無電極型pH自動調整装置を使用した固相抽出

pH自動調整装置

Electrodeless pH Controller

－　特徴　－

pHモニタリング技術

- リアルタイムなpH測定
- コンタミネーション抑制

pH自動調整技術

- 調整液の自動添加
- 精確な調整液の添加動作の制御

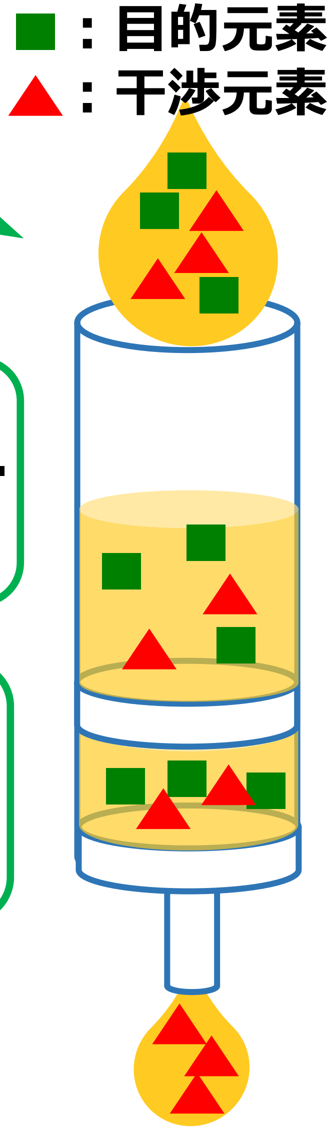
固相抽出について

海水・河川水

Na,Mg,K,Ca,Cl etc.
の干渉元素の除去

Cu,Zn,Cd,Ni etc.
の目的元素の濃縮

分析感度を向上



溶媒抽出法

環境負荷大
煩雑な操作

固相抽出法

環境負小
高い濃縮率
カートリッジタイプ
は現場で濃縮できる

水質分析に求められていること

2011　環境省告示59号　水質汚濁に係わる環境基準の改正

水質環境基準項目の基準値

Cd：　0.01 mg/L → 0.003 mg/L

キレート樹脂濃縮分離法が **Cd測定法**に適用

2013　JIS　K0102 改正（キレート樹脂分離濃縮法　追加）

2014　環境省告示59号　改正

水質分析の**高感度化・高精度化**
現地調査の活性化の為
簡易的な測定方法としての改良

キレート樹脂濃縮分離法の流れ

課題

① コンタミネーションの抑制

② リアルタイムなpH測定

③ 高精度な調整液の添加

pH調整の課題　既存のpH測定方法

■ ガラス電極　pHメーター

- メリット
  リアルタイム計測
- デメリット
  以下の元素が溶出
  Zn , Cu , Ni , Pb , REE , etc.

