RD2012

# 無機分析のための固相抽出法とその応用

○齋藤凜太郎・高柳 学・太田 茂徳（ジーエルサイエンス（株））

GL Sciences 支える、あらゆる分析を。 Supports all kinds of analysis.

Keywords：Solid Phase Extraction (SPE), Chelating Resin, Determination of metals, Inductively Coupled Plasma - Mass Spectrometry( ICP-MS) , X-ray Fluorescence（XRF）

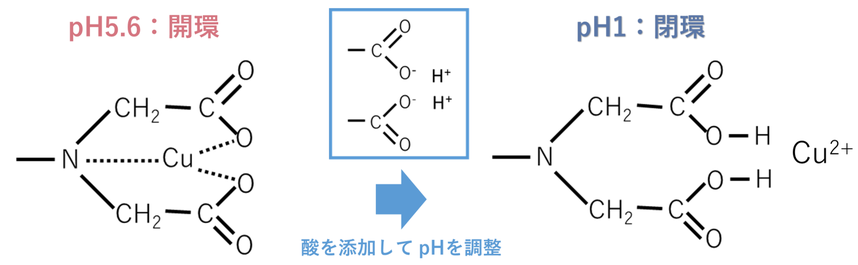
## はじめに

ジーエルサイエンス株式会社はクロマトグラフィー関連製品の開発・製造・販売を行っており、その製品は研究産業、ハイテク技術産業、製造部門、品質管理のユーザー様など幅広い分野で使用して頂いています。固相抽出法はクロマトグラフィーを用いた前処理法であり、多様な目的物質に合わせた様々な種類の分離剤を取り扱っています。本発表では、その中でも無機分析に焦点を当てて、キレート型固相 についてInertSep ME-2 を例に使い方とその応用法について紹介します。

## キレート型固相 InertSep ME-2 について

### ■ キレート型固相とは？

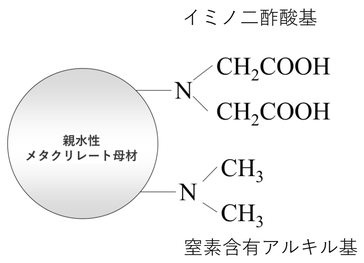
キレート型固相とは、キレート作用を持つ官能基を化学結合した分離剤です。キレート型官能基は、二座以上の配位子が金属イオンを挟み込むかたちで環を形成して、２価以上の金属類を選択的に保持します。この特徴から、アルカリ金属類の除去および２価以上の金属の濃縮に用いられます。イミノ二酢酸基はキレート型官能基の１種です。図の様にキレート剤は pH によって開環と閉環の状態を取ります。開環状態では２価以上の金属を保持しますが、閉環の状態では保持されず溶出してきます。




イミノ二酢酸型キレートによる $Cu^{2+}$ 保持、脱離イメージ

### ■ キレート型固相（InertSep ME-2）について

InerSep ME-2は改良型イミノ二酢酸型キレート固相が充填されたカラムになります。2価以上の金属に対して高い選択性を持つ一方で、導入された窒素含有アルキル基により アルカリ土類金属（$Mg^{2+}$ ,$Ca^{2+}$ ）の吸着を阻害します。




改良型イミノ二酢酸型キレート固相
InertSep ME-2の構造

**充填剤仕様**

| | |
|---|---|
| 平均粒子径 | 70 µm |
| 表面積 | 80 $m^2$/g |
| 細孔容積 | 0.5 mL/g |
| 細孔径 | 21 nm |
| イオン交換容量 | $Cu^{2+}$ ; 0.3 mmol/g |
| pH使用範囲 | 1～14 |
| 備考 | $H^+$イオン対 |

