高マトリックス溶液における微量元素測定

１．目的

微量元素を測定するためには多量の試料を前処理する必要がある．その結果，試料溶液中のマトリックス(主成分，酸等)濃度が高くなり，溶液の粘性による物理干渉，非スペクトル性主成分干渉等が測定精度に影響を及ぼす.

著者はカルシウムマトリックスが，ICP 発光分光分析法における測定精度に及ぼす影響を検討してきた[1)]．本研究では，マグネシウム中の微量元素の高精度定量について検討を行った.

２．方法

B社製の酸化マグネシウムを0.125molの酸(硝酸，塩酸)に溶解した後，カドミウム等の既知量の測定対象元素を添加して，回収率(=測定値/添加量×100)を測定した．標準添加法で酸化マグネシウム中のCr,Cu,Zn含有量を決定した後，試料溶液中の各元素量を補正した.

ICP 発光分光分析装置の測光は軸方向とした.

３．結果と考察

マトリックス濃度に対するカドミウムの回収率を図 1 に示す．塩酸を使用して，酸化マグネシウム量を 0.007mol から 0.04mol に変化させた場合，回収率は，中性原子線(Ⅰ)(228.802nm)では 82%から 73%，イオン線(Ⅱ)(214.438nm)では 75%から 52%に低下した．硝酸の場合も同様に回収率は低下し，酸種による回収率の顕著な差は確認されなかった．回収率が低下する傾向は中性原子線よりイオン線のほうが大きく，酸化マグネシウム 0.04mol において中性原子線とイオン線の回収率は 1.4 倍異なった．他の元素(Cu,Pb,Zn 等)においても，中性原子線がイオン線より回収率が高い傾向が観察された.

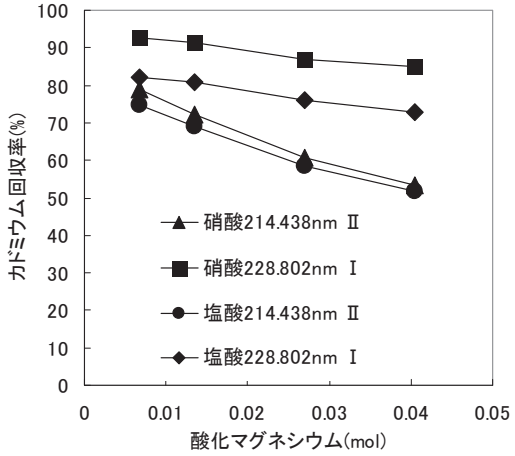

図 1　Mg 濃度によるカドミウムの回収率変化

マグネシウム及びカルシウムマトリックス(硝酸酸性)中でのカドミウムの回収率を比較した(図 2)．同濃度において，マグネシウムマトリックス中での回収率低下は，カルシウムマトリックス中での回収率低下より小さかった.マトリックス0.04molの場合，中性原子線(Ⅰ)の回収率はマグネシウム溶液中では 85%，カルシウム溶液中では 80%であった．一方，イオン線(Ⅱ)の回収率はマグネシウム溶液中では 54%，カルシウム溶液中では 34%となり，イオン線(Ⅱ)は，マトリックス元素の違いによる影響を大きく受けた．この傾向は本実験で測定した他の元素(Cu,Pb,Zn 等)においても同様であった.

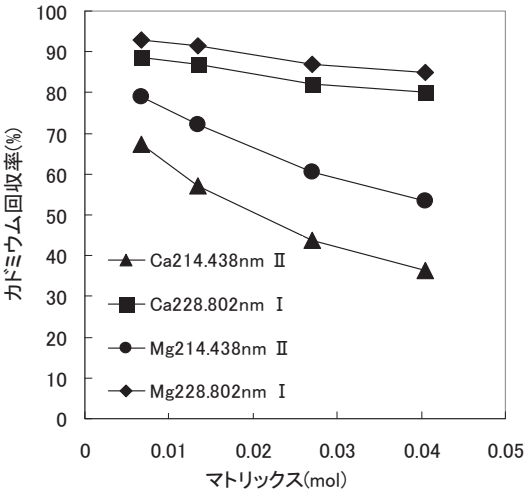

図 2　Mg 及び Ca 濃度が Cd の回収率に与える影響

４．まとめ

マトリックス濃度が増加すると微量元素の回収率は低下し，イオン線は原子線より大きな影響を受けた.

ICP 発光分光分析法で高マトリックス中の微量元素を測定する場合，マトリックスの種類，濃度及び測定線種について十分考慮する必要があった.

参考文献

1)　佐藤誠一，平成 22 年度徳島県立工業技術センター業務報告，p．38.

材料技術課　佐藤誠一