

# 水素化物発生装置を用いたテルルの分析条件の検討Ⅲ

## 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、液体状試料に比べて、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 工場排水試験方法には記載されていない。そこで、以前の報告<sup>1~3)</sup>では、よう化カリウムを還元剤として用い、予備還元炉もしくはウォーターバスを使用して、テルルの価数および還元条件が測定強度に与える影響を検討した。

改正前のJISであるJIS K 0102:1998 工場排水試験方法では、臭化カリウムを還元剤としたヒ素とセレンの同時測定方法が記載されていた。そこで、本年度はテルル、ヒ素、セレンの3元素同時測定のために、臭化カリウムを還元剤とするウォーターバスでの還元操作条件について検討した。

## 2. 方法

テルルの測定には、ICP 発光分光分析装置 iCAP6300Duo、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)、6mol/l 塩酸を16ml、臭化カリウム溶液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、同一処理条件における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に臭化カリウム溶液での加熱時間に伴う信号強度比の変化を示す。

1mol/l 臭化カリウム溶液では、60℃、50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。一方、還元温度70℃では20分処理において90%以上の還元効率を示し、40分以降では完全に還元反応が進行した。

処理温度60℃の場合、1mol/l 臭化カリウム溶液では十分に還元されなかった。しかし、高濃度の臭化カリウム溶液 (1.5mol/l) を用いて還元操作を行うと、1mol/l 臭化カリウム溶液、70℃での還元条件と同様に高い還元効率を得られ、40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。

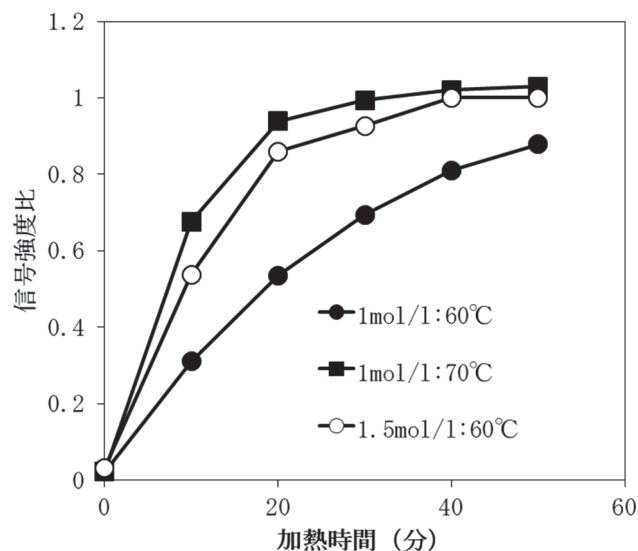


図1. 臭化カリウム溶液での還元結果

## 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において、臭化カリウムを用いウォーターバスで加熱還元した場合の信号強度比変化を検討した。

1mol/l 臭化カリウム溶液では、処理温度を60℃から70℃へ上昇させると還元効率が改善することができた。また、60℃の低温においても、還元剤の濃度を高くすることで高温処理と同様の効果が得られた。

## 参考文献

- 1) 佐藤誠一, 水素化物発生装置を用いたテルルの分析条件の検討, 平成27年度徳島県立工業技術センター業務報告, 2016, p. 64
- 2) 佐藤誠一, 水素化物発生装置を用いたテルルの分析条件の検討II, 平成28年度徳島県立工業技術センター業務報告, 2017, p. 56
- 3) 佐藤誠一, 水素化物発生装置を用いたテルルの分析条件の検討, 徳島県立工業技術センター研究報告, 2017, 26, p. 17-19