

発表日	平成 29 年 10 月 24 日 (火)	発表形式	講演
所属・氏名	下水道水質課 高岸 咲子		
発表名称	ヒ素・セレン分析における安定的な回収率を得るための前処理方法の検討		
ジャンル	改善事例	部門	その他

1. はじめに

下水道水質課では、下水及び汚泥試料中のヒ素及びセレンについて水素化物発生 ICP 発光分光分析法による定量分析を行っている。これまで、超純水にヒ素及びセレンの標準試薬を添加して精度確認を行っており、回収率 80%以上と良好な試験結果が得られてきた。しかし、実試料（下水処理水）に標準試薬を添加した場合では、回収率 70%程度に低下した。

JIS や下水試験方法によると、前処理として硝酸で煮沸後、ろ過を行うとされている。同法では、ろ過条件としてろ紙の種類（5B ろ紙）に関して規定があるものの、ろ液量やろ紙径に関しては明記されていない。

そこで、ろ過条件を中心に回収率との相関を調査し、当課が取り扱う実試料においても安定した回収率が得られるよう、前処理方法の最適化を検討した。

2. 検討内容と結果

従来の当課の前処理方法*として、試料 100 mL をコニカルビーカーに分取し、硫酸と硝酸を加えたのち、白煙が生じるまでサンドバスで加熱後、150 mm 径の 5B ろ紙を用い、ヒ素は 10 mL 以下、セレンは 15 mL 以下（公定法で定められた試薬を添加した最終的な量が 20 mL と 25 mL）となるようろ過を行っていた。回収率が安定しない理由として、分析対象成分の回収量が非常に少ないことによるろ過作業上のロスが考えられ、これを補うために、以下のろ過条件の検討を行った。

(1) 試料量の検討

試料量を増量し、ろ過による回収作業を容易にすることで、回収率の改善を試みた。実験手順を以下に示す。

試料 100 mL 及び **200 mL** をコニカルビーカーに分取し、硫酸と硝酸を加えたのち、白煙が生じるまでサンドバスで加熱後、150 mm 径の 5B ろ紙を用い、ヒ素は **10 mL** 及び **20 mL** 以下、セレンは **15 mL** 及び **30 mL** 以下になるようろ過を行った。これらの試料にそれぞれ公定法で定められた試薬を添加し、ヒ素は **20 mL** 及び **50 mL**、セレンは **25 mL** 及び **50 mL** に定容した後、水素化物発生 ICP 発光分光分析法による定量分析を行った。

2 種類の試料の回収率の比較を図 1 に示す。試料量を倍量にしても、回収率に変化は見られなかった。

(2) ろ過方法の検討

ろ液を十分に回収するため、ろ過の際に使用する器具を漏斗からシリンジに変更し、回収率の改善を試みた。実験手順を以下に示す。

試料 100 mL をコニカルビーカーに分取し、硫酸と硝酸を加えたのち、白煙が生じるまでサンドバスで加熱後、**150 mm 径の 5B ろ紙**及び **25 mm 径の ADVANTEC 社 DISMIC 25CS045AN (φ 25 mL、孔径 0.45 mm)** をセットしたシリンジを用い、ヒ素は 10 mL 以下、セレンは 15 mL 以下になるようろ過を行った。これ

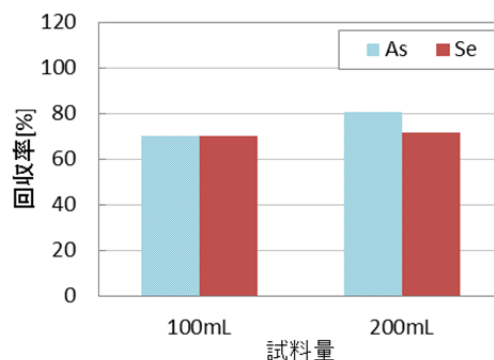


図 1 試料の分取量と回収率の関係

らの試料に公定法で定められた試薬を添加し、ヒ素は 20 mL、セレンは 25 mL に定容した後、水素化物発生 ICP 発光分光分析法による定量分析を行った。

2 種類の試料の回収率の比較を図 2 に示す。ヒ素・セレンともにシリンジを用いたものは 100% 近い回収率を得ることができた。

(3) ろ紙径の検討

シリンジを使用したろ過では回収率は確保できたものの、シリンジに試料を注ぎ入れることで作業効率が悪いいため、ろ紙の大きさに着目し、様々な大きさの 5B ろ紙を用い再度以下の実験を行った。

