

HPLC-ICP-MS によるアンチモンの高感度スペシエーション分析について

大阪産業大学 O谷口省吾, 藤田達也, 林新太郎, 尾崎博明

Highly sensitive speciation analysis of antimony in environmental water by HPLC-ICP-MS by Shogo TANIGUCHI, Tatsuya FUJITA, Shintaro HAYASHI, Hiroaki OZAKI, (Dept. of Civil Eng., Osaka Sangyo Univ.)

1. はじめに

アンチモンは難燃剤の補助剤として用いられている。難燃剤で使用されるアンチモンは三酸化アンチモン、五酸化アンチモンなど酸化数の異なるアンチモンが使用されている。毒性については3価の方が高い。そのためアンチモンの環境影響の正確な評価を行うためには異なる価数のアンチモンの測定を行う必要がある。

そこで、本研究では、HPLC-ICP-MS(液体クロマトグラフ-誘導結合プラズマ質量分析)を用いたアンチモンのスペシエーション分析法の高感度化のために、3価と5価の分離, モニターイオンの選択, コリジョンセル使用による感度の変化について知見を述べる。

2. 分析条件

2.1 使用したアンチモンについて

3 価のアンチモンの標準物質としてビス[(+)-タルトラト]二アンチモン(III)酸二カリウム三水和物を用い, 5 価の標準物質としてはヘキサヒドロキソアンチモン(V)酸カリウムを使用した。検量線の作成にはこれらの物質を超純水に溶かして測定に用いた。

2.2 HPLC-ICP-MS の測定条件

アンチモンのスペシエーション分析には HPLC-ICP-MS (HPLC:1260Infinity, ICP-MS:Agilent7700x, いずれも(株)アジレント・テクノロジー製)を用いた。価数の異なるアンチモンを HPLC で分離し ICP-MS で検出する方法である。分離カラム, 移動相の調整など測定条件については文献¹⁾を参考にした。HPLC の条件を表 1 に示す。

移動相は炭酸水素アンモニウム 0.16g と酒石酸 6.08g を約 500ml の超純水に溶かし, アンモニア水で pH が 8.2 ± 0.05 の範囲に調整後 1000ml にしたものを用いた。用いた ICP-MS はコリジョンセルを有しており反応ガスにはヘリウムを用いた。

表 1 HPLC の測定条件

分離カラム	IonPac AG12A 4×50mm
ガードカラム	IonPac AS13A 4×200mm
カラム温度	40℃
流量	1.0ml/min
注入量	100 μl

3. 結果

3.1 3 価および 5 価アンチモンの分離

図 1 に 3 価および 5 価のアンチモンのクロマトグラムを示す。アンチモンの濃度はどちらも 1mg/L である。溶出が早いのは 5 価であり, 3 価との分離は良好である。

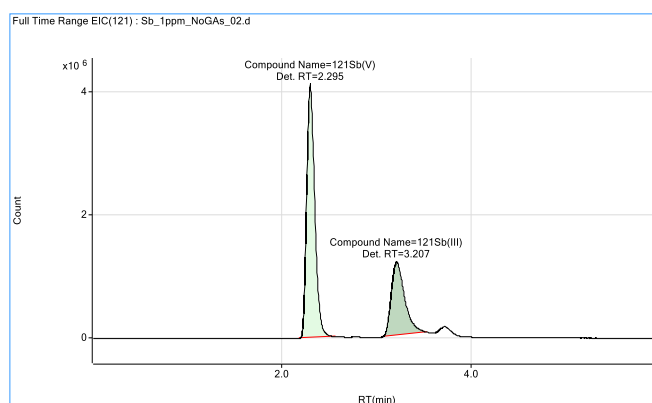


図 1 3 価および 5 価のアンチモンのクロマトグラム

3.2 モニターイオン

ICP-MS によるアンチモンの測定では ^{121}Sb と ^{123}Sb がモニターイオンとなる。イオン強度比は ^{121}Sb が 57.21%, ^{123}Sb では 42.79%である。 ^{123}Sb では ^{123}Te が妨害イオンとなるがイオン強度比が 0.89%であり、環境水中の Te の濃度は低いことからどちらもモニターイオンとして用いることができる。

3.3 コリジョンセルの使用

コリジョンセルを使用した場合の感度の変化は ^{121}Sb で 55~57%, ^{123}Sb では 58~60%に低下する。

移動相は高イオンの溶液であり, 感度の低下が懸念されたが検出の妨害とならなかった。したがって, サンプルに妨害となる成分が含まれていなければコリジョンセルを用いずに分析するほうが感度は高くなる。

4. 結論

HPLC-ISP-MS を用いてアンチモンのスペシエーション分析を行った。モニターイオンは ^{121}Sb , ^{123}Sb のどちらも測定可能である。コリジョンセルの使用については感度が低下することから試料中に妨害となる成分が含まれない場合については使用しないほうが高感度となる。

[参考文献]

- 1) Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec (2013). MA. 200 – Spéc. Mét. 1.1 pp.9-10,p16