

ICP-AES による金属元素分析の検討

中富 光信 馬部 文恵
橋本 和久 尾川 健

小中ゆかり 常政 典貴
今村 光徳

はじめに

工場・事業場排水における金属元素分析は、フレイム原子吸光度法が一般的であるが、このフレイム原子吸光度法は、前処理が煩雑であり、化学干渉が起こりやすいという欠点がある。

そこで今回、ICP-AES(誘導結合プラズマ-原子発光分析)装置による有害金属多元素分析の検討を行い、若干の知見を得たので報告する。

方 法

1 装置

ICP-AES 装置は島津 ICPS-8000 を使用した。測定条件は表 1 に示した。

表 1 ICP-AES 装置の測定条件

高周波出力	1.2 kW
クーラントガス	14 l/min
プラズマガス	1.2 l/min
キャリアガス	1.00 l/min
ページガス	3.5 l/min
トーチ高さ	15 mm

2 分析方法

(1) 分析条件の検討

a チェンバーの検討

試料導入部であるチェンバーを二重管式から、サイクロン方式に交換しそれぞれの元素に対する検出限界(DL)と定量限界(LQD)を調べた。この検査にはアドバンテック GSH-200 で精製した蒸留水を使用した。

検出限界、定量限界の計算方法については以下の式を用いた。¹⁾

$$\text{検出限界(DL)}=3 \times \sigma_b \times k$$

$$\text{定量限界(LQD)}=10 \times \sigma_b \times k$$

σ_b : バックグラウンドの発光強度の標準偏差

k: 各元素の検量線の傾き

b 水の検討

従来、使用していたアドバンテック GSH-200 で精製した蒸留水から、Milli-Q 水に変更して、

それぞれの元素に対する検出限界と定量限界を調べた。

c 最適分析波長の検討

各元素で最も感度の良い 3 波長において、妨害元素として金属元素 1 mg/l を含んだ溶液を測定し分光干渉と感度の面よりその元素分析に最適な波長を決定した。

(2) 前処理操作の検討

酸分解-溶媒抽出-フレイム原子吸光法では前処理が煩雑であるので、酸分解から直接 ICP-AES に導入するという方法について検討を行った。

3 結果

(1) 分析条件の検討結果

チェンバーの違いによる検出限界、定量限界の計算値を表 2 に、水の違いによる検出限界、定量限界の計算値を表 3 に、各元素における妨害元素とその時の濃度を表 4 に示す。

a チェンバーの検討

表 2 の結果より、従来使用してきた二重管式のチェンバーよりもサイクロン式のチェンバーのほうが感度が良いことがわかった。

表 2 チェンバーの違いによる DL, LQD (mg/l)

元素	サイクロン方式		二重管式	
	DL	LQD	DL	LQD
B (249.773nm)	0.001	0.004	0.007	0.025
Cr (267.716nm)	0.0004	0.001	0.001	0.005
Mn (257.610nm)	0.001	0.004	0.002	0.007
Fe (259.940nm)	0.0002	0.0009	0.0004	0.0016
Ni (341.477nm)	0.005	0.017	0.002	0.007
Cu (324.754nm)	0.0004	0.0016	0.001	0.004
Zn (213.856nm)	0.001	0.004	0.001	0.004
Cd (228.802nm)	0.0007	0.0024	0.001	0.005
Pb (216.999nm)	0.016	0.056	0.021	0.073

表 3 水の違いによる DL , LQD (mg/l)				
元素	蒸留水		Milli-Q 水	
	DL	LQD	DL	LQD
B (249.773nm)	0.0012	0.0042	0.00024	0.0008
Cr (267.716nm)	0.0004	0.0014	0.00044	0.0014
Mn (257.610nm)	0.0013	0.0046	0.00007	0.0002
Fe (259.940nm)	0.0002	0.0008	0.00025	0.0008
Ni (341.477nm)	0.0051	0.017	0.0012	0.0041
Cu (324.754nm)	0.0004	0.0016	0.00042	0.0014
Zn (213.856nm)	0.0012	0.0041	0.00093	0.0031
Cd (228.802nm)	0.0007	0.0023	0.00034	0.0011
Pb (216.999nm)	0.015	0.052	0.01	0.035

b 水の検討

表 3 の結果からも，蒸留水よりも Milli-Q 水を使用した時のほうが感度がよいことがわかった。

c 最適分析波長の検討

表 4 の結果から各元素の一番上に表記している波長が分光干渉からの妨害の点と感度の点より最適波長であるといえる。

(2) 前処理操作の検討結果

酸分解から直接 ICP-AES に導入したところ回収率が悪かった。これは，ろ過の方法に問題があると思われる。

表 4 分光干渉による他金属の影響

元素	波長 (nm)	分光干渉による妨害元素とその時の濃度 (µg/l)	感度 (ATT)
B	249.773	Cd(0.1), Pb(0.2), Cu(3.6)	10
	182.640	Ca(0.2)	11
	208.959	Pb(8.1), Cr(7.6), Cd(5.7), Mo(8.6), Zn(6.7), Cu(4.8), Fe(5.7), Ni(6.4), Se(7.1)	13
		As(6.4), Hg(2.7), Na(7.6), K(6.2), Ca(3.6), Mg(5.6)	
Cr	267.716	なし	10
	205.552	Se(0.1)	13
	206.149	Zn(0.2), Se(0.6), As(0.6), Ca(0.2)	13
Mn	257.610	なし	8
	260.569	なし	9
	259.373	Mo(3.8), Fe(0.1)	9
Fe	238.204	Ni(2.0)	10
	239.562	Pb(1.2), Cr(1.1)	10
	259.940	Cd(5.3), Pb(6.0), Cr(1.8), B(6.4), Zn(2.8), Cu(3.3), Sb(2.4), Ni(5.9), Sn(2.6)	9
		Mn(6.3), Na(4.7), Ca(2.1), Al(0.1)	
Ni	341.477	なし	11
	231.604	なし	12
	221.647	Cd(0.4), Pb(6.4), Cr(1.5), B(1.7), Fe(1.7), Cu(0.1), Sb(2.1), As(2.2), Hg(0.2)	12
		Mn(0.6), K(0.3), Ca(2.4), Mg(0.5)	
Cu	324.754	なし	9
	327.396	Mo(0.9), As(0.3)	10
	224.700	Pb(8.7)	13

	202.551	Cr(1.0), Ca(0.1)	13
Zn	213.856	Cd(0.9), Pb(0.6), Fe(0.2), Cr(3.0), Cu(0.9), Ni(0.9), Mn(0.8)	13
	206.191	Pb(5.4), Mo(3.8), B(4.5), Fe(5.2), Cu(4.3), Sb(1.4), Ni(5.0), Mn(5.0), Na(4.2)	11
		K(4.0), Ca(1.3), Mg(4.7)	
	214.438	なし	11
Cd	226.502	なし	11
	228.802	Pb(0.1), Fe(0.5), Cu(0.5), As(3.5), Ni(0.5), Zn(0.4)	11
	216.999	なし	15
Pb	220.351	なし	15
	405.897	感度不足で定量不可	15

4 まとめ

チェンバー，水の交換により感度がかなり良くなったが，特にホウ素においてはそれまで前処理が必要であったのに対して，前処理が必要なくなるほど感度が良くなった。

今後は，さらに検討を重ねていき簡便な前処

理法による ICP-AES によって有害金属多元素分析を行えるようにしていきたい。

文 献

- 1) 橋本 晋：ICP/AES による環境分析，特定機器分析研修 資料(2001)