より詳細な情報は
ホームページを
参照ください。

下記条件下での吸着率

- 0.02 mol/L 酢酸アンモニウム水溶液
- （pH = 5.6）1 L に各金属が 10 ppb になる様に添加
- InertSepME-2（1 g /20 mL）に 20 mL/minで通液

| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | 17 | 18 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 1 H - | | | | | | | | | | | | | | | | | 2 He - |
| 2 | 3 Li 8% | 4 Be - | | | | | | | | | | | 5 B 52% | 6 C - | 7 N - | 8 O - | 9 F - | 10 Ne - |
| 3 | 11 Na (<5%)* | 12 Mg 10% | | | | | | | | | | | 13 Al 97% | 14 Si - | 15 P - | 16 S - | 17 Cl - | 18 Ar - |
| 4 | 19 K (<30%)* | 20 Ca 14% | 21 Sc - | 22 Ti 100% | 23 V 100% | 24 Cr 72% | 25 Mn 100% | 26 Fe 99% | 27 Co 100% | 28 Ni 100% | 29 Cu 100% | 30 Zn 100% | 31 Ga - | 32 Ge - | 33 As 22% | 34 Se - | 35 Br - | 36 Kr - |
| 5 | 37 Rb - | 38 Sr - | 39 Y - | 40 Zr - | 41 Nb - | 42 Mo 100% | 43 Tc - | 44 Ru - | 45 Rh - | 46 Pd - | 47 Ag - | 48 Cd 100% | 49 In - | 50 Sn 99% | 51 Sb 57% | 52 Te - | 53 I - | 54 Xe - |
| 6 | 55 Cs - | 56 Ba - | ランタノイド系 | 72 Hf - | 73 Ta - | 74 W - | 75 Re - | 76 Os - | 77 Ir - | 78 Pt - | 79 Au - | 80 Hg - | 81 Tl - | 82 Pb 100% | 83 Bi - | 84 Po - | 85 At - | 86 Rn - |
| 7 | 87 Fr - | 88 Ra - | アクチノイド系 | 104 Rf - | 105 Db - | 106 Sg - | 107 Bh - | 108 Hs - | 109 Mt - | 110 Ds - | 111 Rg - | 112 Cn - | 113 Nh - | 114 Fl - | 115 Mc - | 116 Lv - | 117 Ts - | 118 Og - |

| | | | | | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| ランタノイド系 | 57 La - | 58 Ce - | 59 Pr - | 60 Nd - | 61 Pm - | 62 Sm - | 63 Eu - | 64 Gd - | 65 Tb - | 66 Dy - | 67 Ho - | 68 Er - | 69 Tm - | 70 Yb - | 71 Lu - |
| アクチノイド系 | 89 Ac - | 90 Th - | 91 Pa - | 92 U 100% | 93 Np - | 94 Pu - | 95 Am - | 96 Cm - | 97 Bk - | 98 Cf - | 99 Es - | 100 Fm - | 101 Md - | 102 No - | 103 Lr - |

＊：(＜定量下限値)　20%以下　20%~60%　60~80%　80%以上

PlasmaCAL Multi-Elementシリーズ

SCPカスタム試薬（AQ0-160-310）＊
＊左記の試験には以下の試薬を使用しました

精度保証
（NISTトレーサブル）
×
試料調製の手間が削減
（オーダーメイド）

（参考）混合試薬の
サーティフィケーションシート

## 一般的なキレート型固相の使い方とその応用

### ■ キレート型固相の基本的な使い方（カラム法）

固相カラムの一般的な使い方は、コンディショニング⇒試料負荷 ⇒洗浄 ⇒ 溶出 の 4 STEPになります。一般的な使い方としては吸引マニホールドを使い通液処理して、2価以上の金属を吸着させた後に、溶出液をICP-OES,MSや原子吸光法により分析します。

**コンディショニング**
- メタノール　5 mL
- 2 mol/L 硝酸 10 mL
- 精製水 50 mL
- 酢酸アンモニウム 0.1 mol/L 10 mL

**試料**
- 酢酸アンモニウム 0.1 mol/L 程度に調整
- 場合によりアンモニア水、希硝酸 でpHを調整

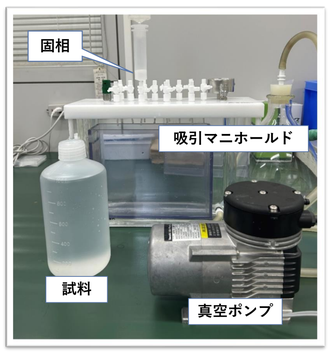
↓

**試料負荷**
- 1 ～ 20 mL/minで通液

**洗浄**
- 精製水もしくは酢酸アンモニウム 0.1 mol/L溶液

**溶出**
- 2M 硝酸 溶出
- 既定の濃度に定容

**測定：ICP-OES/ MS, AAS**




### ■ キレート型固相の応用（バッチ法）

応用的な方法として、バッチ法をご紹介します。こちらの手法では、カラムの状態では使用せずに、分離剤をそのまま溶液に添加します。添加した分離剤を攪拌して分散させることで、溶液中の元素を吸着させます。吸着させた分離剤は濾過鐘などを用いて分離して、蛍光 X 分析にて分離剤をそのまま分析します。

