

無機分析における酸分解システムと固相抽出クリーンアップの上手な組み合わせ方法

ジーエルサイエンス株式会社
古庄 義明

本日の公演内容

1. 酸分解製品の種類と選択
2. 酸分解後の問題点と解決法
3. 固相抽出とは
4. 酸分解と固相抽出の組み合わせ
5. まとめ



従来法 : 問題点は?



錆びてしまう

加熱ユニット媒体からのコンタミネーション

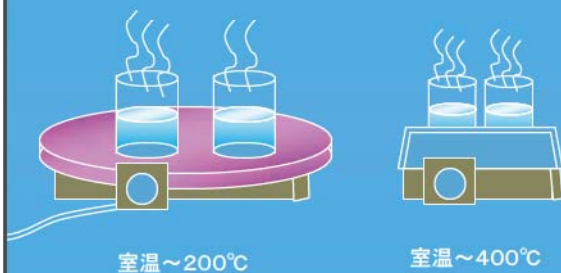
揮発性元素がロス。 検体同士のクロスコンタミ。

酸分解製品の種類と選択

- 酸分解製品の種類と選択のポイント
 - 分解に使用する酸の種類と沸点で
 - 分解対象サンプルの種類と処理数で
 - 分解後の測定手法で



無駄なエネルギーを消費していませんか？



室温～200°C

室温～400°C

使用する酸の沸点より高めの温度＝過剰に加熱

従来法→ブロック方式へ ①



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

使用する酸の沸点に応じた最適分解温度

従来法→ブロック方式へ ②



テフロン密閉型容器

使用する酸の沸点より高い温度でロス無く分解

分解ユニットのポイント

分解に適した酸の種類、温度

分解に適した容器、システム

市販酸の種類・沸点

- 硝酸 (70%) 16N 120°C
- 硫酸 (97%) 36N 320°C
- 過塩素酸 (60%) 9N 200°C
- フッ酸 (50%) 27N 70°C
- 塩酸 (38%) 12N 110°C

■ その他混酸系

市販分解容器の種類と特長 1

- ホウ珪酸ガラス:
 - 硫酸乾固OK、HFはNG、価格は△
 - 強アルカリで徐々に浸食、
 - Si、Na、K、Al、Bのメソッドブランク↑
 - 表面加工◎、洗浄容易、極微量分析NG
- 石英:
 - 硫酸乾固OK、HFはNG、高価
 - 強アルカリで徐々に浸食、Siのメソッドブランク
 - 表面加工◎、洗浄容易、極微量分析に最適、

市販分解容器の種類と特長 2

- PP ポリプロピレン (*DigiTUBE*):
 - 硫酸乾固NG、臭素NG、130°Cまで、価格◎
 - 高温130°C以上で濃硫酸、濃硝酸や王水に徐々に浸食
 - 表面加工○、洗浄△(ディスポーザル)
- テフロン PFA、PTFE、TFM:
 - 250°Cまで、高温硫酸乾固NG、高価
 - 耐薬品性◎、浸食の心配なし、ぬれ性低く硝酸乾固に便利
 - 表面加工△、汚れ着容易、洗浄△→洗浄方法の確立が重要

デジチューブの紹介



DigiTUBES & Watch Glasses

一般試料分解に便利な酸と最適分解温度

初心者にも使いやすい、酸の組み合わせ

硫酸 樹脂、油系に

- ・酸化・水和・スルホン化
 - ・強酸
 - ・最適分解温度 230°C以上
 - ・ガラス・石英の還流分解
- Ba, Pb 注意

硝酸 粉状食品原料、生体試料系に

- ・強い酸化
 - ・強酸
 - ・最適分解温度 80-120°C
 - ・PPの還流分解
- Ti, Cr 注意



30%過酸化水素

分解補助
硫酸や硝酸分解に併用

冷まして、余熱で少量ずつ添加



過酸化水素処理ステップ



酸の沸点に応じて分解システムを

■ 硝酸系

- 40°C、70°C、95°C (ヒートブロック)
- 70°C、120°C (ケルダール)



ブロックタイプ

■ 硫酸系

- 80°C、170°C (ヒートブロック)
- 170°C、240°C、340°C (ケルダール)

