

## FIA 導入にあたって

三菱化学株式会社 水島事業所  
品質検査グループ 小田 智道

弊社では、化学プラントにおけるボイラー水、缶水中のヒドラジン・シリカ・リン酸イオン・塩化物イオンの分析ならびに、プラント排水中のシアン化合物・アンモニアの分析にテクニコン式オートアナライザーを用いていましたが、分析機器更新にあたって、FIA 導入の検討を行いました。

ここでは FIA 導入までの経緯ならびに検討の概要と今後の課題について、実際に使用してみたの感想も交えて述べたいと思います。

まず FIA 導入までの経緯ですが、分析機器更新にあたり、それまでのテクニコンオートアナライザーでの問題点も踏まえて、以下の方針を立てました。

- ・イニシャルコストの低減
- ・検査コスト（ランニングコスト）の低減
- ・メンテナンス負荷の軽減
- ・高感度化
- ・環境への配慮（廃液量の低減）
- ・機器取扱い性の向上

昨今の社会情勢から検査コストの削減、高感度化、環境への配慮は必須事項であり、また弊社では分析の遅れが多大な損失となる場合があるため、検査スピードの向上ならびに機器の取扱い易さも重要なポイントとなります。

これらを踏まえた上で、テクニコンオートアナライザーと FIA を比較した結果、高感度であり、廃液量が少なく、また取扱いの容易さに優れる FIA が総合的に勝ると考え、導入を決定しました。

事前の検討で、ボイラー水等マトリックスを含まない試料については分析上全く問題ないと考えられましたが、弊社が分析する試料にはプラント排水のようなマトリックスを含むものもあり、FIA 分析法が様々な試料に適用可能であるかどうか事前に見極める必要がありました。そこで、まず FIA を 1 台導入し、様々な試料について分析上問題がないか確認し、また試料にあわせたルーチン分析フローを確立した後、FIA を追加導入することとしました。

さて、今回の検討についてですが、検討を実施するにあたり次の方針を立てました。

- ・分析条件（フロー）の共通化
- ・試料濃度にあわせた分析フローの確立

これらについて少し詳しく説明します。

まず分析条件の共通化についてですが、一つの分析項目に対して 1 台の FIA を用意するのが理想ですが、弊社は各分析項目について専用の FIA を持つほど分析頻度が高くなく、更にイニシャルコストの低減が求められたため、1 台の FIA で可能な限り同じ分析条件（反応コイル長、試料導入手量、加温条件等）で複数の項目を分析することを目標に検討を実施しました。

次に試料濃度にあわせた分析フローの確立についてですが、弊社ではボイラー水のようなきれいな試料もあれば、プラント排水のようにマトリックスを含む試料もあります。よって各試料の特性にあわせた分析フローであり、かつルーチン分析における効率を考え、可能な限りダイナミックレンジの広い分析フローを確立するための検討を行いました。

実際の検討はまず、分析条件（試薬濃度、試料導入手量、ポンプ流速、加温条件、反応コイル長等）を変えて標準液を流し、複数の分析項目を同一条件で分析することを考慮した上で、分析対象濃度の定量に適した条件を抽出しました。

次にダイナミックレンジ、再現性、標準添加回収などについて検討し、「正確な定量」と「分析の効率化」のバランスをみながら、最終的な分析条件（FIA 分析フロー）を決定しました。

以上検討の結果、シアンは蒸留前処理装置がなかったため FIA 化を見送りましたが、それ以外の全ての項目で、当初予定していた分析精度、感度を十分満たす FIA 分析フローが確立できました。弊社では検討結果を踏まえ、最終的に塩化物イオン・ヒドラジン分析用として 1 台、アンモニア・リン酸分析用として 1 台、計 2 台の FIA を導入することとしました。

今回、分析条件の共通化が可能となったため、塩化物イオン・ヒドラジン分析用の FIA は試薬と測定波長の切り替えのみで、またアンモニア・リン酸分析用の FIA では試薬、測定波長、ポンプ流速、温度条件の切り替えで各項目が分析可能となりました。

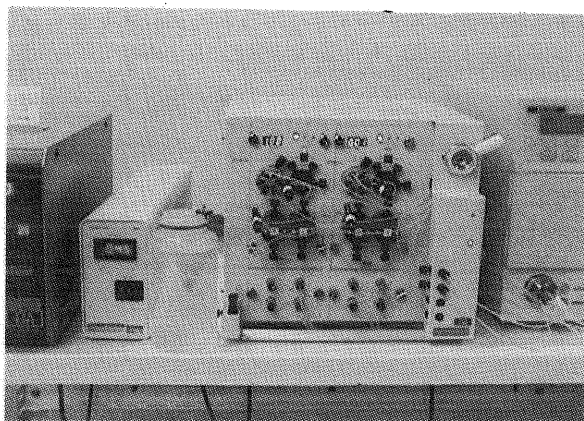
このように分析条件の共通化ができたため、大きく分析条件を変更することなく目的成分を定量することができるようになりました。このことは反応ラインの組み替えの手間を省き、なおかつ頻繁なライン組み替えによるつなぎ目からの液漏れ等メンテナンス負荷要因が軽減されることを

意味し、結果として分析効率を大幅に向上することができました。

現在、検討結果をもとに構築した分析フローで定常のルーチン分析を実施していますが、実際に使用してみて、テクニコン方式との比較を加味した上でのFIAにおけるメリット、デメリットを次のように考えています。

(メリット)

- ・ 試薬使用量が少ない
- ・ 廃液量が少ない
- ・ 接続部が少ないためメンテナンスが容易
- ・ ベースラインの安定性が良い
- ・ ラインのつなぎ換えが容易
- ・ ポンプの流量調整が容易
- ・ 高感度



(デメリット)

- ・ スタート時、ポンプエア抜きに手間がかかる
- ・ 適当な蒸留前処理がない

検討の結果、FIAは当初の見込み通り、高感度・高精度の分析が可能であり、しかも廃液量が少ない等環境への配慮も申し分ないことが分かりました。しかし弊社が分析するのはボイラー水等きれいな試料だけでなく、化学プラント排水等マトリックスを含むものもあり、マトリックスを除去するための蒸留前処理装置は必須であると考えられます。よって今後FIA分析装置とセットになり得る装置の開発を望みます。しかし、現状で適当な蒸留前処理装置がないことを差し引いてもFIAのメリットは大きく、弊社では今後も引き続きFIA導入の検討を行う予定としています。

