

アルカリ溶液中の微量元素の分析方法について

1. 目的

セシウムは第1イオン化エネルギーが375.5kJ/molと全元素中で最も低く、容易にイオン化するため¹⁾、発光分析、原子吸光分析においてイオン化干渉が分析精度に大きな影響を及ぼす。イオン化干渉を防ぐためにはナトリウム(第1イオン化エネルギーが495.8kJ/mol¹⁾)等のイオン化しやすい元素の添加が効果的であることが知られている²⁾。しかし、共存成分が増加すると、発光分析ではバックグラウンド発光が、原子吸光分析では共存成分による光の散乱や吸収が問題となる³⁾。

本研究では、炎光光度法及びフレーム原子吸光法を用いてセシウムを精度よく定量するために、測定装置の分析条件とナトリウムが測定値に及ぼす影響について検討を行った。

2. 方法

測定には、(株)日立ハイテクノロジーズ 偏光ゼーマン原子吸光分光光度計Z-5000形タンデム機を用いた。炎光光度法はCs30 μ g/ml溶液で波長及びゲインを調整した。また、炎光光度法、フレーム原子吸光法共にバーナー高さを5mmとした。

定量下限値は、検量線用溶液を10回繰り返し測定し求めた。

硝酸3ml, 50 μ g/mlCs溶液5ml, 及びナトリウム濃度が0及び0.075mol/lとなるように2.5mol/l水酸化ナトリウム溶液0, 3mlを加え100mlに定容した。この溶液を炎光光度法、フレーム原子吸光法で測定し回収率(=(測定値/添加量) \times 100)を求めた。

3. 結果

図1に炎光光度法における、ナトリウム溶液中のセシウム定量下限値に対するアセチレン流量の影響を示す。2L/分未満の流量では信号が安定せず測定が不可能であった。ナトリウム濃度に関わらず流量が2L/分の時に一番下限値が低かった。Na 0.075mol/lでは定量下限値が、無添加の値の1/3~1/5となりナトリウム添加の効果が確認された。

フレーム原子吸光では、アセチレン流量が2.4~2.6L/分において定量下限値が最小となった。

図2は、炎光光度法とフレーム原子吸光法のアセチレン流量による回収率の変化である。ナトリウム濃度は0.075mol/lとした。両法共にナトリウムによる増感作用が観測され、回収率が100%を超えた。アセチレン流量が2.0L/分の時に回収率が最も高く、炎光光度法では165%、フレーム原子吸光法では157%を示した。アセチレン流量の増加とともに回収率は低下し、流量2.6L/分では回収率はそれぞれ117%

と105%になった。アセチレン流量が2.8L/分以上になると炎光光度法では、発光強度が不安定となり測定が困難であった。

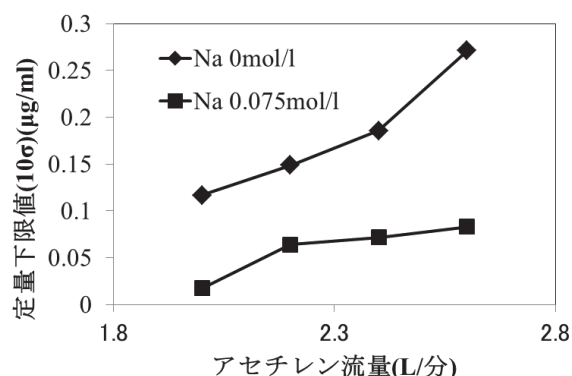


図1. 炎光光度法の定量下限値

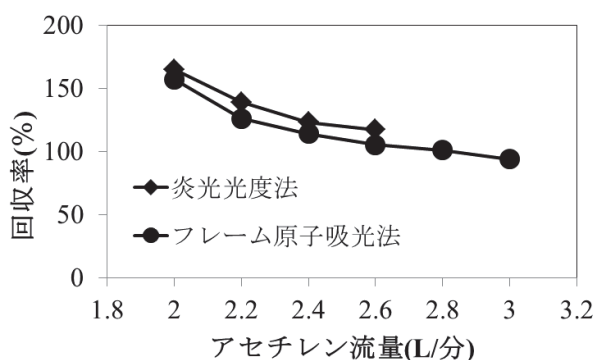


図2. アセチレン流量による回収率変化

4. まとめ

セシウムの分析において炎光光度法、フレーム原子吸光法共にナトリウム添加により定量下限値が低下した。

ナトリウムを加えると増感作用により回収率が増加した。また、アセチレン流量が増加すると回収率が低下した。

参考文献

- 1) P. W. ATKINS 著, 千原秀昭・中村亘男訳, アトキンス物理化学 上 第4版, p. 538, データ表2・4, (株)東京化学同人(1993)
- 2) 武内次男, 鈴木正巳共著, 原子吸光分光分析 改稿新版, p. 70, (株)南江堂(1972)
- 3) 高田芳矩, 小熊幸一, 平野義博, 坂田衛共著, 環境測定と分析機器 信頼性のある測定・分析のために, p. 198, (社)日本環境測定分析協会(2010)