

2006年度 分析化学会年会
ポスター P1035

融解法と固相抽出を組み合わせた 材料中の重金属分析

ジーエルサイエンス 無機分析プロダクトチーム

目的

セメントなどの酸分解の難しい試料中の微量金属の測定に対応できる分析法の確立を目的とした。

アルカリ融解法には高周波加熱装置、グラファイトるつぼ、高純度融剤を利用した。

融解法では塩濃度が高くなることにより、測定に弊害を与えることがある。固相抽出により重金属を分離後、測定する方法について検討した。

検討に用いた装置など

融解試薬 Lithium Tetraborate (SCP SCIENCE)
高純度グラファイトるつぼ 20ml (SCP SCIENCE)
高周波加熱装置 TK4100 (東京科学)
ノンメタル加熱ブロック Digi PREP Jr. (SCP SCIENCE)
ノンメタル使い捨て容器 Digi TUBE (SCP SCIENCE)
ポルタンメトリー装置 NanoBand Explorer (Trace Detect)
原子吸光光度計 Z-2000 (日立HT)
分子認識ゲル MetaSEP AnaLig® Pb-02 (GLS)



Digi TUBE



グラファイトるつぼ



Digi PREP Jr.+コントローラー



分子認識ゲル

検討方法

セメント 0.5g

ふるいにかける



グラファイトるつぼ

Lithium Tetraborate 2.0g

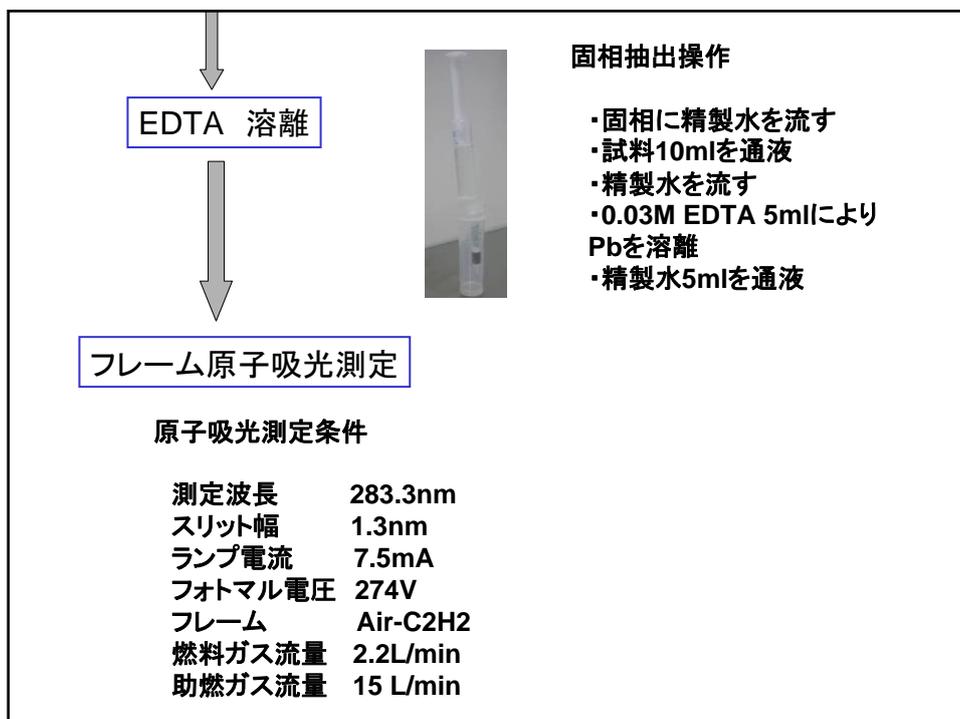
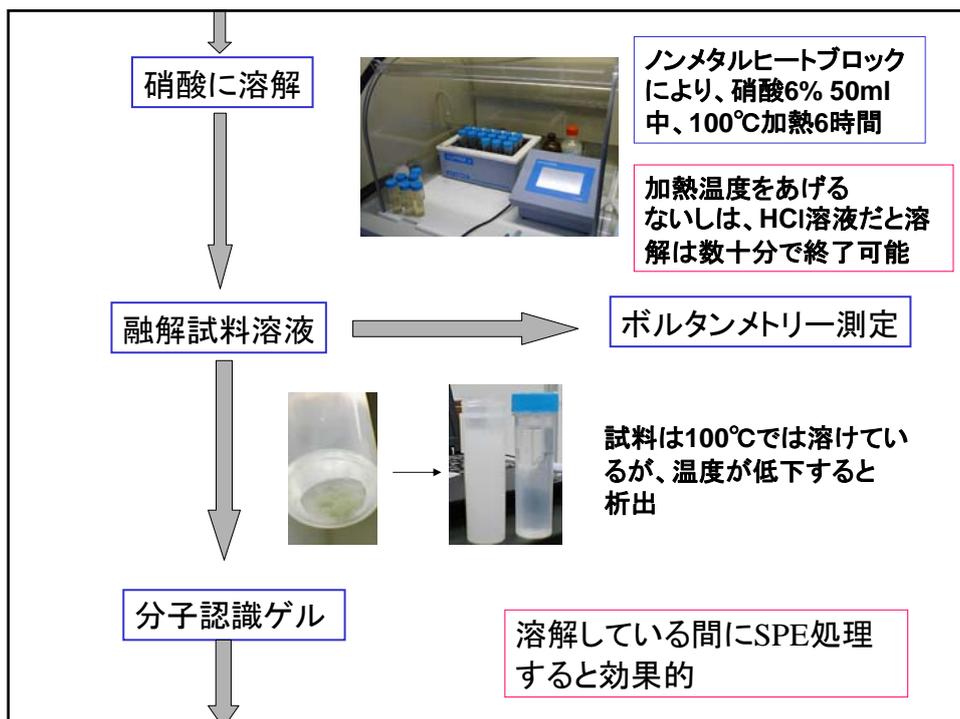
酸化剤、剥離剤添加

