

オンライン-カラム前濃縮法と FIA

〈指標〉

産業技術総合研究所中国センター 平田静子

オンライン-カラム前濃縮法の最大の利点は他からのコンタミを最小限に留めることができ、且つブランク値を検証しながら、分析物を高感度に測定できる点にあり、非常に優れた方法であると言える。しかしながら、バッチ法で用いられる前濃縮のための吸着剤が必ずしもフローインジェクション(FI)法のカラム前濃縮法へ採用されるわけではなく、吸着剤としては少なくとも次の性質を必要とする。

- a) 1つの溶液から他の溶液へ変換された時、または溶媒の条件が変化した時、吸着剤の膨潤と縮小の程度が無視できること、
 - b) 吸着剤は線型的な流速の増大に対して機械的な強度を所有していること、また、カラム寿命が長いこと、(例えば通常、繊維状吸着剤は機械的には不十分である)
 - c) 分析物のカラムへの吸脱着が容易であること、
- などである。検出器としては種々のものを用いることが可能であるが、検出器の性質により溶離液の種類は制限を受ける。例えば、検出器に原子吸光法(AAS、GFAAS)を用いる場合には溶離液として酸及びアルカリ溶液、有機溶媒の導入が可能であるが、ICP-発光分析法、およびICP-質量(MS)分析法の場合には有機溶媒の導入は困難である。したがって、目的となる元素について選択性と高感度性などから吸着剤と検出器を選択するのが望ましい。現在、良く用いられているオンライン-前濃縮法について記述すると、
- ① 溶液中で予め、8-ヒドロキシキノリン(8-HQ)やジエチルジチオカルバメート(DDTC)、アンモニウムピロリジンジチ

オカルバメート(APDC)などの配位子と微量金属元素と錯形成させた後、中性の錯体をアンバーライト XAD や C₁₈ シリカゲルなどの疎水性有機物を吸着する吸着剤を用いて捕集し、酸やアルカリ、有機溶媒溶液によりオンラインで溶出して測定する方法

- ② 市販のキレート樹脂 (Chelex-100, Muromac A-1 など) や固体に予め配位子を固定化した吸着剤、例えば 8-ヒドロキシキノリンを固定化したシリカゲル (TSK-8HQ, MAF-8HQ など) を用いて溶液中の微量金属元素を前濃縮し、オンラインで溶出して測定する方法

- ③ PTFE チューブを 3次元に編み込んで Knotted Reactor を作製し、ランタニドなどと一緒に水酸化物を生成させて、テフロンチューブの壁に水酸化物を沈殿させた後、オンラインで溶出して測定する方法

- ④ キレート樹脂を固定化したメンブレンフィルターを用いて溶液中の微量金属元素を吸着させ、オンラインで溶出して測定する方法

- ⑤ 溶媒抽出/逆ミセルによる方法

などが現在、オンライン前濃縮法に使用されている。我々は現在、オンライン-カラム前濃縮/ICP-MS 法を行っているが、1回の測定に8分かかるため、測定時間が長いのが欠点である。したがって、この欠点を補うためにオンライン法で同時に 25 元素は測定できる測定条件を検討している。また、最近ではオンライン-カラム前濃縮法と TOF-MS 検出器の結合理例が見られる。今後、種々の検出器と連結することにより、オンライン前濃縮法の用途範囲はますます拡大していくものと思われる。