

危機事象発生時の緊急調査を想定した無機分析法の開発

桶谷嘉一

Development of Analysis Method of Inorganic Components Assuming Emergency Monitoring in Serious Situations

Yoshikazu Oketani

キーワード：無機成分，緊急調査，危機事象，ICP-MS

Key Words : Inorganic Components, Emergency Monitoring, Serious Situation, ICP-MS

はじめに

災害，事故等により環境および人の健康に深刻な影響を与える危機事象が発生した場合，原因を迅速に把握することが求められる．一部の重金属をはじめとした無機元素も危機事象の原因となるため，対応するために様々な試料に適した前処理，分析方法を平時より準備しておく必要がある．

本研究は，危機事象発生時の分析対象を環境試料および食品試料とし，無機元素の含有状況を迅速に確認するための分析法開発を目的とした．

調査方法

1. 検討対象

以下の試料を対象に検討した．

水質試料：河川水

大気試料：大気中粉じん

飲料：ミルクティー（ペットボトル），清涼飲料水（ペットボトル），コーヒー（ペットボトルおよびドリップ）

飲料以外：カレーライス（ルウおよび白米，いずれもレトルトパウチ食品），ギョーザ（調

大気環境グループ

理冷凍食品）

対象元素は，環境基準，指針値が定められている無機元素および健康被害が生じると考えられる無機元素を主な対象とした．

2. 使用機器等

今回，使用した機器，試薬等は以下のとおりである．

ICP-MS：Agilent社製 7800ICP-MS

ハイボリウムエアサンプラー：紀本電子工業株式会社製 120SL，（石英フィルター アドバンテック東洋株式会社製 QR-100 を使用）

可搬型サンプラー：柴田科学株式会社製 LV-40BW，（PTFE フィルター PALL Corporation社製 テフローフィルター 47 mm を使用）

マイクロウェーブ前処理装置：アントンパール社製 Multiwave PRO

凍結粉碎装置：robot coupe社製 Blixer3

硝酸：富士フィルム和光純薬株式会社製，電子工業用

フッ化水素酸：富士フィルム和光純薬株式会社製，超高純度試薬

過酸化水素水：多摩化学工業株式会社製，超

る方法（以下、「通常法」とする。）により、硝酸、フッ化水素酸、過酸化水素水によるマイクロウェーブ加熱分解を行っているが、危機事象発生時に対応するにあたり通常法の簡略化を検討した。通常法では測定機器に悪影響があるフッ化水素酸を使用するため、これを除去する必要がある。フッ化水素酸を使用しない手法が可能であれば、除去に要する時間を省略できるため迅速化につながると考えた。検討対象を県内3地点で行っている有害大気汚染物質モニタリング調査で採取した試料について、各地点試料について通常法とフッ化水素酸を用いない前処理法（省略法）の比較を行った（各地点 n = 1）。その結果、省略法ではいずれの試料についても通常法の 20%程度の値であった。このことから、フッ化水素酸が必須であることが分かったため、通常法を採用した（図3）。

また、試料採取についての検討も行った。通常法ではハイボリウムエアサンプラーを用いるが、大型で搬送が困難であるため、迅速法として小型の可搬型サンプラーの使用を検討した（表1）。また、当所で所有している可搬型サンプラーは3時間程度であればバッテリー駆動が可能であるため、迅速な対応が求められる危機事象発生時に適すると考えた。一方で、可搬型サンプラーを使用すると採取量が 1/25 程度になるため、フィルターに含まれる夾雑物の影響が大きくなる。そこで、夾雑物が少ない PTFE 製フィルターを使用した。

通常法との比較（24 時間採取）により相対値（迅速法/通常法）を求めた（n = 3）ところ、

58~99%の比率であった（図4）。以上より、可搬型サンプラーを用いた方法により大気中粉じん採取を行い、通常と同様の測定に供することができると考えた。

今回は通常時の大気中粉じん濃度が低く短時間採取では十分な濃度が得られないと考えられたため、短時間採取による測定を行わなかった。今後、危機事象発生時を想定し、短時間採取で対応できる方法の検証を進める予定である。

