

〔研究報告編〕

大気浮遊ふんじん中の金属成分分析
における連続抽出法の検討Studies on continuous acid-extraction
method in analysis of air-borne metals

楠谷 義和* 五十嵐 清志*

Yoshikazu Kusuya and Kiyoshi Igarashi

はじめに

浮遊ふんじん中の金属成分分析については原子吸光法が多く用いられているが、試料の前処理方法のいかんによって、分析精度、迅速性などが大きく影響を受けることはいままでもない。また同時に、処理方法によっては分析作業の環境を悪化し、健康障害をきたすおそれも少なくない。このような意味から、従来用いられてきた抽出法¹⁾を改良し、閉鎖系で連続抽出する方法について検討を行った。

抽出方法の比較

従来の金属成分抽出方法は試料濾紙を塩酸または硝酸溶液中で加熱抽出する方法がとられている。酸溶液中の金属濃度がある程度高くなると平衡に達するため、それ以上抽出が進まないことが起こりうるが考えられる。また抽出された金属成分が溶液として濾紙中に多量に残るが、これを定量的に分離するためには、抽出済みの試料に無機酸を加えてふたたび加熱抽出し、放冷したのち濾別するという操作を何回も繰り返さねばならない。したがって時間、労力、無機酸の消費量が多いばかりでなく、有毒な無機酸の蒸気の吸入を避けられない濾過操作を何回も行わざるをえないため、健康管理の上からも問題があった。また開放系で酸を加熱するため、濾過、濃縮はもちろん、抽出もドラフト内でなければできなかった。

その点、著者らが採用した改良型連続抽出器(図1)では、つねに新しい無機酸で試料が洗われるため、抽出、ならびに固液分離が連続して行われ、その間ならぬ労力を必要としない。したがって濾過操作は1回で済み、し

かも抽出液は濾紙を含まないため、濾過時間も短縮される。また抽出液量も少量ですむため、濃縮時間が大巾に短縮される。抽出、放冷は完全密閉中で行われるため、装置をドラフト内にもちこむ必要がない。以上のように従来法と比較して多くの利点がある。表1は連続法と従来法の所要時間と使用試薬量の比較である。ここで時間は両法とも12試料を同時に処理する場合の時間、試薬量は1試料の抽出に要する試薬量を示す。

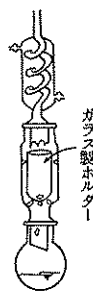


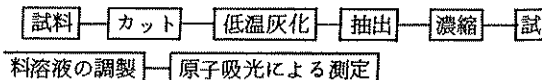
図1 連続抽出器

表1 連続法と従来法における所要時間
と使用試薬量の比較

		連続法	従来法
時 間	抽出	3 hr	3 hr
	濾過・洗浄	0.5 "	2 "
	濃縮	4~6 "	10~15 "
	合計	7.5~9.5 hr	15~20hr
試 薬 量	抽出 〔HCl (S.S.G)〕	30 ml	110 ml
	洗浄 〔HCl (5%)〕	50 "	50 "
	H ₂ O ₂ (30%)		15 "
	合計	80 ml	175 ml

実験操作

実験のフローシートは次のとおりである。その各々に
ついて次に記す。



(1) 試料 全国10地域で採取したハイボリュウムエア
— サンプラーの試料より、12試料を選んで使用。

* 日本環境衛生センター公害部大気課

(2) カット 捕集面 (7×9インチ) を3.5×4.5インチずつ1/4カットし(図2参照), A, Cを従来法, B, Dを連続法に使用.

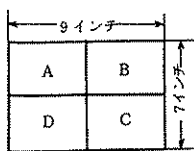


図2 濾紙のカット法

(3) 低温灰化 酸素プラズマによる低温灰化(75W-30分).

(4) 抽出

i) 従来法

試料をコニカルピーカー250mlに入れ, 塩酸(1+1)50mlおよび過酸化水素水(30%)5mlを加えたのち時計皿でおおい, 砂浴上で2時間加熱, 放冷後上澄液を別. コニカルピーカー中の残留物に, さらに塩酸(1+1)30mlを加え, ふたたび砂浴上で30分間加熱し, 放冷後濾過し, 濾液をさきの分と合わせる. この操作を数回繰り返す.

ii) 連続法

抽出装置のガラス製ホルダー中に試料を入れ, フラスコに塩酸(S.S.G.)30mlを加え, マントルヒーターを用いて加熱し, 180分間抽出を行う.

(5) 濃縮ならびに試料溶液の調製

濾液を砂浴上で約3mlになるまで濃縮, ついで水浴上に移し乾固近くまで濃縮する. これを硝酸(2+98)20mlで加温溶解し, 冷後メスフラスコ25mlに移し, 硝酸(2+98)を加えて25mlとし, これを試料溶液とする.

(6) 原子吸光による測定

日立208型原子吸光装置により測定.