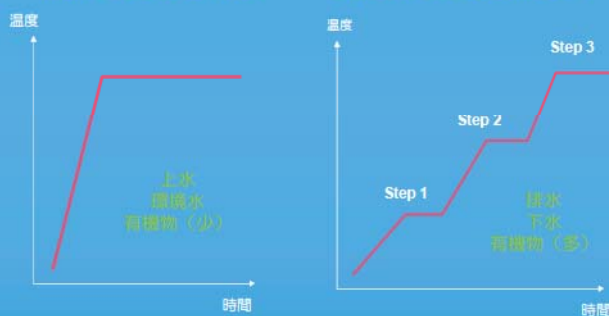


ケルダール

昇温プログラムによる効率的な分解

一段階昇温により有機物処理

多段階昇温により有機物処理



なぜ、プログラム昇温分解が重要なのか

開放系と密閉系をどのように使い分けるのか？

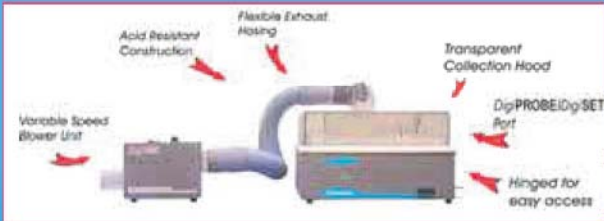


100度近くで還流分解中



DigiVAC

酸ミストバキュームシステム
ドラフトのないところでもDigiPREPを使用可能に
濃縮レベルのバラツキを抑制
同一スピードで、試料溶液の濃縮操作、酸分解処理



揮発酸ミスト トラップシステム

- 分解ユニットと接続
 - 酸を中和回収
 - ケルダール
 - ヒートブロック
 - マイクロ波分解装置
- 樹脂製素材で構成
 - 耐酸性
- 三層構造
 - 1層 NaOH
 - 2層 冷却
 - 3層 Air



Universal Fume Scrubber

010-520-060

ケルダールシステム 省スペースでの設置例



マイクロ波分解装置 QLAB 6000

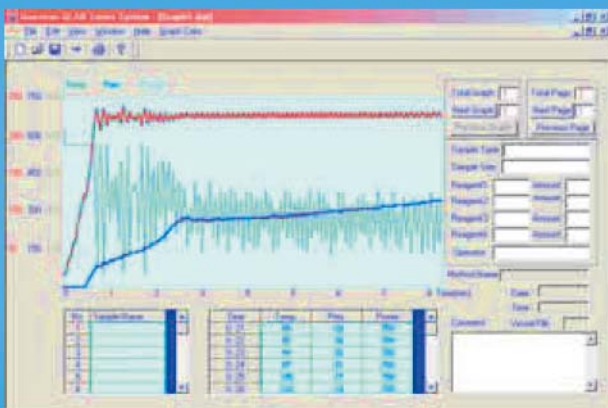


PCフルコントロールモデル
GLP対応 ログ機能搭載
1秒単位で工程管理可能

- 1000 Watts, 2450 MHz Microwave
- Versatile system – can be configured in many ways
- Can perform both closed vessels digestion and automated digestion by Discrete Flow System
- Full temperature and pressure control
- On-line applications library, with over 70 methods already stored
- Easy to use Windows®-based software

予定価格 300万～

QLAB 6000 ソフトウェア



マイクロ波分解装置 公定法 1

EPA Method 3015

環境水など水系試料のためのEPAメソッド

Step	Description
1.	Start method at room temperature and heat to 100°C in 3 minutes and 30 seconds.
2.	Ramp temperature from 100°C to 160°C in 10 minutes
3.	Ramp temperature from 160°C to 170°C in 10 minutes

Sample = 45.0 ml

Reagent = 5.0 ml HNO₃

マイクロ波分解装置 公定法 2

EPA Method 3051

土壌、底質、スラッジ、廃油などの固形試料のためのメソッド

Step	Description
1.	Start method at room temperature and heat to 130°C in 3 minutes.
2.	Ramp temperature from 130°C to 175°C in 2 minutes and 30 seconds
3.	Ramp temperature from 175°C to 180°C in 4 minutes and 30 seconds

Sample = 0.25 to 0.5 g

Reagent = 10.0 ml HNO₃

マイクロ波分解装置 公定法 3

EPA Method 3052

Siを含む試料、有機物を多く含む試料の酸分解法メソッド

Step	Description
1.	Start method at room temperature and heat to 130°C in 3 minutes and 30 seconds.
2.	Ramp temperature from 130°C to 180°C in 5 minutes and hold at 180°C for 9 minutes and 30 seconds

Sample = 0.25 to 1.0 g

Reagent = 9.0 ml HNO₃ + 3.0 ml HF

Optional Additions = 2.0 ml HCl, 0.2 to 2 ml B₂O₃, up to 5 ml B₂O

酸分解ツールに求められる機能

1. 正確な温度コントロール
2. 酸に対して耐腐食性
3. クロスコンタミネーション ↓
4. 多検体処理対応
5. 加温ムラが無い
6. 揮発性元素の分解
7. 揮発酸の回収処理
8. 精度管理 確かさの管理
 - 酸分解行程のログ管理、繰り返し再現性

酸分解後に求められる事項

1. 分解溶液の濃縮
2. 酸濃度を下げる操作 = 希釈操作
3. 脱塩操作 (Na, K, Ca, Mg)
4. 共存元素から、目的元素を選択する

固相抽出
テクニック