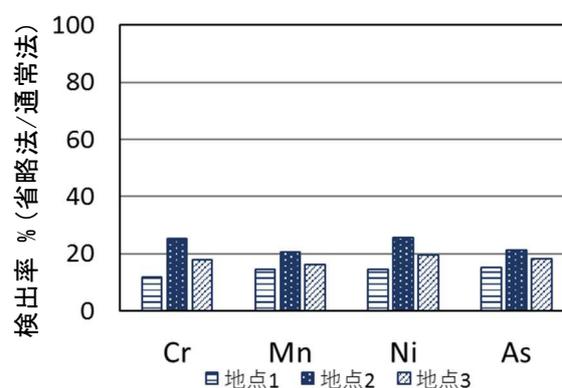
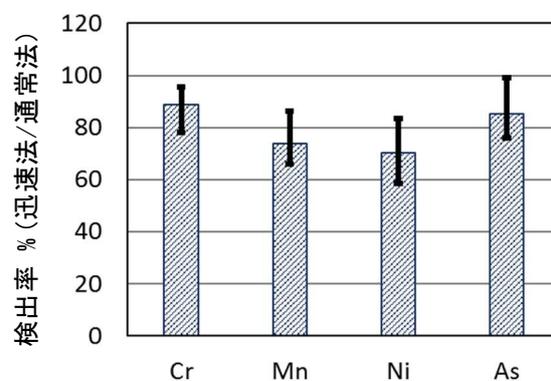


図3 フッ化水素酸未使用時の検出率



平均値を示す (n=3).
エラーバーは最小値, 最大値を示す.

図4 迅速法の検出率

表1 大気中粉じん採取法比較

	平常時 (通常法)	緊急時 (迅速法)
使用機材	ハイボリウムエアサンプラー	可搬型サンプラー
流量	1000 L/min	最大 40 L/min
重量	約 30 kg (モニタリング地点に設置)	約 5 kg (可搬型. 当所に保管)
使用する紙	石英 (ブランクの影響大)	PTFE (ブランクの影響小)

3) 食品試料前処理法について

食品試料については健康被害の原因となった成分を中心に Cr, Ni, Cu, Zn, As (飲料以外), Cd, Pb を対象に検討した。

食品は有機物を多く含むため酸分解が必要である²⁾。そこで、試料0.5 gに対し硝酸5 mL, 超純水3 mL, 過酸化水素水1 mL を添加した加熱分解をホットプレートとマイクロウェーブの2方法で検討した。ミルクティーおよびカレーライスについて1.5時間程度の加熱処理を行ったところ、いずれの試料についてもホットプレートでは沈殿が見られたが、マイクロウェーブを使用すると完全に溶液化することが確認できたため、後者の方法を採用することとした。マイクロウェーブ分解装置の条件を表2に示す。

飲料以外の固形物を含む食品試料については流動性が無く、測定に供する量が試料全体に対して僅か(0.5 g程度)であるため、試料の均質化が求められる。カレーライスについて攪拌による均質化を試みたが、固形物が残り、食品中の成分測定結果にばらつきが見られた成分があった。そこで、ドライアイスによる凍結粉碎法³⁾による均質化を検討したところ、固形物を含めほぼ均等な細かい粒子になり、測定結果からばらつきの改善を確認できたため、固形物を含む食品試料の場合は、マイクロウェーブ分解の前に凍結粉碎による均質化を行う方法を採用した(図5)。

