

2017 年度 日本分析化学会・フローインジェクション分析研究懇談会 フローインジェクション分析学術賞

中 村 栄 子 君

Eiko NAKAMURA

横浜国立大学 名誉教授



1946年3月神奈川県に生まれる。1968年3月横浜国立大学 教育学部 中学校教員養成課程 化学専攻卒業。1968年4月横浜国立大学 助手(教育学部), 1988年11月工学博士(日本大学), 1991年4月横浜国立大学 講師(教育学部), 1994年4月同大学 助教授(教育学部), 1997年10月同大学 教授(教育人間科学部), 2011年3月同大学 定年退職, 同年4月同大学 名誉教授, 同大学 非常勤教員, 現在に至る。フローインジェクション分析通則 JIS 改正原案作成委員会委員, 流れ分析法による水質試験 JIS 原案作成委員会委員, 工場排水試験法 (JIS K 0102) に関する JIS 開発委員会委員及び無機イオン・環境指標委員会委員長などを歴任

[業績]

簡易型 FIA 装置による土壌の溶出量・含有量試験液中の有害物質の定量

中村栄子君の主な業績は, 土壌の溶出量試験や含有量試験の試験液中の有害物質定量のための簡易型 FIA 装置による簡易・高感度な FIA 法の開発・提案である。

小川商会製簡易型 FIA 装置を用いた土壌の溶出量試験液及び含有量試験液中のシアン物イオン, フッ化物イオン, クロム(VI), ホウ素の新しい定量法を開発している。

この FIA 装置は, 3 連チューブ掛けのペリスタポンプによる送液部, 試料注入部, 反応コイルによる反応部, LED 光源・光学フィルター・フォトダイオードからなる検出部等が一体となっており, 後者の二つは恒温槽中に設置されている。ポンプの回転数 5~15rpm の可変で流量を 0.38~1.14 mL/min に調節でき, 恒温槽は 60℃まで設定可能であり, 光学フィルターは 450~700 nm の間で 2 nm 間隔の波長フィルターが選べる。一方, 流路が 3 と限られていることや, チューブによる送液のために試薬溶液中に有機溶媒を含む系では, 有機溶媒による流量への影響が懸念される。これらの点を中心に詳細に検討し, 測定対象成分に対する簡便・高感度な新しい定量法を開発している。

1) 水溶性試薬によるシアン化物イオンの高感度定量法^{1)~3)}

有機溶媒の一つであるジメチルホルムアミドを必要とする従来用いられていたピラゾロンの系ではなく, アルカリ水溶液に溶解可能な 1,3-ジメチルバルビツール酸を用いることを検討した。試薬溶液として 4-ピリジンカルボン酸-1,3-ジメチルバルビツール酸溶液を用い, 試薬濃度, 流量, 反応コイル長, 反応温度などの条件を検討し, 新しい簡便・高感度な FIA 法を開発した¹⁾。この方法での定量下限は 5 ng/mL で, 従来法の 1/2 に低下させることができた。

この方法を土壌の溶出量・含有量試験液での添加回収実験に適用し, 良好な回収率を得た^{1)~3)}。

2) アセトン無添加のアルフッソン試薬によるフッ化物イオンの高感度定量法⁴⁾

従来法の FIA 法では高感度化のために, アルフッソン試薬溶液にアセトンを 30% 添加している。アセトンを用いない高感度化を検討した結果, アルフッソン溶液にフッ化物イオンを 0.6 mg/L 添加する FIA 法を開発した。この方法では, アセトン添加の方法の定量下限 0.08 mg/L の 1/10 の

0.008 mg/L の定量が可能となった。

3) 低濃度アセトンのジフェニルカルバジド溶液によるクロム(VI)の定量法⁵⁾

高感度化のために試薬溶液に添加されていたアセトンの量を少なくする検討を行った。その結果, 定量下限は従来の FIA 法と同程度であったが, 試薬溶液のジフェニルカルバジド, 硫酸, アセトンの濃度を従来の FIA 法のそれらより, それぞれ 1/2, 1/3, 1/10 と低くすることができた。

また, 簡易型 FIA 法では, 試薬溶液の交換が約 5 分間で完了する。このことを利用して, ジフェニルカルバジドを含まない試薬溶液を流して試料のブランク値を, その後ジフェニルカルバジドを含んだ試薬溶液を流してブランクとクロム(VI)による値を測定し, その差を求めて定量する方法も提案した。

この方法を黒ぼく土, ローム土の溶出量・含有量試験液での添加回収実験に適用した結果, 黒ぼく土の含有量試験液のような茶色の試料においても, 良好な回収率が得られた。

4) アゾメチン H によるホウ素の定量法の高感度化⁶⁾

すでに報告されていたアゾメチン H を反応試薬として用いる 2 流路の FIA 法の測定波長, 試薬溶液の pH, 濃度, 反応温度などの諸条件を再検討した。アゾメチン H 溶液として, アゾメチン H 濃度を既報の 2 倍の 0.5%(w/v), 既報のリン酸アンモニウム緩衝剤による pH7.2 に変えて酢酸アンモニウム緩衝剤による pH6.5 の溶液を用い, 反応温度 40℃にすることにより, 定量下限を既報の 1/10 の 0.01 mg/L とする方法を確立した。

この方法を黒ぼく土, ローム土の溶出量試験液での添加回収実験に適用し, 良好な回収率を得た。なお, 土壌の溶出量の試験液が着色している場合は, 試薬溶液としてアゾメチン H を含まないものを流してブランク値を求めた。

文献

- 1) *J. Flow Injection Anal.*, **28**, 17~22 (2011), 2) 分析化学, **61**, 953~957 (2012), 3) 工業用水, **No.643**, 69~75 (2017), 4) *J. Flow Injection Anal.*, **29**, 17~20 (2012), 5) 分析化学, **62**, 31~35 (2013), 6) *J. Flow Injection Anal.*, **30**, 117~122 (2013)