■ ハンディタイプ　pH メーター

- メリット
  コンタミネーションがない
- デメリット
  計測がリアルタイムではない
  少量の試料には適さない

pH調整の課題　pH調整の現状

現状

予めアンモニア水を加える量を計算する

→　精確にpH調整されているか不明

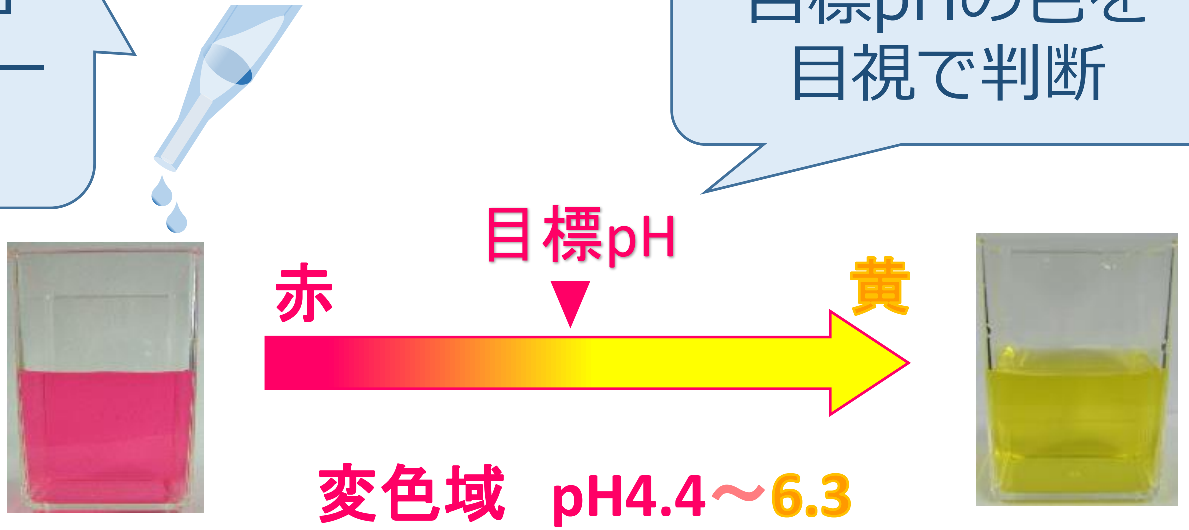
→　少ないサンプルでは困難

メチルレッド利用

