

酸循環分解装置を用いた家庭用品中の有機水銀化合物の分析

瀬村俊亮*, 中川和子**, 伴埜行則*

Analysis of the organic mercury compound in the household articles using the acid circulation resolution device

Shunsuke SEMURA, Kazuko NAKAGAWA, Yukinori BANNO

Abstract

In our research institute, the quantity of the organic mercury compound contained in household articles was analyzed in accordance with the official analytical method. However, there are some problems such as the low recovery rate, the low reproducibility and high cost. Moreover, there is a fault of using the carbon tetrachloride which is strongly toxic and use is restricted. Therefore we tried the new method using the acid circulation resolution device. We tried eight kinds of samples, such as a diaper, wax and shoe polish. As a result, the high recovery rate was obtained and deviation in a result was very small. From this, it may be said that the preprocessing using the acid circulation resolution device is very effective mean in analysis of the organic mercury compound in household articles.

Key Words

有機水銀化合物 the organic mercury compound, 家庭用品 household articles, 酸循環分解装置 the acid circulation resolution device

1 はじめに

衣類などの家庭用品の加工には種々の化学物質が用いられているが、それらの化学物質は様々な利点をもたらす一方で、皮膚障害などの事故をもたらすこともある。そういった化学物質のひとつに水銀が挙げられる。水銀は常温で液体の性質を持つ唯一の金属であり、様々な用途に用いられてきた。しかし、水銀、その中でも特に有機水銀化合物には神経系に障害を与える作用があることが分かり、保健衛生上の観点から、「おしめ、おしめカバー、靴下などの繊維製品、ならびに家庭用の塗料、接着剤、ワックス、靴墨あるいは靴クリーム中から水銀として $1\mu\text{g/g}$ 以上検出されてはならない」という基準¹⁾が設けられた。

そこで、本研究所においても家庭用品中の有機水銀化合物の分析を公定法により行っていた²⁾。しかし、公定法では、添加回収における回収率が低い、再現性が低い、特にペンキなどの検体では器具が再使用出来なくなりコストがかかる、手間がかかる等の問題点があった。また、毒性が強く、その使用が制限されている四塩化炭素を使うという欠点があった。そこで今回、前処理に酸循環分

解装置³⁾⁻⁸⁾(図1)を用いた方法を新たに検討した。公定法では試料中の有機水銀のみを抽出・分析するのに対し、酸循環分解装置を用いた方法では、試料中に存在する有機水銀を全て無機水銀に分解し、もとある無機水銀との合計量を算出するというものである。この方法では公定法に比べて高い値が算出されると考えられるので、この方法により得られた値が基準値以内であれば、その検体は基準を満たしていると言える。

2 方法

(1) 試薬

有機水銀標準原液として酢酸フェニル水銀(東京化成工業)18.53 mgを正確に量り採り、精製水に溶かし108.2 mLに定容した(100 ppm)。

検量線用水銀標準液は有機水銀標準原液を精製水にて希釈し、1 ppmの標準液を調製した。

その他、塩酸(関東化学)、硝酸(関東化学)、硫酸(ナカテス)、過マンガン酸カリウム(和光純薬)、過硫酸カリウム(和光純薬)及び塩酸ヒドロキシルアミン(関東化学)を用いた。

(2) 機器

酸循環分解容器:株式会社アクタック製 OD-98-100
水銀測定装置:平沼製 MERCURY ANALYZER HG-200

(3) 検査方法

* 京都市衛生環境研究所 生活衛生部門

** 京都市衛生環境研究所 環境部門

ア 試験溶液の調製 (図2)

検体 0.1 g を酸循環分解容器に量り採り，硝酸 12 mL 及び硫酸 2 mL を分解容器に添加して捕集容器を装着した。捕集容器に 5%硝酸 5 mL を容器上部から加え，一晩放置した (10 時間半)。そして 220°C で約 11 時間分解し (溶液が透明になるまで適宜延長)，分解液をチューブに移して，精製水で 50 mL にメスアップした。

イ 湿式灰化 (図3)

試験溶液全量 (50 mL) を水銀測定用 200 mL 三角フラスコに移し，精製水で 100 mL にメスアップした。そこに硝酸 2.5 mL，硫酸 5 mL を混合し，さらに 5

