

水素化物発生装置を用いたテルルの分析条件の検討Ⅱ

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の様な元素は、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。前回の報告¹⁾では、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の増加に伴って6価から4価に還元されるテルルの割合が増えることが分かった。本報告では予備還元炉を使用しない場合の還元条件についての検討を行った。

2. 方法

測定は、ICP 発光分光分析装置 iCAP6300Duo 及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。

100ml ビーカーに1mlのTe(IV)またはTe(VI)標準液(濃度1000ng/ml)及び、6mol/l塩酸または3mol/l硫酸をそれぞれ16ml加えた。還元剤として塩酸酸性では1mol/lよう化カリウム溶液を、硫酸酸性では1.5mol/lよう化カリウム溶液8mlを加え、時計皿で蓋をした。ウォーターバスで加熱後、水冷し、水で50mlに定容した。還元効率を確認するための信号強度比として、加熱時間が同じである6価テルル溶液の信号強度を4価テルル溶液の信号強度(価数は還元操作前の値)で割った値を用いた。

3. 結果

図1に塩酸酸性、図2に硫酸酸性での加熱時間に伴う信号強度比の変化を示した。

塩酸酸性では、40℃、40分間の還元処理においても6価テルルは4価に十分還元されず、信号強度比は1にならなかった。還元温度50℃では30分以上、60℃では10分以上の加熱処理で6価テルルは4価テルルに十分還元された。

硫酸酸性下で、1.5mol/lよう化カリウム溶液を用いて還元操作を行った場合(図2)、加熱温度50℃では40分間加熱しても信号強度比は1にならなかった。一方、60℃加熱では20分以上の処理時間で信号強度比が1となった。

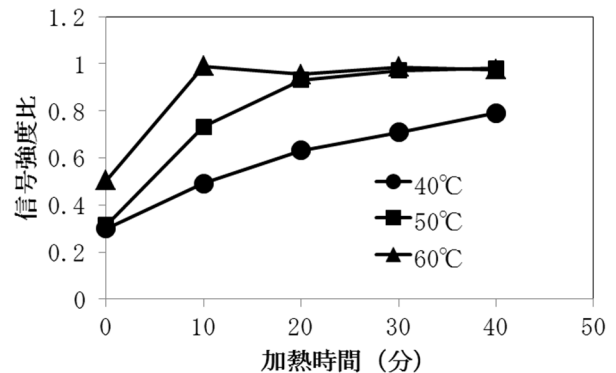


図1. 塩酸酸性, 1mol/l KI 溶液での還元結果

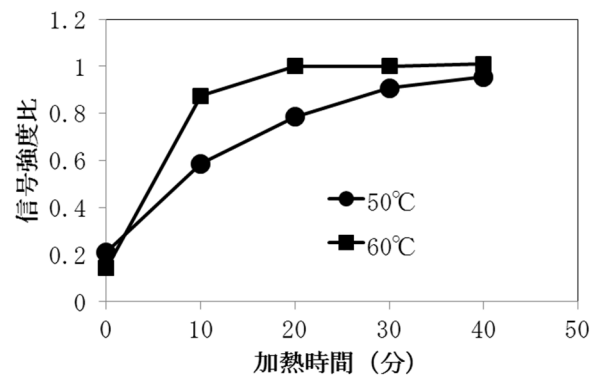


図2. 硫酸酸性, 1.5mol/l KI 溶液での還元結果

4. まとめ

4価テルル溶液と6価テルル溶液を塩酸酸性下及び硫酸酸性下において、よう化カリウムで還元した場合の信号強度比変化を検討した。

塩酸酸性下、1mol/lよう化カリウム溶液で還元操作を行った場合、6価テルルは50℃で30分以上または60℃で10分以上の加熱により、4価テルルに還元された。

1.5mol/lよう化カリウム溶液を用いて硫酸酸性下で還元操作を行うと、60℃、20分以上の加熱処理で6価テルルは4価テルルに還元された。

参考文献

- 1) 佐藤誠一, 平成27年度徳島県立工業技術センター業務報告, p.64