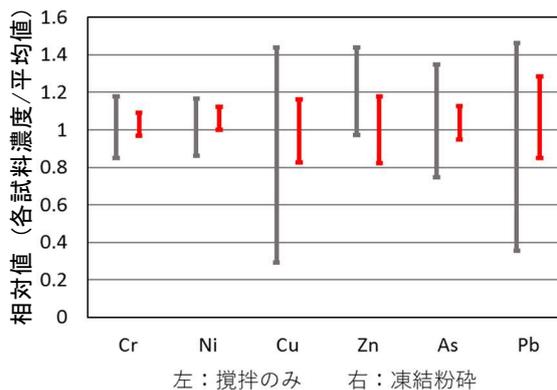
確認のため、検討した方法による添加回収試験を行った。飲料については、ミルクティー、清涼飲料水、コーヒー(2種)を用い、有機金

表2 マイクロウェーブ分解装置条件

ステップ	出力	時間
1	500 W	15 分
2	750 W	10 分
3	750 W	30 分
4		70 °Cまで冷却

属標準を分解直前に試料へ添加し回収率を確認したところ、79~120%の良好な回収率が得られた(図6)。

飲料以外の食品試料については、カレーライスおよびギョーザに対し、分解時の回収率を有機金属標準およびAs標準液を用いて回収率を確認した結果、回収率が89~121%であり、危



平均値を基準に相対値を算出。
最小値, 最大値を示す。(n=3)

図5 カレーライス均質化の検討結果

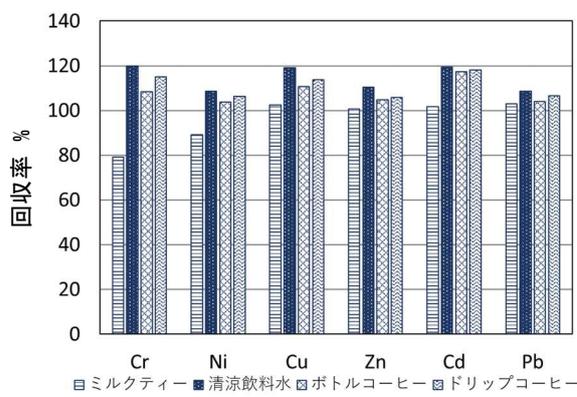


図6 食品試料(飲料)の回収率 (n=1)

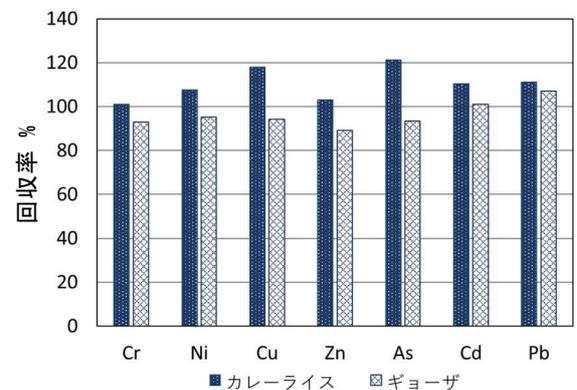


図7 食品試料(飲料以外)の回収率 (n=1)

機事象の対応が可能と考えた（図7）。

以上のことから、食品試料について均質化から溶液化を2時間程度で完了する前処理方法を確立できたと考えた。今後、危機事象が発生した場合は今回検討した方法を採用することとした。

ま と め

本研究において、水質、大気、食品試料について ICP-MS を用いた無機成分の迅速測定法を検討し、本県における危機事象発生時の無機成分の迅速測定法を確立できたと考えた。また、県内で生じた水質事故に対し、本研究で検討した方法を用いることで原因物質の推定すること

ができた。

今後は、危機事象時を想定した採取法の改良および更なる迅速化、確実性の向上を進めたいと考えている。

文 献

- 1) 環境省水・大気環境局大気環境課，有害大気汚染物質等測定方法マニュアル 2019.3
- 2) 芦塚由紀，他：マイクロウェーブ分解装置を用いた重金属の迅速分析法の検討，福岡県保健環境研究所年報，36，61-66，2009
- 3) 新宅沙織，他：加工食品中の農薬一斉分析法の検討，和環衛研年報，65，39-42，2019