

飲料水に関する毒物等検査方法の検討 (その2) 金属の ICP による一斉分析法

生活科学部

はじめに

今回は、多種類の金属の ICP による一斉分析法について検討したので報告する。

方 法

1 試料

当所に持ち込まれた飲料水 5 検体 (地下水 3 検体, 井戸水 1 検体, 表流水 1 検体)

2 対象金属

Cr, Mn, Fe, Cu, Zn, Cd, Pb の 7 種類

3 装置

ICP: (株)島津製作所 ICPS 8000

チェンバー: サイクロン方式

4 検量線の作成

対象金属について、それぞれ段階的に標準溶液を調製し、硝酸及び内部標準としてイットリウム (Y) を試料と同じ濃度になるように加え、これを ICP に導入し、対象金属の Y に対する発光強度比を求め、発光強度比と対象金属濃度との関係から検量線を作成した。

5 検出下限, 定量下限

対象金属それぞれにおける検出下限, 定量下限を次式により求めた。

$$\text{検出下限} = 3 \times \sigma_B \times k$$

$$\text{定量下限} = 10 \times \sigma_B \times k$$

σ_B : バックグラウンドの発光強度の標準偏差

k: 各金属の検量線の傾き

6 試料の測定

試料中の対象金属の濃度を測定した。測定は上水試験法¹⁾の金属類の ICP による一斉分析法により行った。前処理として、試料 100ml に硝酸 1ml 及び内部標準液 (Y 0.5mg/l) 1ml を加え、加熱濃縮し、10ml にメスアップしたものを検液とした。ただし、濁りや沈殿物のあるものはろ過した。この検液を ICP に導入し、対象金属の Y に対する発光強度比を求め、検量線から濃度を算出した。

7 添加回収試験

試料に Cr, Mn, Fe, Cu, Zn を各々水道水水質基準と同じ濃度となるように、Cd, Pb については水質基準の 5 倍の濃度となるように添加して、そ

れぞれの濃度を測定し、回収率を求めた。Pb 以外の項目については、試料 50ml に硝酸及び内部標準液を試料と同じ濃度になるように加え、約半量になるまで加熱した後、50ml にメスアップしたものを検液とし、Pb については試料と同様に濃縮したものを検液とした。

8 共存物質による影響

飲料水中の主な共存物質である K, Mg, Ca, Na による影響を調べるため、精製水に、濃度を変えたこれらの物質を添加し、Pb 以外の項目については 0.1mg/l, Pb については 1mg/l となるよう調製し、対象金属の濃度を測定した。

結 果

1 検量線の作成

各金属における検量線は、図 1 のとおりであり、Cr は 0.01 ~ 2.0mg/l, Mn は 0.005 ~ 1.0mg/l, Fe は 0.005 ~ 5.0mg/l, Cu は 0.005 ~ 1.0mg/l, Zn は 0.05 ~ 1.0mg/l, Cd は 0.02 ~ 1.0mg/l, Pb は 0.1 ~ 5.0mg/l の範囲で直線性が得られた。

2 検出下限, 定量下限

各金属の検出下限, 定量下限は表 1 のとおりであり、既に報告されている²⁾ものと概ね同様の値となった。

3 試料の測定及び添加回収試験

試料中の対象金属の濃度を測定した結果は表 2 のとおりで、Pb 以外の項目では水質基準の 10 分の 1 以下、Pb については水質基準を超えた試料が 3 検体あった。

添加回収試験の結果は表 3 のとおりで、回収率は、Pb 以外の項目では 93 ~ 109%, Pb については 65 ~ 102% であった。

4 共存物質による影響

共存物質の添加結果は表 4 のとおりで、共存物質による影響はほとんどみられなかった。

ま と め

1 検量線

検量線は各金属とも広範囲で直線性が得られた。Pb 以外の項目では、基準値より低い濃度 (Cd はほ

ば基準値の濃度) から直線性が得られ, 濃縮操作を行わずに基準値の濃度の測定ができることがわかった。Pb については, 0.1mg/l 以下の濃度では直線性が得られず, 10 倍濃縮により, 基準値の濃度の測定ができた。