マイクロピペッターで滴下

アンモニア水

目標pHの色を目視で判断



変色域　pH4.4～6.3

個人差によるばらつき・熟練度必要

pH自動調整装置

Electrodeless pH Controller

－　特徴　－

pHモニタリング技術

・コンタミネーション抑制

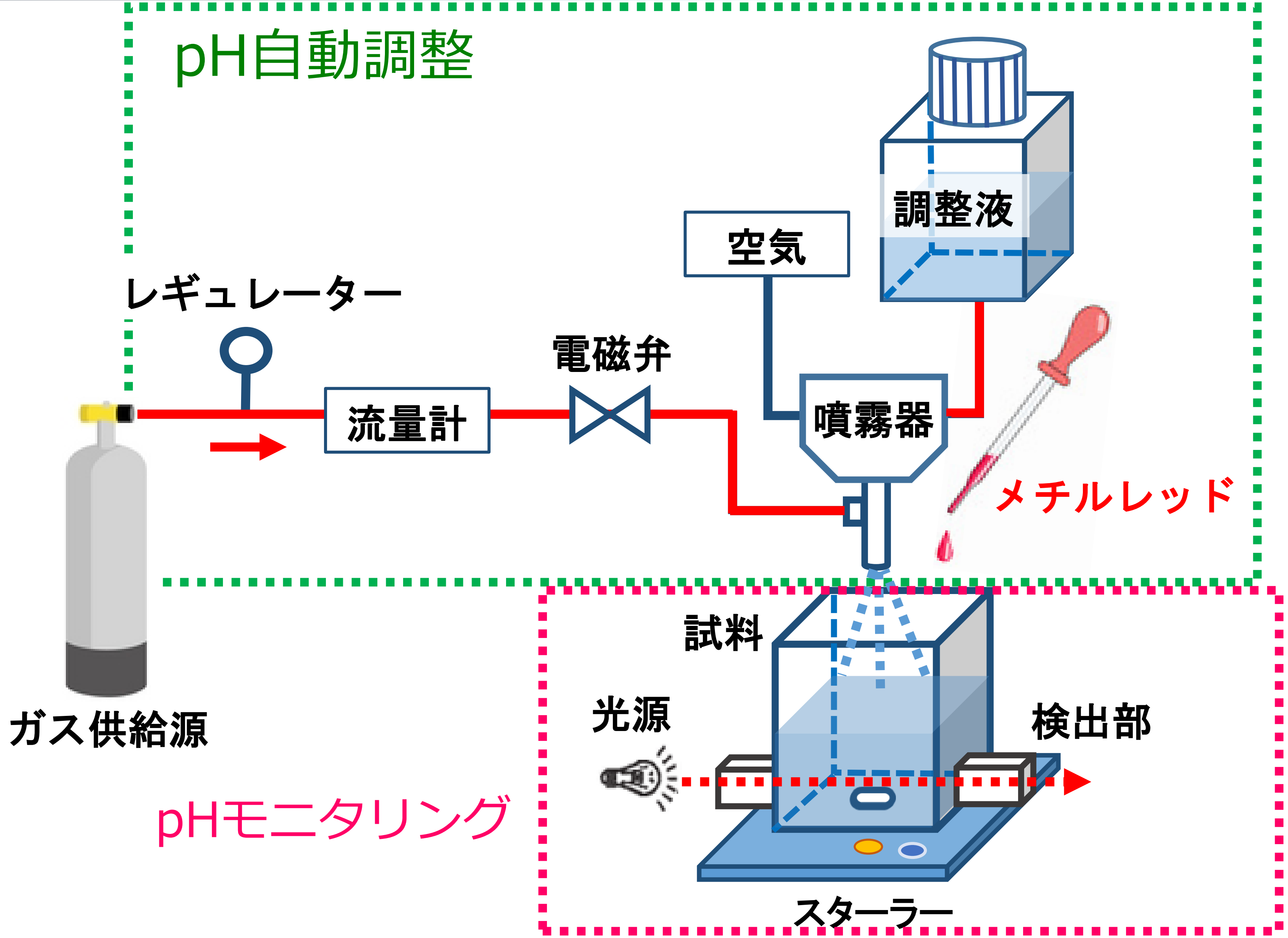
・リアルタイムなpH測定

pH自動調整技術