試料 100 mL をコンカルビーカーに分取し、硫酸と硝酸を加えたのち、白煙が生じるまでサンドバスで加熱後、**150 mm、110 mm、60 mm 及び 10 mm 径の 5B ろ紙**を用い、ヒ素は 10 mL 以下、セレンは 15 mL 以下になるようそれぞれろ過を行った。ただし、10 mm 径のろ紙は漏斗にセットできないため、シリンジにセットしろ過を行った。これらの試料にそれぞれ公定法で定められた試薬を添加し、ヒ素は 20 mL、セレンは 25 mL に定容した後、水素化物発生 ICP 発光分光分析法による定量分析を行った。

4 種類の試料の回収率の比較を図 3 に示す。ヒ素・セレンともにろ紙の径が小さいほど回収率が大きくなった。特に 60 mm 及び 10 mm 径のろ紙を用いたものは 100% 近い回収率を得ることができた。この結果より、径が大きいろ紙では試料のろ紙への吸着を十分に洗い流すことができず、回収率が下がるものと考えられる。

(4) 実試料（下水処理水）での精度確認試験

上記で用いた径が小さいろ紙は既製品がなく作業効率が悪いいため、回収率と作業性の両面から 90 mm 径の 5B ろ紙を用いることとし、実試料（下水処理水）での精度確認試験を行った。精度確認試験の結果を表 1 に示す。ヒ素、セレンの両試料において、100% 近い回収率を得ることができている。

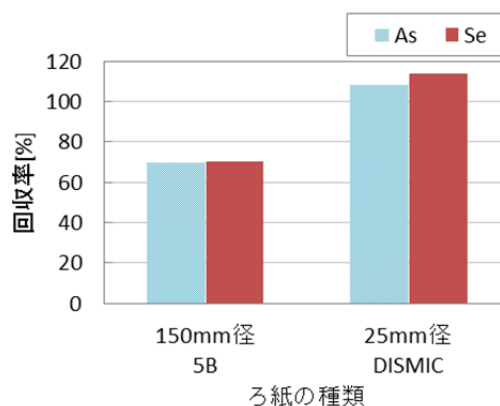


図 2 ろ過方法と回収率の関係

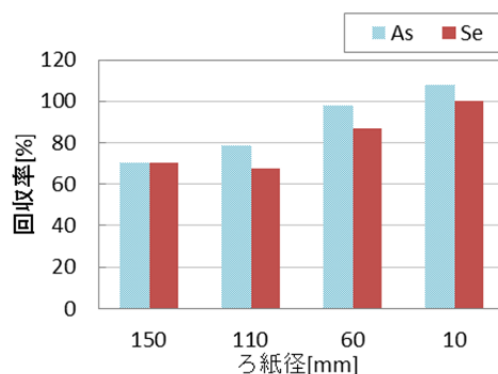


図 3 ろ紙の径と回収率の関係

表 1 90 mm 径ろ紙を用いた精度確認試験の結果

	回収率 [%]	
	As	Se
1回目	96	94
2回目	99	89
3回目	96	94
平均	97	92

3. まとめ

これらの実験結果より、ヒ素及びセレンの回収率が安定しなかった理由として、ろ過時のろ紙への吸着が考えられ、改善にはろ紙を小さくすることが非常に有効であることが明らかとなった。

(共同担当者)

福井 宏人、増田 俊男、國見 均

(参考文献)

*米本 豊 (2001) 「濃縮操作を必要とするヒ素・セレン測定における試料の分解方法について」