(w/v%) 過マンガン酸カリウムを 10 mL 加え攪拌した。そして，5 (w/v%) 過硫酸カリウムを 5 mL 加えて，95°C 水浴で 2 時間加熱した。水浴から出して水冷し，10 (w/v%) 塩酸ヒドロキシルアミンを 4 mL 加え，精製水で 100 mL にメスアップした。

ウ 標準溶液

酸循環分解容器に水銀量が 5, 50, 100, 200 ng になるように検量線用水銀標準液を量り採り，以降は試験溶液と同様の操作を行った。



図1 酸循環分解容器

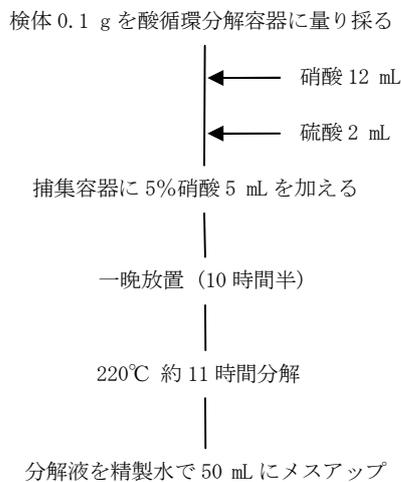


図2 酸循環分解容器を用いた試験溶液の調製

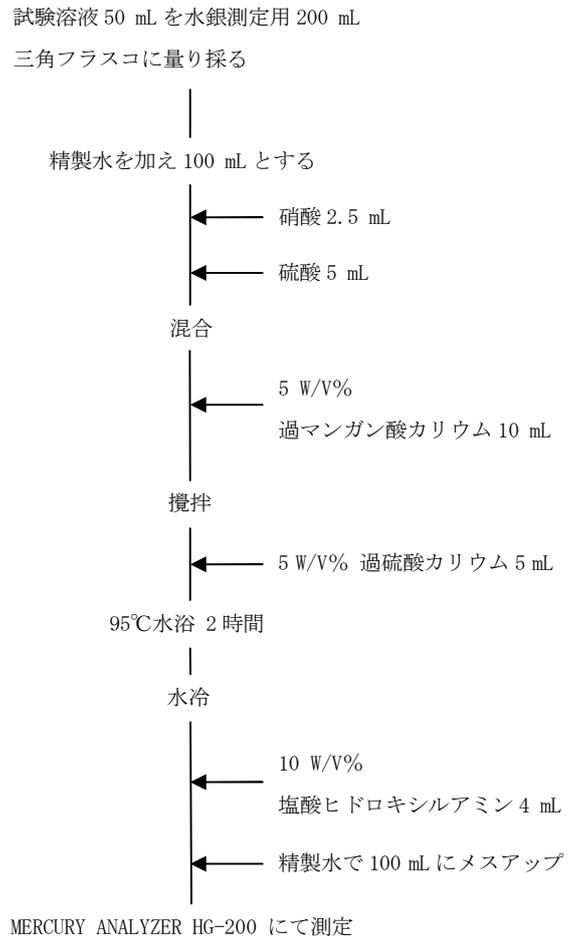


図3 湿式灰化

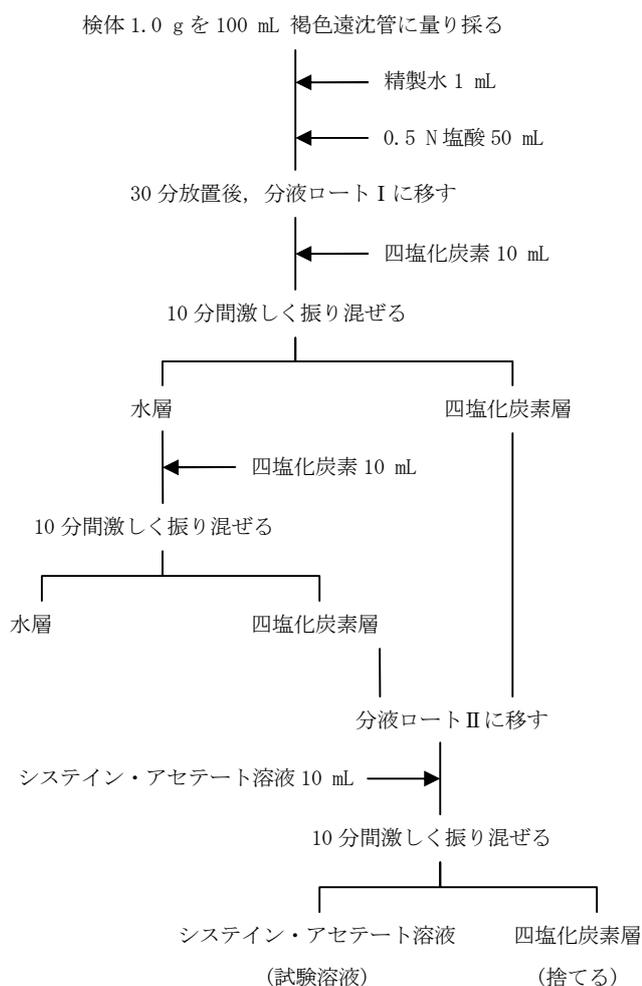


図4 公定法による試験溶液の調製

3 結果および考察

(1) 公定法での添加回収試験

平成13年から平成21年の間に公定法(図4)により行われた、有機水銀化合物の検査における添加回収試験の結果を表1に示す。おしめ、ワックス、靴クリーム、でんぷんのり、靴墨及び衛生パンツの6種類の検体で添加回収試験が行われ、平均回収率は69.3-82.3%とやや低かった。また、おしめ、靴クリーム、でんぷんのり、靴墨については結果のばらつきが非常に大きかった。

(2) 酸循環分解装置を用いた添加回収試験

酸循環分解装置を用いた添加回収試験の結果を表2に示す。公定法で検査された6種類の検体に、スティックのり、ペンキを加えた8種類において検討を行った。結果、平均回収率は90.9-100.7%と高い値が得られ、また8種類全ての検体でばらつきは非常に

小さかった。

これらの結果より、有機水銀化合物の分析において、今回検討を行った酸循環分解装置を用いた前処理は、非常に有効な手段であると思われる。

4 参考文献