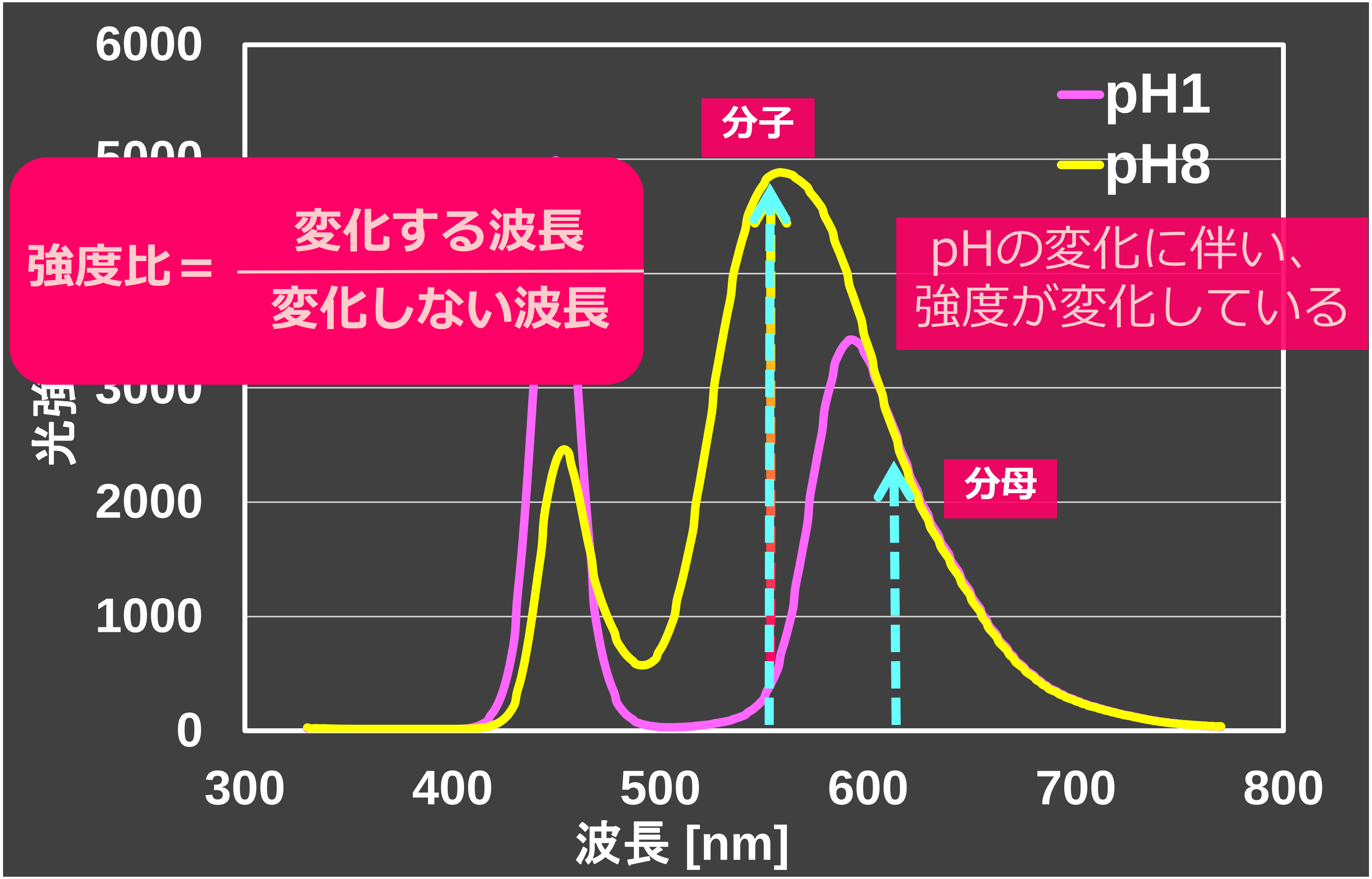
・調整液の自動添加

・精確な調整液の
添加動作の制御

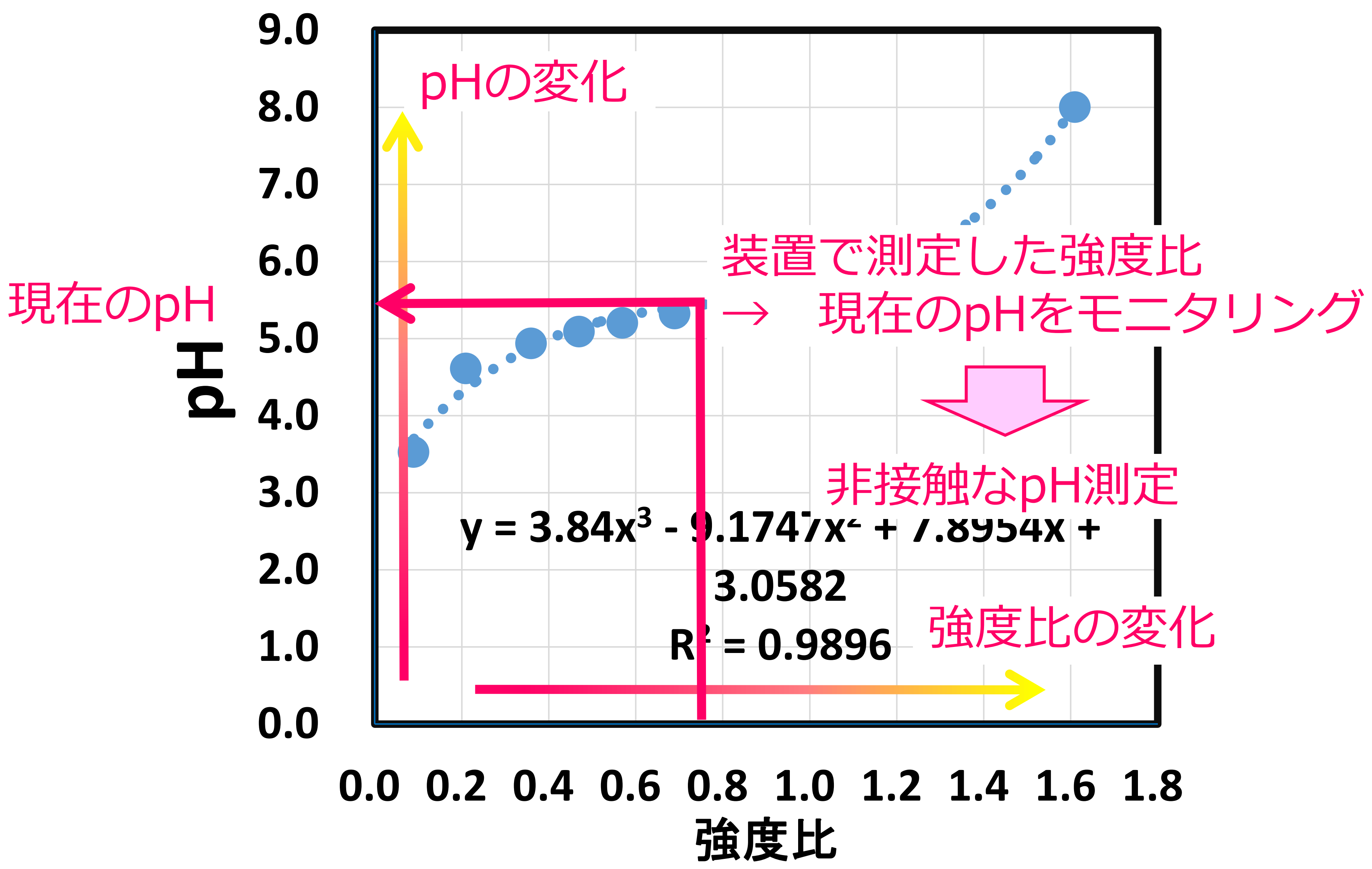
装置構成


pH自動調整
調整液
空気
レギュレーター
電磁弁
流量計
噴霧器
メチルレッド
ガス供給源
試料
光源
検出部
pHモニタリング
スターラー

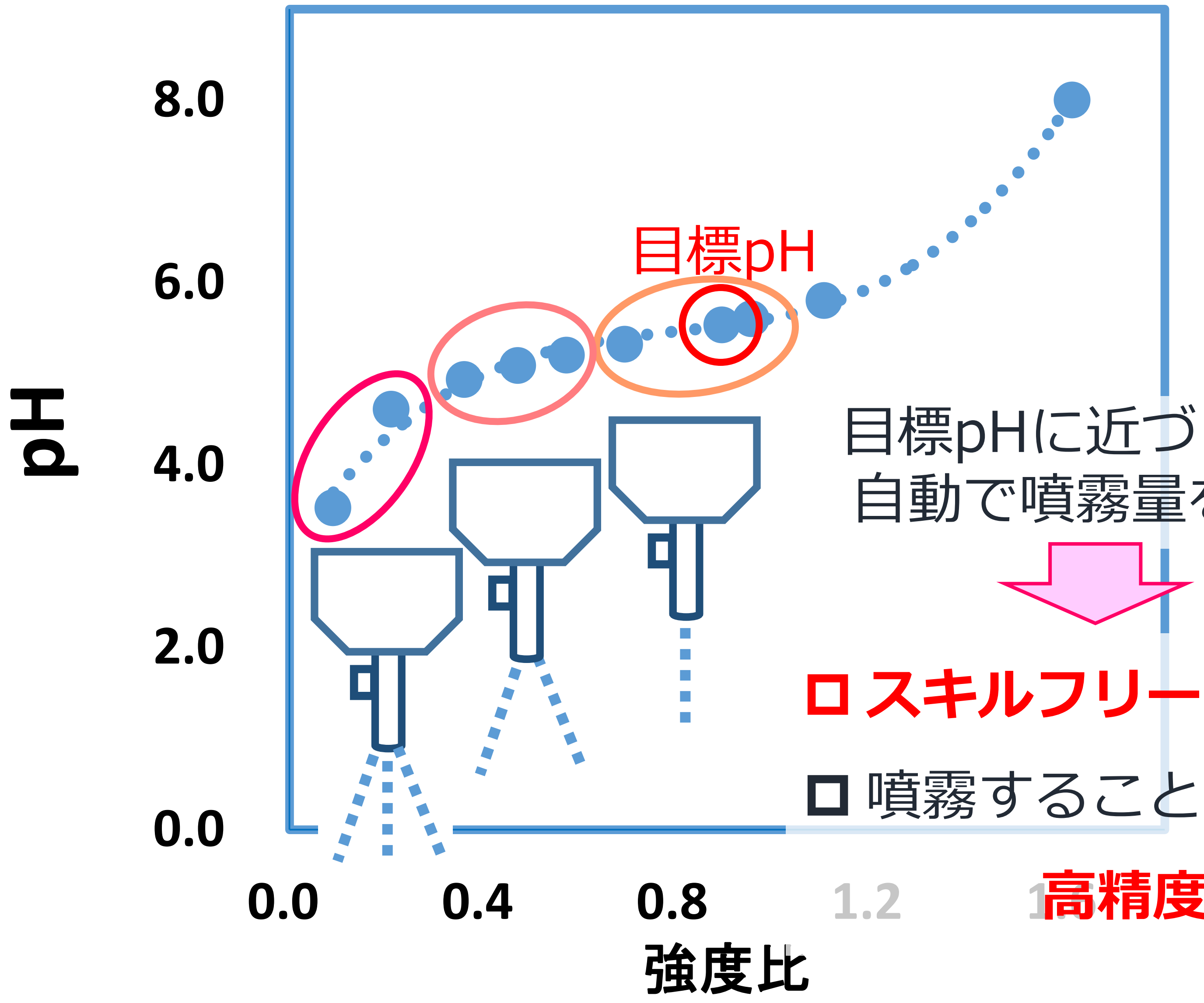
