

ISO/IEC Guide25 に基づく重金属分析の精度保証

化学部 笠作欣一, 松永一彦, 西 和枝, 神野好孝

目的

分析値の精度に対する要求が国内外で高まっており、既に欧米諸国の分析機関は1990年に改正されたISO/IEC Guide25に基づき、分析値の国際標準化と分析の信頼性向上を目指しています。

当センターにおいても分析値の国際標準化を目的にISO/IEC Guide25に規定されているトレーサビリティ(国家計量標準に関連づけられた)を確保された標準物質で国際標準物質(SRM)の重金属分析を行い、分析値の評価を行いました。

また、ガラス器具洗浄の違いによる分析値への影響を比較しました。

実験**1 重金属の前処理における添加回収****(1) 硫酸+過酸化水素水分解法**

トレーサビリティが確保された標準物質水溶液(13種混合)を用いて、前処理における添加回収実験を行いました。50ppmの標準液を分解フラスコに5mL添加し、液試料を高温硫酸下で分解する方法(440℃で1時間)と同様に処理を行いました。

(2) 硝酸+加圧分解法

(1)と同様にテフロンビーカーに標準物質と硝酸を入れ、14時間加圧酸分解処理を行いました。

2 NIST-SRM1633b(フライアッシュ)の分析

分析保証値が確保されたNISTの標準物質を1の(1)法と(2)法で原子吸光分析を行い、また、蛍光X線分析でも分析を行い比較しました。

結果及び考察

添加回収実験は、両法とも結果は良好で、一部の重金属で105%を超えた物質もありましたが、概ね良い一致を示していました(表1)。NISTのSRMは無機試料であったため、シリカ成分をはじめ、硫酸分解では完全に分解されず、加圧酸分解でも残査が見られました。分析値も保証値とかけ離れている物質が特に硫酸分解法で認められましたが、蛍光X線法では概ね良い一致を示していました(表2)。ガラス器具の洗浄別では、硝酸処理していないガラス器具で添加回収率の低下が認められ(表3)、ピペットの容量にも影響を与えていることが窺えました(表4)。

表1 添加回収実験

金属名	硫酸分解	加圧酸分解
Na	112%	109%
Mg	106%	— ^{*1)}
K	108%	104%
Ca	104%	—
Cr	92%	—
Mn	100%	96%
Fe	107%	—
Cu	97%	—
Zn	99%	102%
Ag	102%	—
Cd	99%	98%
Pb	105%	101%
Ni	101%	98%

*1) 装置のトラブルにより未測定

表2 NIST 1633b 保証値と方法別分析値一致率

金属名	保証値	硫酸法	加圧法	蛍光X線
Al	15.05%	— ^{*1)}	— ^{*1)}	99%
Ca	1.51%	—	—	106%
Fe	7.78%	38%	89%	106%
Mg	0.482%	—	—	116%
K	1.95%	50%	103%	96%
Si	23.02%	—	—	100%
Na	0.201%	100%	91%	161%
Ti	0.791%	—	—	110%
Mn	131.8 ^{*2)}	8%	112%	—
Cr	198.2 ^{*2)}	5%	75%	—
Cu	112.8 ^{*2)}	80%	106%	—

*1) 未測定 *2) 単位は mg/kg

表3 硝酸未洗浄フラスコの回収率

金属名	洗浄済み	未洗浄
Na	112%	87%
K	104%	84%
Cr	92%	67%
Mn	108%	78%
Ag	102%	85%

表4 5ml ホールピペットの洗浄別内容量の差

ピペット No	洗浄済み	未洗浄
1	4.9742g	—
2	4.9926g	—
3	4.9949g	—
4	—	4.9684g
5	—	4.9750g
6	—	4.9885g