分析結果

結果を図3に示す. ここで各試料間の比較を可能にす

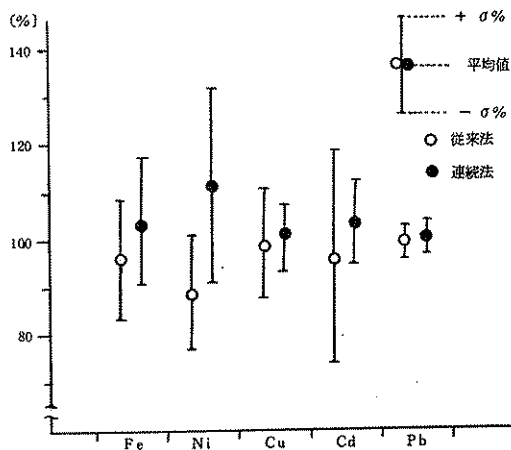


図3 従来法と連続法の比較

るため, 同一濾紙からカットしたA, B, C, D四つの試料(図2参照)の, 一つの金属に対応する四つの分析値の平均を100とおき, 各分析値をその平均値に対する百分率に変換して従来法と連続法に分け, それぞれ平均値と偏差を求めた.

図3から, 各金属成分とも抽出量は連続式の方が多いことはほぼ明らかであるが, 捕集濾紙上のローカリティーの問題があるため, 抽出効果および分析精度の差を明確にすることはできない. この点をさらに明らかにするため, 成分の均一性が統計的に確認されている浮遊粒子状物質AS-1について以下のような比較実験を行い, 合わせて連続法での最適抽出時間を検討するため, 抽出時間による抽出量の変化を調べた.

AS-1の分析

(1) 試料調製

AS-1を湿度50%に調整したデシケーター中において24時間放置したのち, その0.1gを精秤し, これをガラス製せいの濾紙(Toyo GB-100R 3.5×5インチ)に包み, 低温灰化処理を行ったものを試料とした.

(2) 試料数

従来法として10試料, 連続法として, 各抽出時間ご

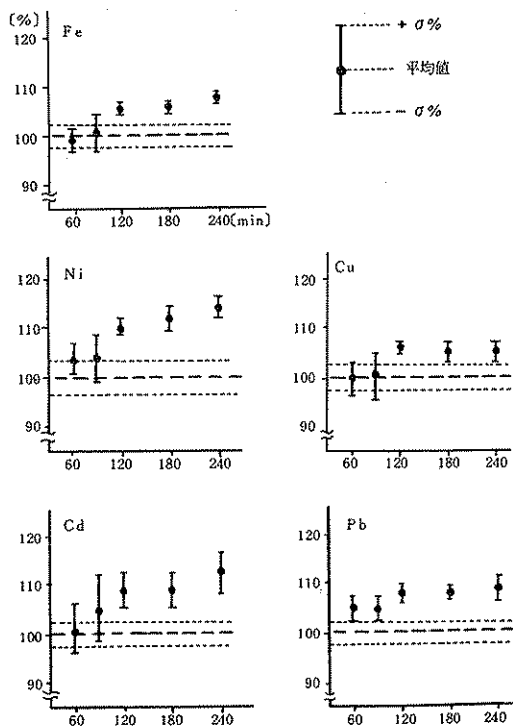


図4 連続法における抽出時間と抽出量の比較, および従来法の比較

とに5試料ずつ使用。

(3) 連続法の抽出時間

抽出の時間は、60, 90, 120, 180, 240分の5条件で行った。

分析結果と考察

従来法によって得られた分析値の平均値を100として、上記各抽出時間の平均値と標準偏差とを求めたところ、図4に示すような結果が得られた。

図4より、120分以上の連続抽出では、従来法と比較して明らかに高い値を示し、それ以上抽出を続けても、ほとんど変化しないことがわかる。また他の分析機関において、原子吸光法を用いて上記のAS-1を分析した結果と、改良型連続抽出法により240分間抽出を行って得た分析値のうち、銅と鉛について変動係数を求めて分析値の精度を比較してみると、他の分析機関で行った分析では銅3.6%、鉛2.0%であった。一方連続法によるそれぞれの値は2.0%、2.6%であり、ほぼ満足できる分析結果が得られている。

む す び

今回ここに提案した改良型連続抽出法を従来法とくらべると、次の点で利点をもっているといえる。

- ① 連続法は閉鎖系で抽出を行うため、抽出時における室内空気中の金属の混入を避けることができ、また酸の蒸気の漏洩も防止できる。
- ② 従来法では、かゆ状の濾紙くず中に多量に含まれている抽出溶液を完全に分離するために、十分な濾過ならびに洗浄操作の繰返しが要求されたが、連続法では抽出

操作の過程において、同時に濾過、洗浄が連続的に行われているため、定量的に抽出液が得られ、その結果上述のような精度の向上が認められたものと思われる。

③ 連続法では、従来法よりも多数の試料を短時間で処理することができ、また試薬の所要量も少ない。

文 献

- 1) U.S. Public Health Service: Procedures for the analysis of suspended Particulate matter collected on glass fiber filter (1963)
- 2) 昭和48年度環境庁委託研究『大気汚染物質簡易測定技術研究報告』簡易測定技術研究会, 116pp. 1974

Summary

The air-borne metals have been generally determined by atomic absorption spectrometry, in which the accuracy and precision are influenced remarkably by method of pretreatment used in advance.

Moreover, the conventional analytical procedures are suspected to lead laboratory environment to undesirable condition and to cause hazard to analysts.

In order to improve the analytical methods from above-mentioned reasons, we examined the continuous acid-extraction method in closed system, using high volume air samples and the Atmospheric Sample No.1(As-1) as a model sample.

As the results, the new method made possible to treat much more samples rapidly and easily as compared with the previous methods.