

無機分析のための開放系分解装置と密閉系分解装置の 組み合わせによる試料分解量のスケールアップの検討

○古庄義明、小野壮登(ジーエルサイエンス)
大橋和夫(パーキンエルマージャパン)

背景と目的



マイクロ波アシスト密閉分解装置の需要増加

食品試料中の多元素の微量濃度分析需要

内圧上昇傾向のあるサンプルを効率化が課題

内圧上昇を抑制するには、試料分解量を少なくしなければならず濃縮効果が得られない

開放系予備処理と密閉分解装置の組み合わせ検討

マイクロ波分解装置における試料量を増やすためには

従来の湿式分解手法

需要の高い、食品試料を大量に処理することが可能

予備分解を低温で行うことにより、半揮発性元素のロスを低減

試料分解量の増加に伴い、測定対象元素の濃縮効果がえられる

湿式の予備処理後に密閉分解

従来の暴発性の高い試料に対して、事前の予備処理で対応できる

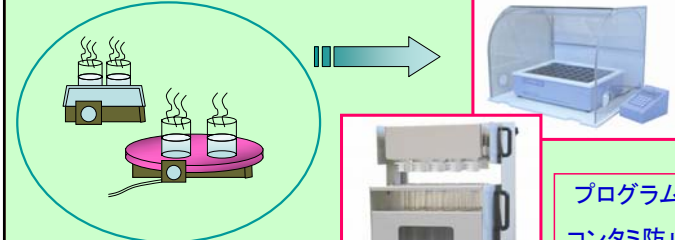
ヒートブロック方式の分解装置と組み合わせることで効率化

試料分解量を不誤すことにより繰り返し測定や予備試料保管が可能

密閉分解のインナーベッセル対応のヒートブロックで対応

ブロック方式による効率的な予備処理

分解対象サンプルの種類と処理数で選ぶ



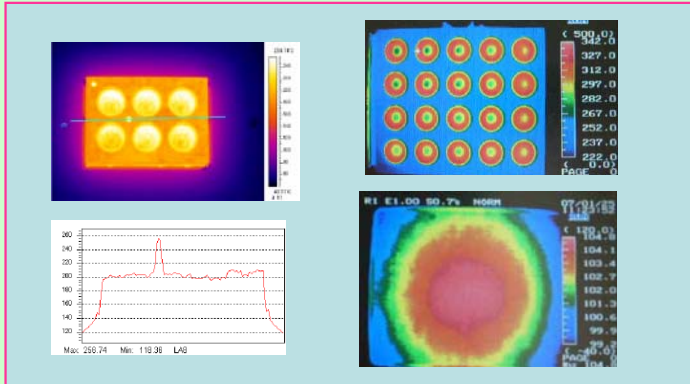
グラファイトブロック

多検体同時処理

プログラム
コンタミ防止
酸トラップ

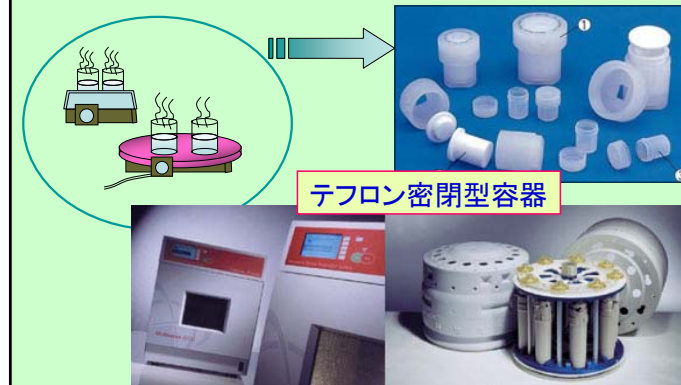
使用する酸により、予備処理のブロックを選択

酸分解専用ブロックにおける均一な加熱



加熱分解部分の温度ムラは、ほとんど観察されない。
 同じ面積で、同一な操作を行うことにより、単位面積あたりの効率をあげる

密閉分解装置および、分解容器



予備処理における未分解物を高温密閉条件で迅速処理

開放系と密閉系の組み合わせ例

パーキンエルマー-ジャパン
 マイクロ波アシスト密閉式高圧分解システム
 Multiwave 3000 インナーベッセル



ジーエルサイエンス
 ノンメタルヒートブロック
 DigiPREP Jr.



Multiwave専用
 小型ヒートブロック



分析結果

試料分解量 = 2g 相当を検討

試料	分解方法	試料中濃度 (ppm)									
		Na	K	Ca	Mg	P	Al	Mn	Fe	Cu	Zn
みかん実	DigiPREP + Multwave3000	11	1200	100	120	220	0.39	0.57	0.82	0.18	4.85
	DigiPREP 2時間処理	6.8	880	69	86	150	0.09	0.49	0.59	0.14	1.18
みかん皮	DigiPREP + Multwave3000	29	3500	1000	150	280	6.77	2.95	4.78	0.34	5.38
	DigiPREP 2時間処理	34	2600	810	110	200	1.6	2.20	3.20	0.40	6.40

試料	分解方法	試料中濃度 (ppm)								
		Na	Ca	Mg	P	Al	Mn	Fe	Cu	Zn
紙	DigiPREP + Multwave3000	410	8600	3600	94	5700	4.02	274.51	10.78	9.80
	DigiPREP 2時間処理	220	4400	260	40	800	1.76	32.00	7.60	5.12

まとめ

- 開放系と密閉系を組み合わせることでの効率化が可能
- 開放系における予備処理で分解不十分を密閉系で補う
- 予備処理により、内圧上昇による分解物のロスを抑える
- グラムオーダーの食品分解への応用が期待できる

今後の課題

- 作物別の最適分解条件の設定と検証
- 有機溶媒を含む排水、インク等への適用の検討
- CRMを用いた回収率を試料分解量に応じて検証