- (1) 厚生省令：第34号，昭和49年。
- (2) 保健衛生安全基準 家庭用品規制関係実務便覧：昭和50年5月30日。
- (3) Actac 酸循環分解容器 製品紹介パンフレット
- (4) 平井昭司：現場で役立つ環境分析の基礎，2009。
- (5) 上本道久：ICP 発光分光・ICP 質量分析の基礎と実際，2008。
- (6) 日本土壌肥料学会：土壌環境分析法，1997。
- (7) 日本食品科学工学会，新・食品分析法編集委員会：新・食品分析法，1996。
- (8) 日本規格協会：JISハンドブック38，1997。

表1 公定法での添加回収率

| 検体名 | 検体数 | 平均回収率 (%) ± | |
|--------|-----|-------------|--|
| | | S. D. | |
| おしめ | 11 | 76.7 ± 18.2 | |
| ワックス | 2 | 82.3 ± 2.5 | |
| 靴クリーム | 2 | 69.3 ± 14.3 | |
| でんぷんのり | 2 | 79.2 ± 13.9 | |
| 靴墨 | 3 | 70.1 ± 22.6 | |
| 衛生パンツ | 2 | 71.8 ± 2.5 | |

表2 酸循環分解装置を用いた添加回収率

| 検体名 | 検体数 | 平均回収率 (%) ± | |
|---------|-----|-------------|--|
| | | S. D. | |
| おしめ | 3 | 98.5 ± 1.6 | |
| ワックス | 3 | 92.6 ± 3.7 | |
| 靴クリーム | 3 | 98.7 ± 2.0 | |
| でんぷんのり | 3 | 99.4 ± 0.5 | |
| 靴墨 | 3 | 99.5 ± 2.5 | |
| 衛生パンツ | 3 | 90.9 ± 5.1 | |
| スティックのり | 3 | 97.2 ± 1.8 | |
| ペンキ | 3 | 100.7 ± 1.2 | |