

## 日本分析化学学会第 67 年会

横 谷 憲

Ken YOKOTANI

物質化学専攻修士課程 1 年

### 1. はじめに

私は 2018 年 9 月 12~14 日に東北大学川内キャンパスで行われた日本分析化学学会第 67 年回に参加し、『ニッケルイオンの電気化学分析における電極システムの調査』と題し、ポスター発表を行った。

### 2. 研究背景

電気化学分析であるストリッピングボルタンメトリー (SV) は、環境水中の重金属イオンの定量によく用いられている。従来、重金属イオンの SV は、作用電極として水銀ベースの電極 (滴水水銀電極、水銀フィルム電極) が主に用いられてきた。しかし、近年では水銀の強い毒性が問題視されており、代替となる電極が模索されている。本研究では、グラッシーカーボン (GC) およびプラスチックフォームドカーボン (PFC) を作用電極とし、国際癌研究機関で人に対して発癌性が認められている Ni を環境基準  $0.17 \mu\text{M}$  より高感度に測定する方法を調査した。

### 3. 実験

SV は目的成分が電極上に析出する電位を一定時間印加して電解濃縮 (酸化あるいは還元) した後、目的成分が再酸化あるいは再還元する電位を掃引し、その時流れるピーク電流 ( $I_p$ ) を電位の関数として測定することで目的成分を定量する方法である。Ni の定量は三電極式で行った。作用電極として GC あるいは PFC 電極を用いた。参照電極として Ag/AgCl (3.3 M KCl) 電極 (SSE)、対極として白金線をそれぞれ用いた。測定の際は感度を向上させるために作用電極を回転させて測定を行った。

### 4. 結果と考察

PFC 電極を用いて  $0.1 \text{ M}$  KCl 水溶液中の  $10 \mu\text{M}$   $\text{Ni}^{2+}$  の SV を行うと Ni の再酸化に起因するピーク電流が二つ確認された (Fig.1 (a)). また、 $0.1 \text{ M}$  KCl 水溶液中の  $10 \mu\text{M}$   $\text{Cd}^{2+}$  の SV を行うと、 $-0.5 \text{ V}$  付近にピーク電流が確認された (Fig. 1 (b)).  $\text{Ni}^{2+}$  および  $\text{Cd}^{2+}$  の再酸化反応の電位が近いため、 $\text{Ni}^{2+}$  と  $\text{Cd}^{2+}$  が共存する溶液を測定した場合、互いの重金属イオンの定量が困難になる。そのため、重金属が共存している溶液で同時測定をする際は、一つの重金属につきピークが一つ確認されることが望ましい。

$\text{Ni}^{2+}$  によるピーク電流を一つにするため、錯化剤 (NaSCN) の効果を検討した。 $0.1 \text{ M}$  KCl と  $0.01 \text{ M}$  NaSCN 水溶液中の  $10 \mu\text{M}$   $\text{Ni}^{2+}$  の SV を行うと一つのピーク電流が観察された (Fig. 2)。これは、錯化剤を加えることによって  $\text{Ni}^{2+}$  が  $\text{SCN}^-$  と安定な錯体を形成したため、ピークが一つになったと考えられる。

PFC 電極と GC 電極の性能比較を行うと、PFC

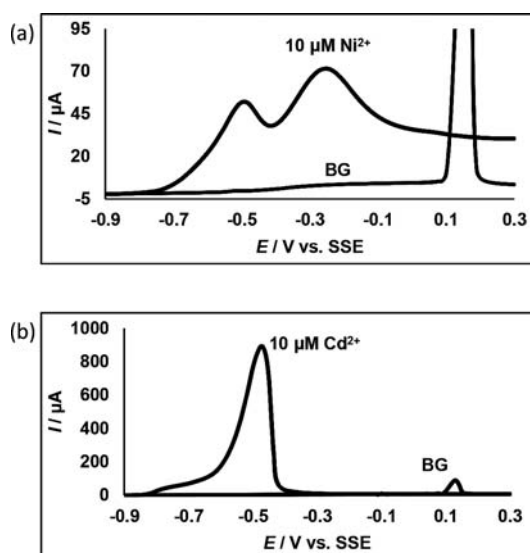


Fig. 1 PFC 電極を用いた  $0.1 \text{ M}$  KCl 水溶液中の  $10 \mu\text{M}$   $\text{Ni}^{2+}$  (a) あるいは  $\text{Cd}^{2+}$  (b) の SV で得られたボルタモグラム。

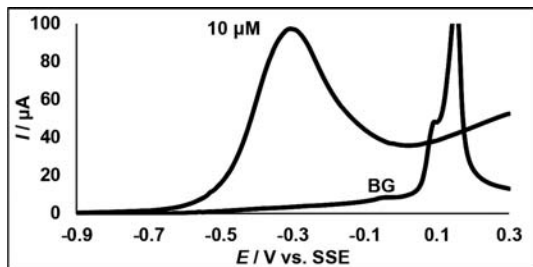


Fig. 2 PFC 電極を用いた 0.1 M KCl と 0.01 M NaSCN 水溶液中の 10  $\mu\text{M}$   $\text{Ni}^{2+}$  の SV で得られたボルタモグラム.

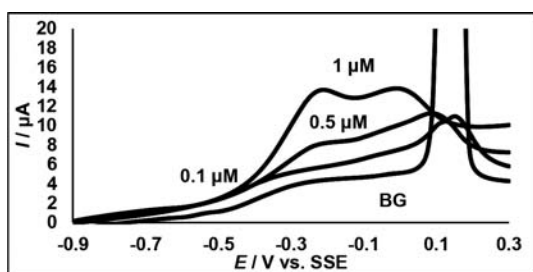


Fig. 3 PFC 電極を用いた 0.1 M KCl と 1 mM NaSCN 水溶液中の 1~10  $\mu\text{M}$   $\text{Ni}^{2+}$  の SV で得られたボルタモグラム.

電極の方が  $I_p$  が約 1.6 倍、バックグラウンドが約 1/5 になった。このことから、 $\text{Ni}^{2+}$  の SV には PFC 電極の方が優れていると考えられる。

以上の結果から、PFC 電極を用いて 0.1 M KCl

と 1 mM NaSCN 水溶液中の 1~10  $\mu\text{M}$   $\text{Ni}^{2+}$  の SV を行ったところ、1  $\mu\text{M}$  で Ni の再酸化に起因するピークが確認できた (Fig. 3)。0.5  $\mu\text{M}$   $\text{Ni}^{2+}$  ではピークが確認できないものの、Ni の再酸化に起因する酸化電流は確認できた。

## 5. まとめ

今回の調査において、錯化剤 NaSCN を加えることによってピークが一つになり、GC 電極より、PFC 電極の方が  $\text{Ni}^{2+}$  の SV に適していることが分かった。しかし、これらの条件では Ni の環境基準である 0.17  $\mu\text{M}$  を測定することができない。今後は、NaSCN 以外の錯化剤 (ジメチルグリオキシムなど) や測定条件を変更して 0.17  $\mu\text{M}$  より高感度に測定できるようにすることを目指す。

## 6. おわりに

初めての学会で緊張しましたが、発表を行っている間に緊張もほぐれ、ポスターを見に来た人にうまく説明をすることができた。今回の学会で頂いた貴重な意見を今後の研究に生かしたいと思う。

最後に、今回発表を行うにあたり終始ご指導ご鞭撻を頂いた糟野先生、XPS の測定を手伝って頂いた藤原先生に、心より御礼を申し上げます。