2 添加回収率

飲料水 5 検体について対象金属の測定, 添加回収試験を行った結果, 回収率は概ね良好な結果が得られた。ただし, Pb については低いものがあった。

3 共存物質による影響

対象金属の測定において, Ca, Mg, Na, K による影響は特に認められなかった。

文 献

- 1) (社)日本水道協会: 上水試験方法(2001)
- 2) (社)日本水道協会: 上水試験方法(2001) 解説編

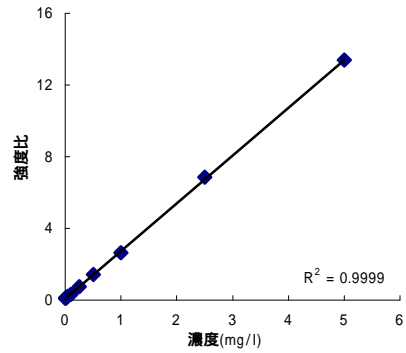


図 1-3 Fe 検量線

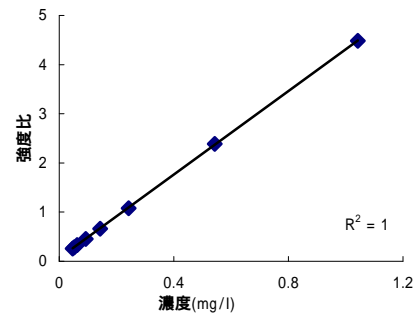


図 1-4 Cu 検量線

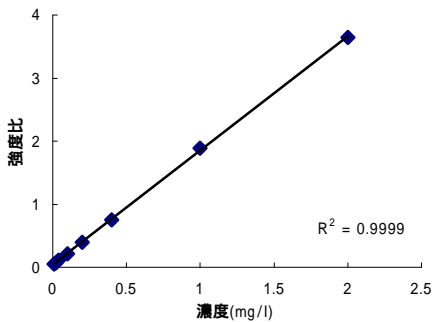


図 1-1 Cr 検量線

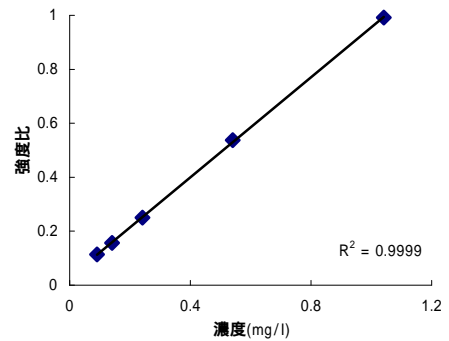


図 1-5 Zn 検量線

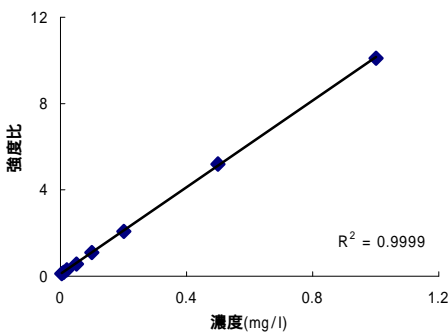


図 1-2 Mn 検量線

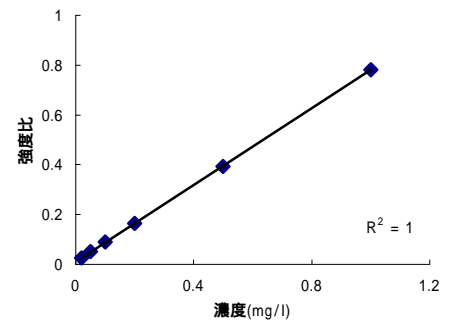


図 1-6 Cd 検量線

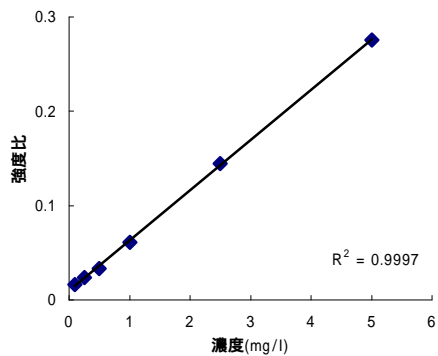


図 1-7 Pb 検量線

表 1 検出下限及び定量下限

	検出下限	定量下限
Cr	0.00083	0.0028
Mn	0.00019	0.00064
Fe	0.00031	0.0010
Cu	0.00062	0.0021
Zn	0.00067	0.0022
Cd	0.0014	0.0045
Pb	0.0069	0.023

単位：mg/l

表 2 試料測定結果

No.	Cr	Mn	Fe	Cu	Zn	Cd	Pb
1	<0.001	<0.0005	0.0046	0.021	0.006	0.002	<0.01
2	<0.001	<0.0005	0.0013	0.018	<0.005	<0.002	<0.01
3	0.003	0.028	0.030	0.0043	0.010	0.005	0.06
4	0.001	<0.0005	0.0019	0.0032	<0.005	0.002	0.02
5	0.002	0.0033	0.016	0.0029	0.006	0.004	0.03

単位：mg/l No.1,2,3：地下水 No.4：井戸水 No.5：表流水

表 3 回収率

No.	Cr	Mn	Fe	Cu	Zn	Cd	Pb
1	109	103	101	95	102	101	102
2	106	102	99	93	102	95	88
3	100	106	102	99	105	103	91
4	100	102	97	96	102	100	89
5	103	103	104	102	105	101	65

単位：% No.1,2,3：地下水 No.4：井戸水 No.5：表流水

表 4 共存物質による影響

添加量	Cr	Mn	Fe	Cu	Zn	Cd	Pb
K	10	0.099	0.099	0.098	0.097	0.096	0.99
	50	0.099	0.098	0.098	0.10	0.095	1.0
	100	0.10	0.097	0.098	0.10	0.10	0.90
Mg	10	0.10	0.097	0.099	0.098	0.10	0.96
	50	0.097	0.098	0.099	0.098	0.10	0.98
	100	0.10	0.095	0.092	0.096	0.10	1.0
Ca	40	0.098	0.098	0.098	0.10	0.11	1.0
	200	0.098	0.095	0.098	0.10	0.11	1.1
	400	0.087	0.095	0.099	0.10	0.12	1.1
Na	40	0.097	0.094	0.097	0.098	0.10	0.99
	200	0.10	0.098	0.098	0.10	0.11	0.98
	400	0.10	0.094	0.13	0.10	0.11	1.0

単位：mg/l