pHモニタリング① メチルレッドの光学吸収特性



pHモニタリング②　検量線



pH自動調整システム



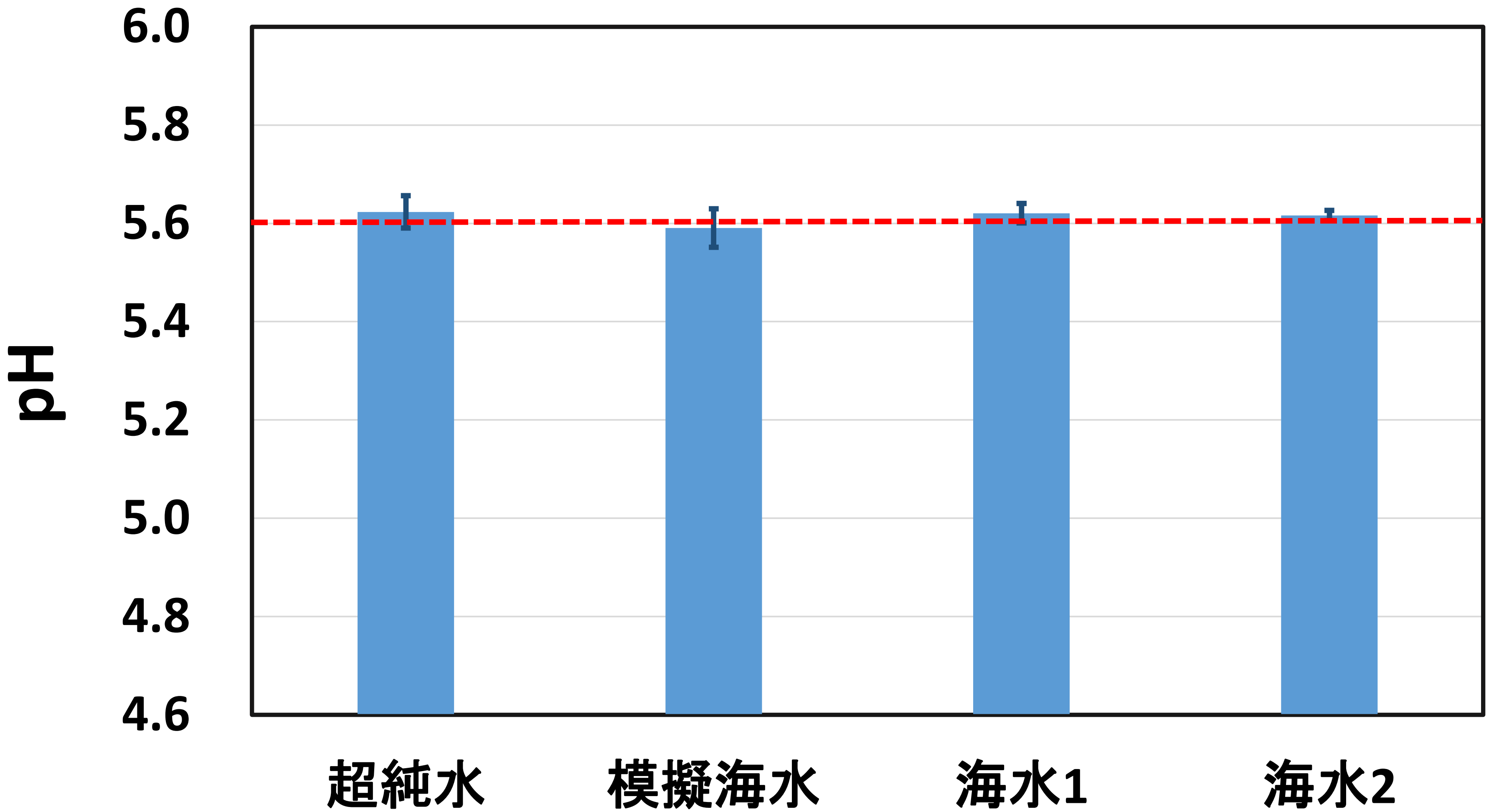
目標pHに近づくにつれ
自動で噴霧量を微調整

□ **スキルフリー**なpH調整

□ 噴霧することにより

高精度なpH調整

本装置でのpH調整結果(設定値:pH5.6)