**試料**
- 酢酸アンモニウム 0.1 mol/L 程度に調整
- 場合によりアンモニア水、希硝酸 でpHを調整

↓

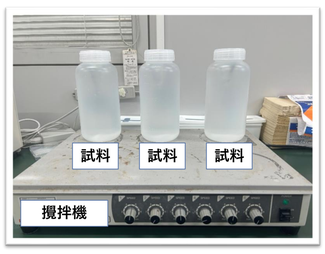
**分離剤添加**
- 15 ~60 min程度攪拌

↓

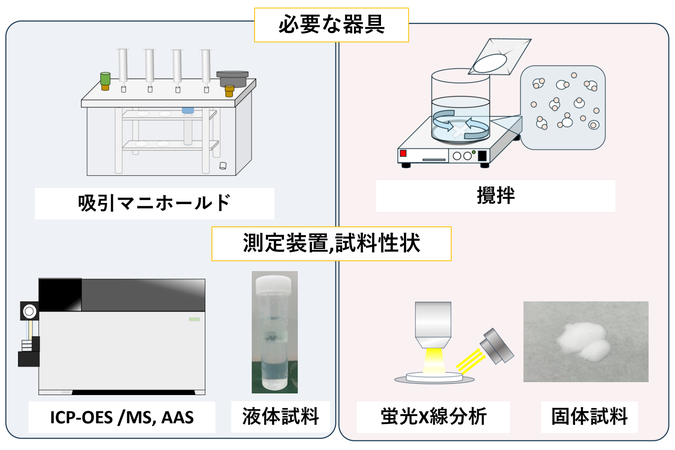
**ろ過**
- 1 µm程度の濾過フィルター
- 乾燥

↓

**測定：蛍光X線分析（XRF）**



### ■ 各手法の特徴まとめ




| 手法 | カラム法 | バッチ法 |
|---|---|---|
| 測定装置 | ICP-OES/ MS, AAS | XRF |
| 目的 | 精密分析 | スクリーニング分析 |
| 測定濃度目安 | ppq～ppb | ppb ~ ppm |
| メリット | 保持効率が良い | 難易度が低い |
| ランニングコスト | 高 | 低 |

## その他情報

### ■ GLサイエンスが取り扱うキレート型固相ラインアップ

今回、紹介させていただきましたイミノ二酢酸型キレート以外にも多様な分離剤をラインアップしております。分析用途に合わせて選択いただけますと幸いです。カラム型については、試供品フォームもございますのでぜひこの機会にお試しください。

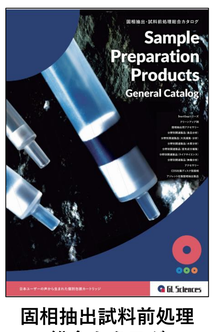
| シリーズ名 | 官能基 | 吸着容量, mmol/g | 用途 |
|---|---|---|---|
| InertSep ME-1 | イミノ二酢酸基型 | 0.3 ($Cu^{2+}$) | 汎用的なキレート樹脂 |
| InertSep ME-2 | 改良型イミノ二酢酸型 | 0.3 ($Cu^{2+}$) | 海水の脱塩など |
| MetaSEP CH-1 | ポリアミノカルボン酸型 | 0.9 ($Cu^{2+}$) | 遷移金属元素に除去 |
| MetaSEP CH-2 | 多価アルコール型（グルカミン酸型） | 0.7($B^{3+}$) | Ge, As, B の除去 |
| MetaSEP Muromacシリーズ* | その他 | - | - |

*近日販売開始予定

試供品
フォームはこちら

### ■ カタログ情報

展示ブースではカタログ資料もご用意しております。




固相抽出試料前処理
総合カタログ

無機分析カタログ