Pb標準溶液 添加



アルカリ融解





アルカリ融解の条件



融解自動装置
TK-4100(東京科学)

溶融条件

| | | |
|------|--------|------|
| 初段加熱 | 設定400℃ | 180秒 |
| 溶融加熱 | 設定800℃ | 210秒 |
| 加熱揺動 | 設定800℃ | 150秒 |

試薬

試料 0.5g (普通セメント、耐火セメント)
 $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 2g
 LiNO_3 (50%) 25 μl 添加 酸化剤
 LiBr (10%) 25 μl 添加 剥離剤
 Pb 標準溶液 1000ppm 50, 100 μl



加熱揺動

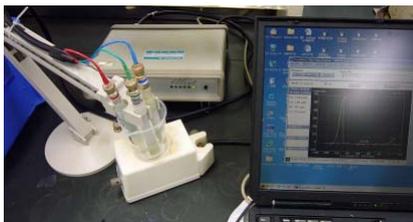


放冷



ガラスビード化

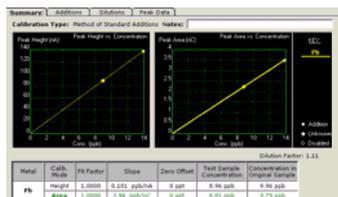
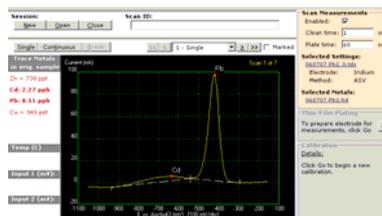
ボルタンメトリー測定によるダブルチェック



作用電極 Ir
 補助電極 Pt
 参照電極 Ag/AgCl

操作

- ・Ir電極にHgメッキ
- ・1M酢酸・酢酸Na溶液5ml、試料500 μl をDigi TUBEに採取し、精製水により50mlに定容
- ・析出時間30~60秒で測定
- ・標準添加法による半定量



測定結果

表1 融解試料溶液分析結果

| サンプル名 | 原子吸光 Pb濃度 ppm | 回収率 % | 添加Pb濃度 ppm | ポルタンメトリー Pb濃度ppm |
|--------------|------------------|--------------------|---------------|---------------------|
| 四ホウ酸リチウム | 0.01±0.01 | — | 0.00 | 0.15±0.05 |
| 普通セメント | 0.525±0.015 | — | 0.00 | 6.45±3.05 |
| 普通セメント50μ添加 | 1.54±0.04 | 101 ^{*1} | 1.00 | 5.2±3.9 |
| 普通セメント100μ添加 | 2.36±0 | 93.5 ^{*2} | 2.00 | 21.1±8.5 |
| 耐火セメント | 0.47±0.03 | — | 0.00 | 0.95±0.55 |
| 耐火セメント50μ添加 | 1.21±0.08 | 82.3 ^{*1} | 1.00 | 1.9±0.1 |
| 耐火セメント100μ添加 | 2.05±0.20 | 83 ^{*2} | 2.00 | 2.9±0.8 |

*1 回収率＝添加Pb1ppm相当のとき 1.525ppmを100%と仮定

*2 回収率＝添加Pb2ppm相当のとき 2.525ppmを100%と仮定

考察・まとめ

- 添加回収率からセメント試料を高温条件下、融解反応させたがPbの損失はほとんどなかったといえる。融解試薬にPbが溶けることで飛散しにくくなっていることが要因として考えられる。
- 本実験では、グラファイトるつぼを繰り返し使用したことで、耐火セメントの回収率が低下した。グラファイトるつぼは4回ほど使用すると、るつぼ表面に融解後、試料がるつぼに残りやすくなることを確認できた。
- 融解法と固相抽出法を組み合わせた材料中の金属分析の手法が有効であった。