

アルカリ水溶液中の微量元素の分析方法について(Ⅱ)

1. 目的

セシウムを発光分析, 原子吸光分析で測定する際, イオン化干渉を低減し精度良く分析するためには, 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¹⁾. 著者は炎光光度法及びフレーム原子吸光法においてナトリウムが溶液中のセシウムの測定に及ぼす影響を検討してきた²⁾. イオン化干渉を抑制するには, ナトリウムよりイオン化エネルギーの低いカリウムがより効果的である³⁾. そこで, 本研究では溶液中のセシウム測定時に, カリウムが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 5 mm 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/ml Cs 溶液 5ml, 及びカリウム濃度が 0.075mol/l となるように炭酸カリウム溶液(K として 2.5mol/l) 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 にフレーム原子吸光法における, カ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とカリウムの影響を示した. アセチレン流量に関わらず, K 0.075mol/l では定量下限値が, 無添加の値の 1/3~1/4 となりカリウム添加の効果が確認された.

炎光光度法では, アセチレン流量 2.0L/分, カリウム濃度 0.075mol/l において定量下限値が, 無添加の値の 1/2 となりカリウム添加の効果が確認された. 一方, 流量 2.4~2.8L/分ではカリウム添加の有無による定量下限値の差は観測されなかった.

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. カリウムを添加しない時の回収率は, 100% である. 両法共にカ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 220%, フレーム原子吸光法では 191% 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 148% と 123% 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.

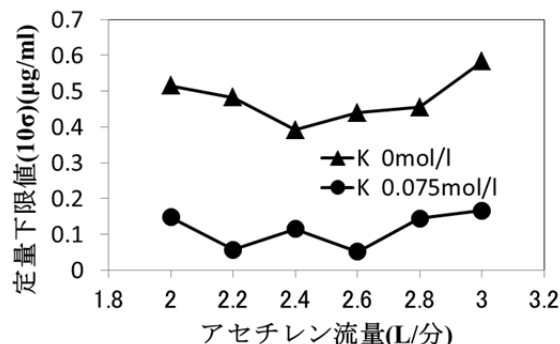


図 1. フレーム原子吸光法の定量下限値

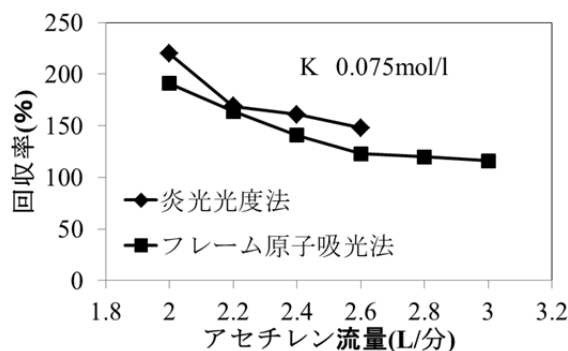


図 2. アセチレン流量による回収率変化

4. まとめ

セシウムの分析においてフレーム原子吸光法では, カリウム添加により定量下限値が改善したが, 炎光光度法ではアセチレン流量が増加すると, 添加効果が確認されなかった.

また, カリウムを加えると増感作用により回収率が増加したが, アセチレン流量が増加すると回収率は低下した.

参考文献

- 1) 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)
- 2) 佐藤誠一, 平成 25 年度徳島県立工業技術センター業務報告, p.57
- 3) 三浦和代, 山本和子, 米谷明, 白崎俊浩, 分析化学(Bunseki Kagaku), 62, 37(2013)