

(443) 原子吸光分析による少量試料多元素分析方法の検討

川崎製鉄(株) 技術研究所 ○河野吉久 中野明吉
畑 俊彦

1. 緒言 最近、少量試料(30mg程度)から多元素(10数元素)を精度よく分析する方法の確立が強く望まれている。そのため従来の原子吸光法、けい光X線法、ICP法などについて種々検討を行なったが、いずれの場合も試料量が少ないために主元素の分析はできるが、少量元素、微量元素については精度、正確さ、定量下限などの点から適用はむづかしい。そこで演者らは従来の原子吸光法を行なうのと同様に試料を溶解し、特殊なサンプリングカップを用いて、微量の試料溶液を噴霧することにより、少量試料から多元素分析を行なうべく検討を行なったので、その結果を報告する。

2. 実験方法 パーキンエルマ製の原子吸光分析装置403型を用い、図1に示す検討用に試作したテフロン製の形状の異なる5種類のサンプリングカップにマイクロピペットを用いて試料溶液(10PPm Zn 標準液)を30~500μlと変化させて採取し、従来の操作と同様にキャピラリーを用いて噴霧した。これから得られた波高を測定して測定条件を検討した。また、この測定条件により標準試料の分析を行なった。

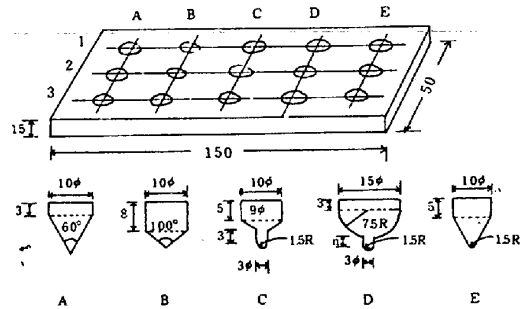


図1 試作したサンプリングカップの形状

表1 試料量200μlにおけるカップの形状と波高変動

採取位置 No. カップ	200 μl				
	A	B	C	D	E
1	203.0	201.5	202.0	202.5	201.5
2	202.5	203.0	202.5	203.5	202.0
3	202.5	203.0	202.5	203.5	202.0
4	204.0	203.0	203.5	204.0	201.5
5	203.5	202.5	202.5	203.0	202.0
6	201.5	202.5	202.5	202.5	201.5
7	203.0	202.0	203.0	204.5	203.5
8	203.5	202.5	202.0	202.5	204.5
9	202.5	201.5	202.5	203.0	202.5
R	2.5	2.0	1.5	2.0	3.0
\bar{x}	202.9	202.4	202.6	203.2	202.3
σ	0.7	0.6	0.4	0.7	1.0
c.v	0.3	0.3	0.2	0.3	0.5

3. 実験結果 (1)従来の原子吸光法により少量試料多元素分析を行なった場合、試料溶液の吸収速度、噴霧時間の関係から定量目的の元素の濃度が希釈されて定量下限以下となり測定できない。また定量できるように希釈倍率を小さくすると定量できる元素の数が限られる欠点がある。(2)今回の方法における噴霧に必要な溶液量については溶液量が増加するにつれて波高が大となり、200μl以上ではほぼ一定となり従来分析時の波高が得られた(30μl以上で55%、50μlで66%、100μlで93%、200μl以上では100%)。したがって、この方法は従来法に比べて試料溶液の使用量が少なくすみ、溶液を濃縮した状態で分析可能であるため、定量下限の向上をはかることができた。表1には一例として

Zn 標準溶液200μl採取した場合のサンプリングカップの形状と波高の変動について調べた結果を示す。波高の変動については試料量が増すにしたがって変動係数(C.V)が小さくなる傾向がみられたが、100μl以上ではほぼ同様の値を示した。カップの形状については測定値上大きな差異は認められなかったため、使いやすさの点から形状Bを使用することにした。(3)表2にこれらの条件により社内標準試料30mgを用いて13元素を分析した結果の一例を示す。この結果ほぼ満足な値が得られ、少量試料多元素分析法として十分実用できることがわかる。

表2 本法による標準試料の分析結果(%)

試料	項目	T. Fe	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	TiO ₂	Mn	Ni	Cr	V	Zn	Pb	Cd	Cu
社内標準試料	1	2.75	5.76	11.09	1.26	0.41	0.50	0.50	0.055	<0.04	0.305	0.05	<0.001	0.030
	2	2.54	6.08	10.70	1.21	0.43	0.43	0.44	0.099	<0.04	0.242	0.04	<0.001	0.033
	平均値	2.65	5.92	10.90	1.24	0.42	0.47	0.47	0.077	-	0.274	0.05	-	0.032
	標準値	25.63	5.70	11.15	1.23	0.44	0.468	0.419	0.106	0.035	0.210	0.047	0.001	0.029
	差	0.87	0.22	-0.25	0.01	0.02	-0.002	0.051	-0.029	-	0.064	0.003	-	0.003