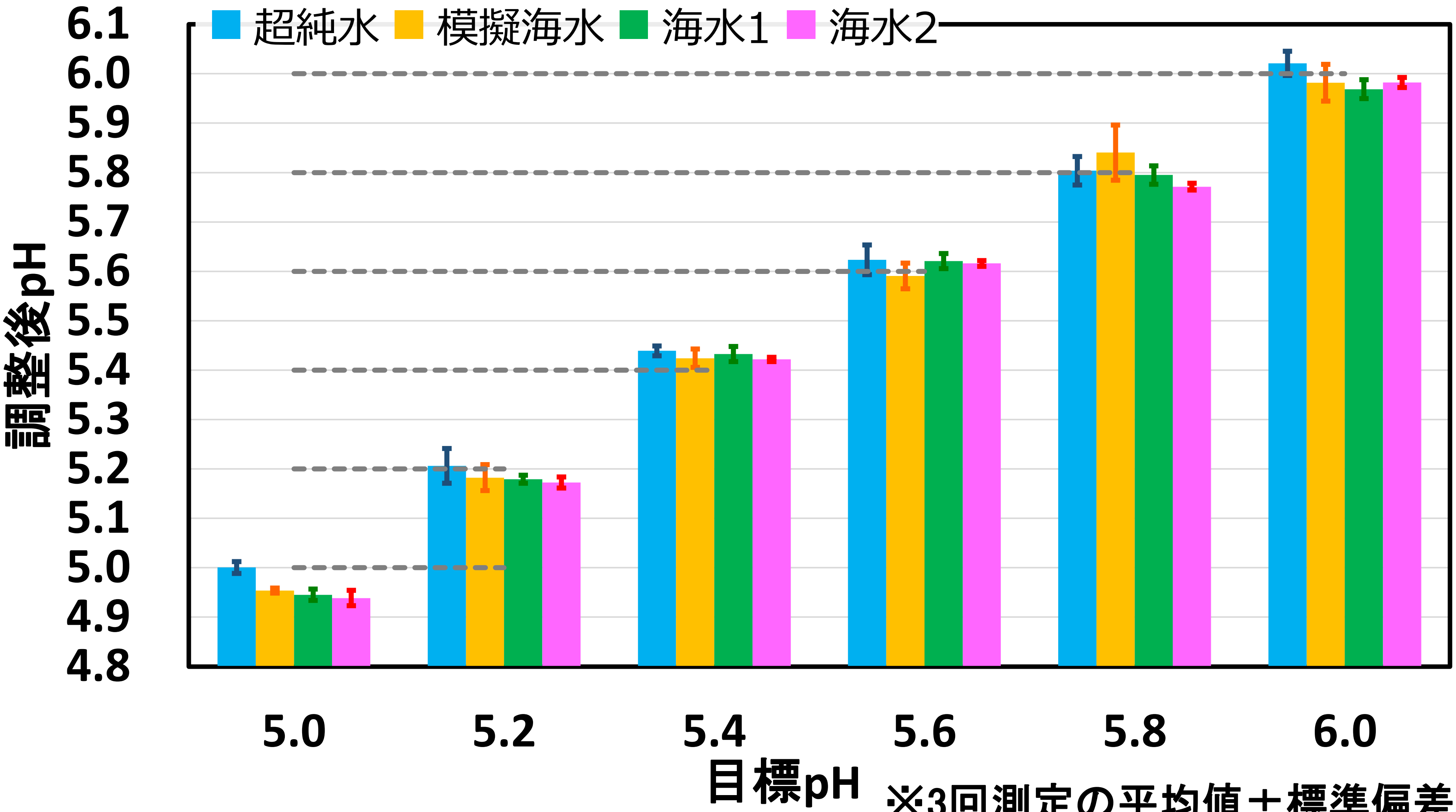


※3回測定の平均値±標準偏差

各試料での自動調整に成功

調整結果のばらつきは±0.1以内であった

本装置でのpH調整結果(設定値:pH5.0～6.0)



