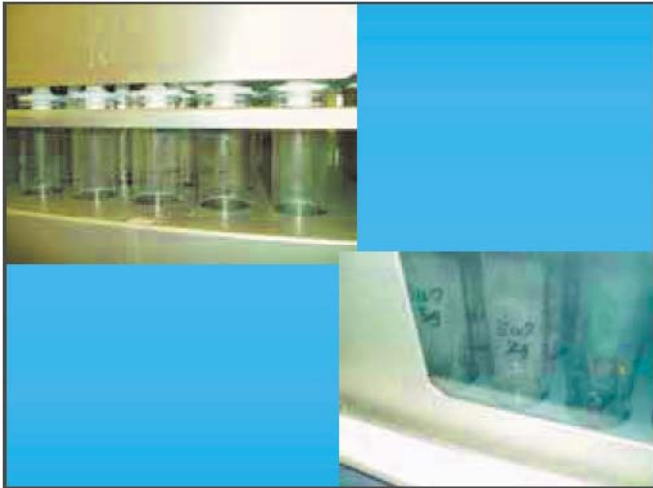


硫酸の量が足りないとき



米サンプル過酸化水素添加直後





過酸化水素処理その3

