

フレイムレス原子吸光法の分析精度の向上に関する研究 (第1報)

化学部分析化学科 北 坂 学

1. はじめに

原子吸光法は微量金属を感度よく定量できるすぐれた方法であるが、ppb オーダーの微量金属を測定する場合は、濃縮しないかぎり原子吸光法では測定できない。濃縮方法としては溶媒抽出法が広く用いられている。溶媒抽出—原子吸光法は妨害元素からの分離や濃縮には有効な手段であるが、操作が複雑で分析に時間がかかる。

一方フレイムレス原子吸光法は共存元素の影響が大きく、再現性が悪いなどの問題点はあるが、定量感度が原子吸光法に比べて10~100倍高く、又少量の試料で分析できるなどのすぐれた特徴がある。

現在、当試験場では、工場廃水、河川水等の金属元素の測定はほとんど溶媒抽出—原子吸光法で行なっているが、分析にかなり時間がかかっている。溶媒抽出—原子吸光法で行なっている金属元素の測定を、フレイムレス原子吸光法で行うため、この二つの測定方法の比較を行なった。フレイムレス原子吸光法は共存元素による影響が大きいが、今回は共存元素による影響等の検討は行わず、二つの方法による測定値の比較だけを行った。

試料は鉱山廃水及び河川水を用い、測定元素はカドミウム、鉛、銅について行った。

2. 実験方法

(1) 装 置

原子吸光光度計

日本ジャーレル・アッシュ社 AA-8500

フレイムレスアトマイザー

日本ジャーレル・アッシュ社 FLA-100

オートサンプラー

日本ジャーレル・アッシュ社 AS-301

光源

浜松 ホトニクス社 中空陰極ランプ

(2) 定量操作

フレイムレス原子吸光法：試料溶液(約0.8N硝酸酸性)の20 μ lをオートサンプラーによりカーボンチューブに注入する。次いで表1の条件で乾燥、灰化及び原子化を行い、試料溶液中のカドミウム、鉛、銅の吸光度を測定し、各元素の濃度を求めた。バックブランドの補正はD₂ランプで行った。

原子吸光法：JIS工場排水試験方法の銅の溶媒抽出法に準じて測定した¹⁾。

表1 分析条件

	DRY	ASH(A SH II)	ATOMIZE
Cd	25A-30sec	40A-15sec(10sec)	220A-10sec
Cu	25A-30sec	90A-15sec(10sec)	300A-7sec
Pb	25A-30sec	50A-15sec(10sec)	250A-10sec

3. 結果及び考察

61年11月から62年3月にかけて採水した試料について、原子吸光法及びフレイムレス原子吸光法による測定結果を表2~表4に示す。表5はマトリックスとして考えられるFe, Zn, SO₄²⁻の測定値である。

表5からわかるように各試料ともSO₄²⁻濃度がかなり高く、又坑内水と総合原水についてはFeの濃度がかなり高い。

カドミウムと銅はマトリックスの影響をあまり受けず、試料によっては少しバラツキはあるものの、両法の測定値は良く一致している。

鉛はマトリックスによる影響か、灰化や原子化の条件が不適当のためか、ほとんどの試料で、原子吸光法とフレイムレス原子吸光法の測定値が大きく違っている。

今後、マトリックスの影響と灰化や原子化の条件の影響について検討を行う予定である。

表2 Cdの分析結果 (mg/l)

採水箇所 \ 採水日		61.11.5	61.12.2	62.1.8	62.2.13	62.3.5
坑内水	フレイム法	0.016	0.014	0.035	0.010	0.010
	フレイムレス法	0.013	0.012	0.036	0.010	0.010
暗きょ水	フレイム法	0.007	0.005	0.003	0.002	0.003
	フレイムレス法	0.007	0.004	0.003	0.003	0.002
湧水	フレイム法	0.061	0.085	0.063	0.091	0.059
	フレイムレス法	0.066	0.11	0.073	0.081	0.068
河川水	フレイム法	—	0.012	—	0.012	—
	フレイムレス法	—	0.009	—	0.013	—
総合原水	フレイム法	0.036	0.020	0.027	0.019	0.030
	フレイムレス法	0.035	0.017	0.032	0.021	0.033
処理水	フレイム法	0.002	0.001>	0.002	0.001>	0.001
	フレイムレス法	0.001	0.001>	0.001	0.001>	0.001>
スラッジ溶出液	フレイム法	0.001>	—	0.001>	—	0.001>
	フレイムレス法	0.001>	—	0.001>	—	0.001>