※3回測定の平均値±標準偏差

pH5.0～6.0におけるpH調整を実現

調整ばらつき：pH０.1未満

コンタミネーション評価①　試料採取

超純水

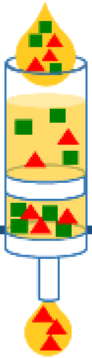
← HNO_3

0.1M HNO_3 → HNO_3 ×１

pH自動調整

→ HNO_3
＋pH調整×４

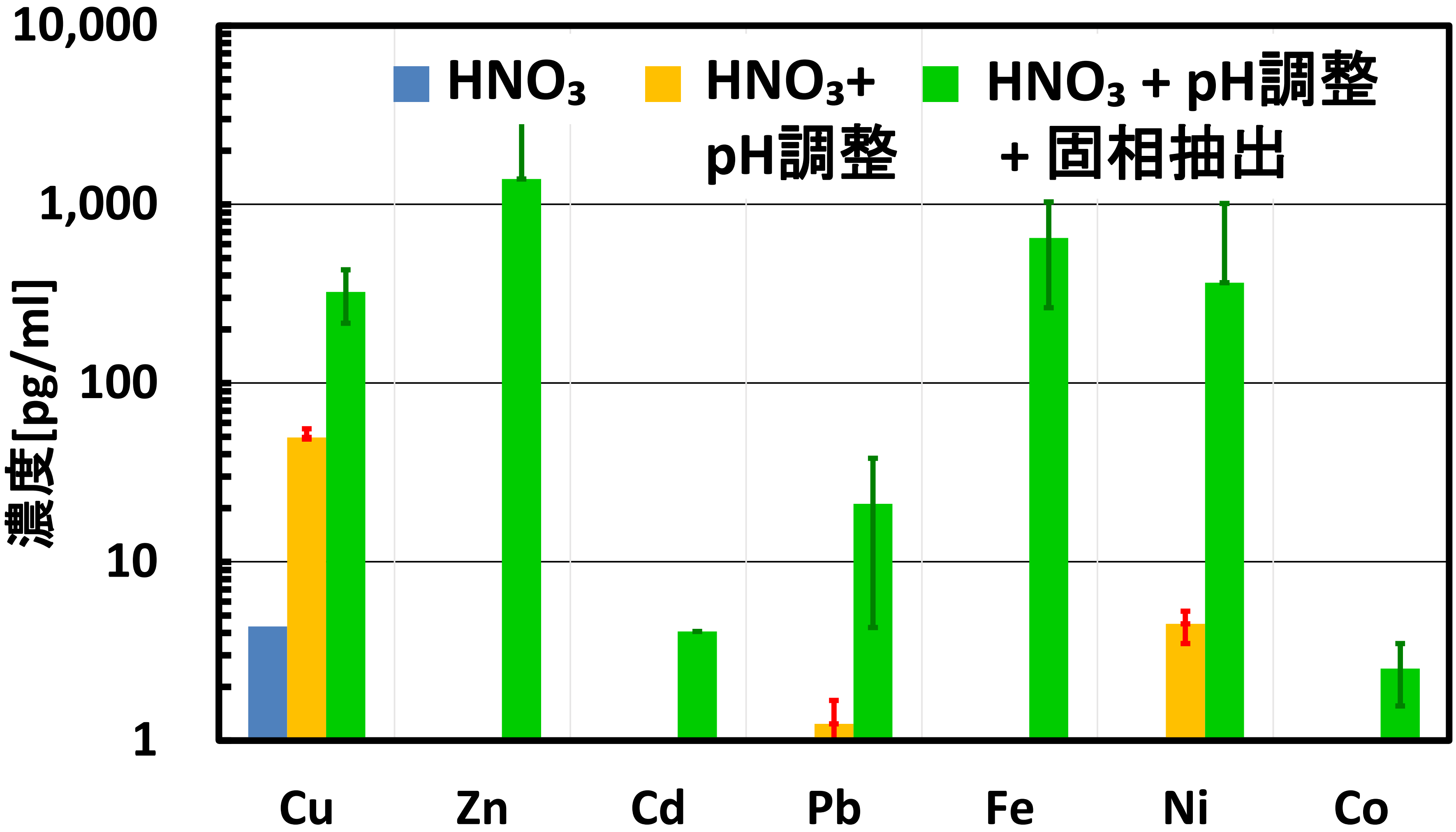
固相抽出



→ HNO_3 ＋pH調整
＋固相抽出　×４

ICP-MS
測定

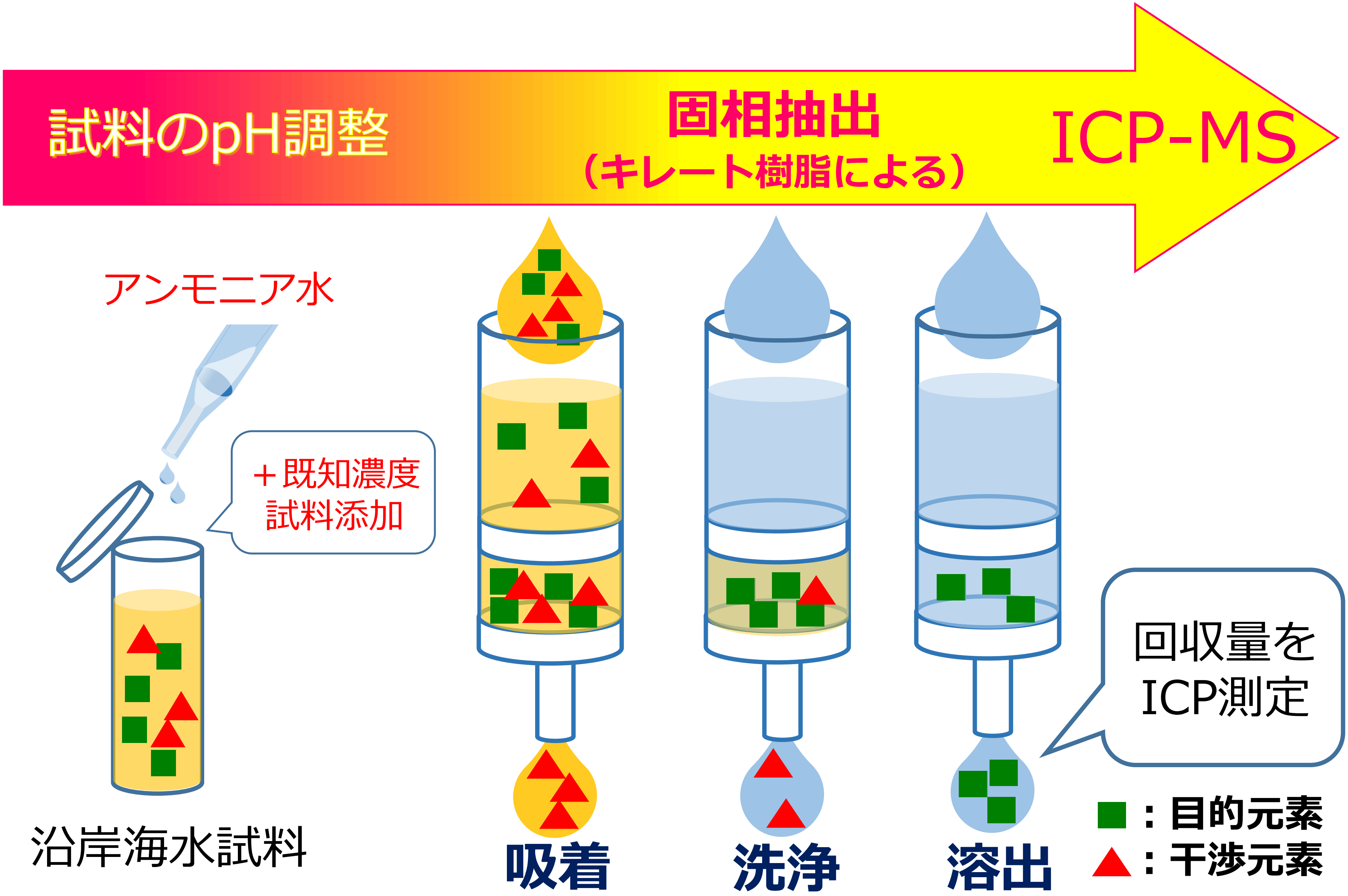
コンタミネーション評価② 結果



※4回測定の平均値±標準偏差

pH調整によるコンタミネーションの影響はない

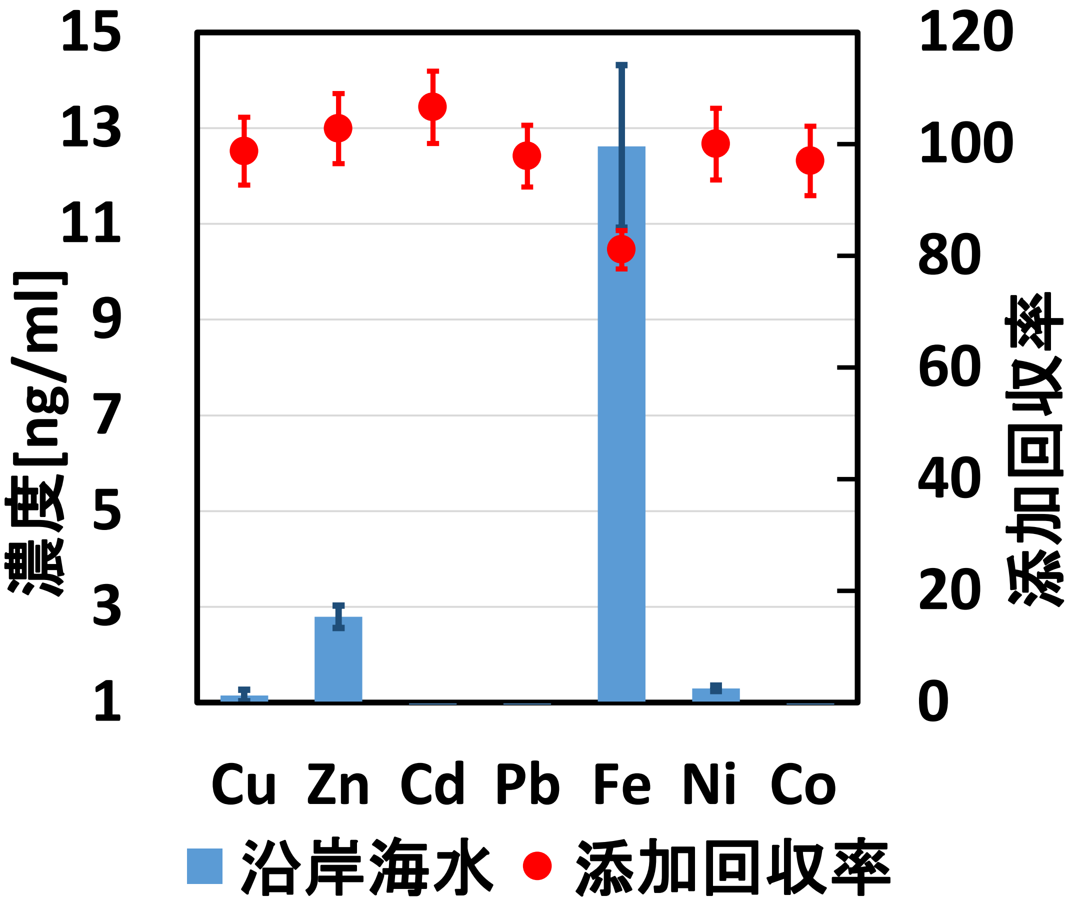
固相抽出の回収率の評価



各元素回収量

	沿岸海水 [ng/ml]	添加回収率 [%]
Cu	1.15 ± 0.12	98.7 ± 6.1
Zn	2.79 ± 0.23	102.8 ± 6.3
Cd	0.12 ± 0.01	106.6 ± 6.5
Pb	0.14 ± 0.02	97.8 ± 5.5
Fe	12.62 ± 1.70	81.1 ± 3.4
Ni	1.29 ± 0.06	100.0 ± 6.4
Co	0.05 ± 0.01	97.0 ± 6.2

※4回測定の平均値±標準偏差



測定濃度の再現性が高い

↓

高精度な微量元素の測定が可能

まとめ

Electrodeless pH Controller

- コンパクト・非接触・精確な Electrodeless pH Controller の開発
- 熟練の技術を必要としない pH調整
- 再現性のあるpH調整
- コンタミネーションの抑制
- 信頼性の高いICP-MS測定への貢献が期待される