

電気加熱原子吸光法による海水中の微量元素の直接分析

Direct Determination of Trace Elements in Sea Water

by Electro-Thermal Atomization Method

はじめに

Introduction

新開発のグラファイトアトマイザーGFA-EX7は、デジタル温度制御、デジタルガス制御の採用、炉やチューブの改造により、共存物の多い試料の分析も高精度で行うことができます。ここでは海水中の微量元素（Pb,Cd,Cr）の分析例をご紹介します。

測定方法

The Method of Analysis

採取した海水を、5Bのろ紙でろ過しました。これに海水中でPbが10ppb、Crが2.5ppb、Cdが2ppbになるように添加しました（環境基準値はPbとCdが0.01mg/L〔10ppb〕、Crが六価クロムとして0.05mg/L〔50ppb〕です）。この試料を無添加の海水をブランクとして標準添加法で測定しました。

電気加熱原子吸光法では、しばしば化学干渉や測定元素の揮発損失を抑制する効果のあるマトリックスモディファイヤーを添加します。今回は、上水試験方法や工場排水試験法（JIS K 0102）などの公定法でも採用され、最も広く知られている硝酸パラジウムをマトリックスモディファイヤーとして全ての試料に添加しました。

参考までにフレーム法で求めた主成分のNa、K、Mg、Caの濃度をTable 1に示します。

Table 1 Na, K, Mg, Caの分析結果
Results of Na, K, Mg, Ca

元素	濃度 (%)
Na	0.84
K	0.033
Mg	0.099
Ca	0.048

測定結果

Results

Fig.1から3に各元素の測定結果を示します。

分光器パラメーター

分析元素 : Pb
分析波長 : 217.0nm
スリット幅 : 1.0nm
電流値 : 10mA
点灯モード : BGC-D2

温度プログラム

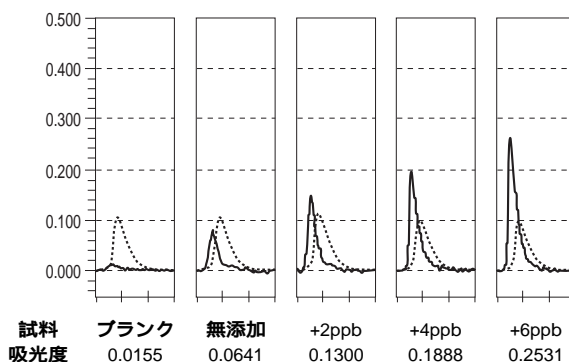
灰化 : 900 で60秒
原子化 : 2000 で3秒

チューブタイプ : 高密度グラファイトチューブ

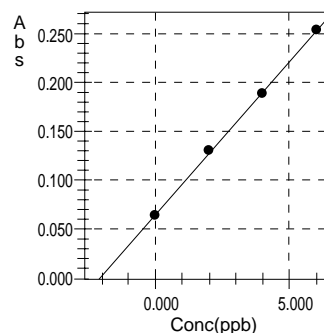
試料注入量 : 4 μL

合計注入量 : 20 μL

モディファイヤー : 硝酸パラジウム200ppm溶液を4 μL添加
ピークプロファイル :



標準添加法の検量線 :



分析結果 :

測定値	2.08ppb
海水中濃度	10.4ppb
添加濃度	10ppb
回収率	104%

Fig.1 海水中のPbの測定
Measurement of Pb in Sea Water

分光器パラメーター

分析元素 : Cd
 分析波長 : 228.8nm
 スリット幅 : 1.0nm
 電流値 : 8 mA
 点灯モード : BGC-D2

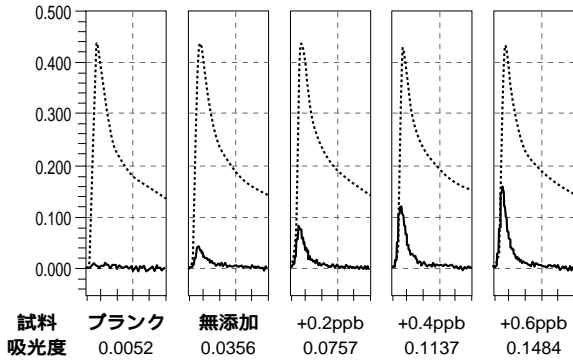
温度プログラム

灰化 : 600 で20秒
 原子化 : 1000 で5秒

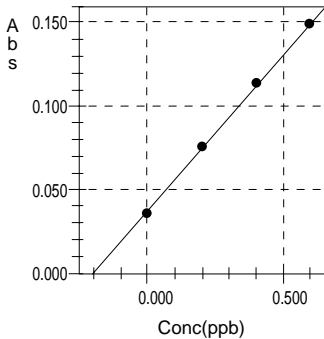
チューブタイプ: 高密度グラファイトチューブ

試料注入量: 2 μ L合計注入量: 20 μ L

モディファイヤー: 硝酸パラジウム200ppm溶液を4 μ L添加
 ピークプロファイル:



標準添加法の検量線:



分析結果:

測定値	0.196ppb
海水中濃度	1.96ppb
添加濃度	2ppb
回収率	98%

Fig.2 海水中のCdの測定
 Measurement of Cd in Sea Water

分光器パラメーター

分析元素 : Cr
 分析波長 : 357.9nm
 スリット幅 : 1.0nm
 電流値 : 10mA
 点灯モード : BGC-D2

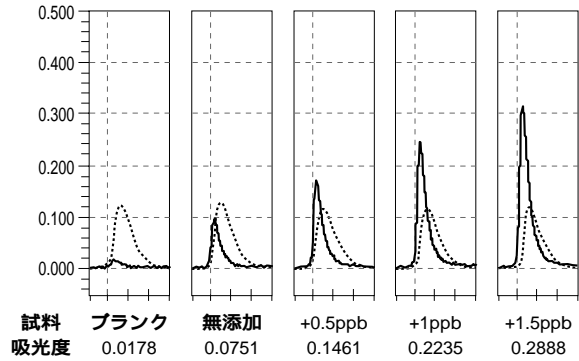
温度プログラム

灰化 : 1300 で30秒
 原子化 : 2300 で2秒

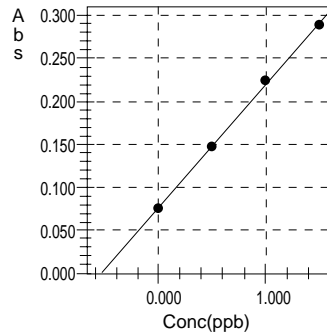
チューブタイプ: バイロ化グラファイトチューブ

試料注入量: 4 μ L合計注入量: 20 μ L

モディファイヤー: 硝酸パラジウム200ppm溶液を4 μ L添加
 ピークプロファイル:



標準添加法の検量線:



分析結果:

測定値	0.526ppb
海水中濃度	2.63ppb
添加濃度	2.5ppb
回収率	105%

Fig.3 海水中のCrの測定
 Measurement of Cr in Sea Water