表3 Cuの分析結果 (mg/l)

採水箇所 \ 採水日		61.11.5	61.12.2	62.1.8	62.2.13	62.3.5
坑内水	フレイム法	0.084	0.060	0.29	0.029	0.030
	フレイムレス法	0.097	0.070	0.28	0.026	0.027
暗きょ水	フレイム法	0.003	0.003	0.008	0.004	0.003
	フレイムレス法	0.003	0.002	0.011	0.002	0.002
湧水	フレイム法	0.14	0.19	0.12	0.15	0.081
	フレイムレス法	0.16	0.24	0.097	0.14	0.097
河川水	フレイム法	—	0.013	—	0.017	—
	フレイムレス法	—	0.015	—	0.016	—
総合原水	フレイム法	0.11	0.051	0.15	0.052	0.069
	フレイムレス法	0.13	0.057	0.094	0.049	0.067
処理水	フレイム法	0.003	0.003	0.005	0.001	0.004
	フレイムレス法	0.004	0.002	0.003	0.001>	0.003
スラッジ溶出液	フレイム法	0.001>	—	0.001>	—	0.006
	フレイムレス法	0.002	—	0.001>	—	0.001

表4 Pbの分析結果 (mg/l)

採水箇所		採水日	61.11.5	61.12.2	62.1.8	62.2.13	62.3.5
坑内水	フレイム法		0.02	0.04	0.12	0.03	0.02
	フレイムレス法		0.001>	0.017	0.059	0.004	0.002
暗きょ水	フレイム法		0.01>	0.01>	0.01>	0.01>	0.01>
	フレイムレス法		0.001>	0.001>	0.001>	0.001>	0.001>
湧水	フレイム法		0.08	0.12	0.08	0.10	0.04
	フレイムレス法		0.061	0.041	0.004	0.047	0.009
河川水	フレイム法		—	0.01>	—	0.01>	—
	フレイムレス法		—	0.001>	—	0.002	—
総合原水	フレイム法		0.03	0.02	0.03	0.02	0.02
	フレイムレス法		0.033	0.008	0.007	0.006	0.005
処理水	フレイム法		0.01>	0.01>	0.01>	0.01>	0.01>
	フレイムレス法		0.001>	0.001>	0.001>	0.001>	0.001>
スラッジ溶出液	フレイム法		0.01>	—	0.01>	—	0.01>
	フレイムレス法		0.001>	—	0.001>	—	0.001>

表5 Fe, Zn, SO₄²⁻の分析結果 (mg/l)

		61.11.5	61.12.2	62.1.8	62.2.13	62.3.5
坑内水	SO ₄ ²⁻	650	719	—	740	709
	Fe	46	56	78	55	52
	Zn	4.8	4.7	8.5	4.9	4.3
暗きょ水	SO ₄ ²⁻	510	590	416	154	216
	Fe	3.6	4.3	4.8	2.1	2.0
	Zn	2.7	2.2	1.7	0.82	1.3
湧水	SO ₄ ²⁻	731	1026	662	708	431
	Fe	7.0	16	6.4	7.2	4.0
	Zn	12	16	11	12	7.3
河川水	SO ₄ ²⁻	—	150	—	110	—
	Fe	—	0.14	—	0.3	—
	Zn	—	2.5	—	2.2	—
総合原水	SO ₄ ²⁻	502	594	524	532	477
	Fe	15	27	18	23	17
	Zn	6.5	4.7	5.5	4.8	4.9
処理水	SO ₄ ²⁻	552	602	557	542	489
	Fe	0.48	0.82	0.89	0.56	0.8
	Zn	0.20	0.16	0.24	0.11	0.2
スラッジ溶出液	SO ₄ ²⁻	96	—	93	—	145
	Fe	0.005	—	0.007	—	0.004
	Zn	0.022	—	0.001>	—	0.013

参考文献

- 1) JIS K 0102 (1981) 52.2原子吸光法 備考6