

水素化物発生装置を用いたテルルの分析条件の検討

1. 目的

ICP 発光分光分析装置を用いて元素分析を行う場合、気体状の水素化物をプラズマに直接導入可能なヒ素やテルル等の元素は、液体試料を直接プラズマに導入する場合と比べて、感度が10~100倍程度向上することが知られている。工場排水中のテルルは、4価もしくは6価で存在するが、JIS K 0102:2013には測定方法が記載されていない。そこでテルル化水素を用いたテルルの高精度分析において、テルルの価数及び還元条件が測定強度に与える影響を検討した。

2. 方法

測定は、ICP 発光分光分析装置 iCAP6300Duo および水素化物発生装置 HYD-10（サーモフィッシャーサイエンティフィック(株)）を用いて行った。測定波長は214.281nm、測定方向を軸方向とした。

1000 μ g/ml Te (VI) 標準液はテルル酸ナトリウム二水和物を用いて作成した。

1000 μ g/ml Te (IV) 標準液は亜テルル酸カリウムを用いて作成した¹⁾。

還元剤には、よう化カリウムを用いた。

3. 結果

4価と6価のテルルの合計が1000ngとなるように標準液を添加し、塩酸(1+1)で50mlに定容した。この溶液を、還元操作を行わず水素化物発生装置を用いて測定し、テルルの価数がテルル化水素発生に与える影響を検討した(図1)。溶液中のTe(IV)の割合が100%の溶液の信号強度を100とした。溶液中のTe(IV)の存在比が少なくなると、信号強度は直線的に低下した。このことからTe(VI)からはテルル化水素が発生しないため、水素化物発生装置を用いてテルルを測定する際には6価を4価に還元する必要があるという結果を得た²⁾。

水素化物発生装置 HYD-10 付属の予備還元炉を用いてテルルの還元を行う際、還元剤として用いるよう化カリウム濃度が信号強度に与える影響を検討した。測定溶液は、Te(VI)濃度を20ng/ml、酸濃度を溶液100ml中、塩酸(1+1)2mlとした。予備還元炉に導入するよう化カリウム溶液の濃度は5~70%とした。よう化カリウム濃度70%での信号強度を100とした場合の測定結果を図2に示す。今回の実験条件では、よう化カリウム濃度が増加するにつれて信号強度が増加した。よう化カリウム量が増えると6

価から4価に還元されるテルルが増加するために、発生するテルル化水素も増加し、信号強度が強くなったと考えられる。

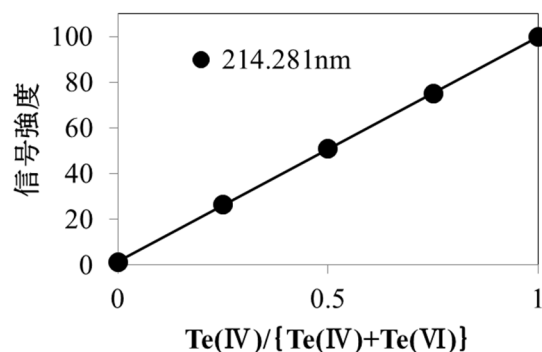


図1. テルルの価数が信号強度に与える影響

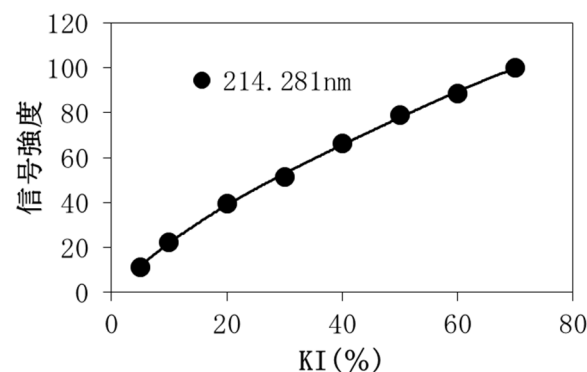


図2. よう化カリウム濃度が信号強度に与える影響

4. まとめ

水素化物発生装置を用いてテルルを測定するためには、テルルの価数を6価から4価に還元する必要がある。

予備還元炉を用いてテルルを測定する際、よう化カリウム濃度を増加させると6価から4価に還元されるテルルの割合が増えたために、信号強度も増大した。

参考文献

- 1) 環境省環境保健部環境安全課，化学物質と環境 平成17年度 化学物質分析法開発報告書，p. 212，平成18年
- 2) (公社)日本分析化学会編，千葉光一，沖野晃俊，宮原秀一，大橋和夫，成川知弘，藤森英治，野呂純二著，分析化学実技シリーズ 機器分析編・4 ICP発光分析，p. 107，共立出版(株)(2013)