

電気加熱原子化法(ファーンズ法)による水道水, 河川水中のヒ素(As), 鉛(Pb)の微量分析

Trace analysis of As and Pb in tap water and river water

水道水, 河川水などでは, As, Pbなどの微量分析が必須です。これらのサンプルは液性がそれほど複雑ではないので, 検量線法で測定される場合が多いですが, 検量線法で測定する場合, 干渉の有無を確認することが重要です。干渉の有無の確認は, 通常, 添加回収実験により

行います。今回の測定では, 水道水と河川水において, 無添加のもと, それぞれに最終添加濃度がAsの場合は2ppb, Pbの場合は1ppbとなるように調製したものを検量線法で測定し, その差より回収率を検討しました。以下に詳細を示します。

ヒ素の微量分析

Trace analysis of As

サンプルは, あらかじめ, 硝酸を加え, 加熱処理を行いました。測定に際しては, サンプル, 標準液とも, マトリックスモディファイヤとして硝酸パラジウムをPdとして10ppmになるように添加し, 合計注入量を40 μ Lとして測定しました。測定の主な条件をTable 1に, 検量線をFig.1に示します。測定チャートの一部(水道水に2ppbのAsを添加した場合)をFig.2に示します。添加回収の結果も含め, Table 2に示します。いずれも回収率は, ほぼ100%になっており, 検量線法での測定で十分なことがわかります。

回収率がいくらなら, 検量線法で十分であるかという明確なきまりがあるわけではありませんが, 90~110%程度にはいるということが一つの目安になります。ただし, アメリカの環境保護局(EPA)での規定のように, 75%~125%内にはいることを基準としている場合もあります。

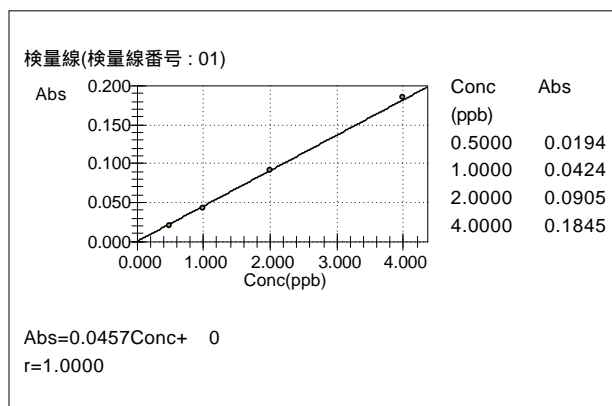


Fig.1 Asの検量線
The calibration curve for As

Table 1 Asの測定条件
The Parameters for As

波長	193.7nm			
スリット	1.0nm			
測定モード	BGC - D2			
温度プログラム(使用チューブ; バイロ化グラファイトチューブ)				
ステージ	温度()	時間(秒)	加熱モード	Arガス流量(L/min.)
1	150	20	RAMP	0.10
2	250	20	RAMP	0.10
3	900	10	RAMP	1.00
4	900	10	STEP	1.00
5	900	3	STEP	0.00
*6	2000	3	STEP	0.00
7	2300	2	STEP	1.00

* : ステージ6が原子化ステージ

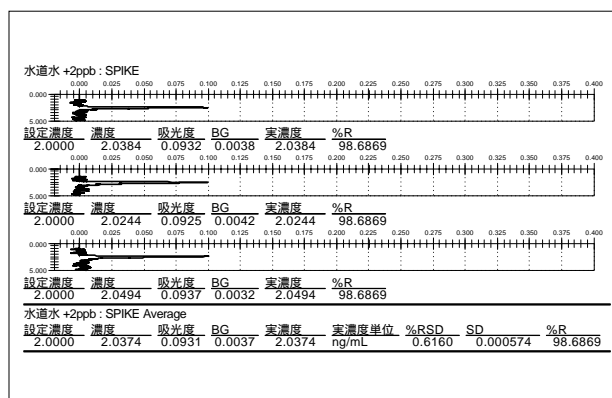


Fig.2 As分析時のピークプロファイル
The peak profiles of As analysis

Table 2 As分析結果
Result of As

サンプル名	測定結果	添加 - 無添加の差	回収率
水道水	0.063ppb	1.974ppb	98.7%
水道水 + Pb1ppb添加	2.037ppb		
河川水	0.138ppb	2.034ppb	101.7%
河川水 + Pb1ppb添加	2.172ppb		

鉛の微量分析

Trace analysis of Pb

Asと同じく、サンプルは硝酸を加え、加熱処理をしました。測定に際しては、マトリックスモディファイヤとして硝酸パラジウムをPdとして10ppmになるように添加し、合計注入量を40 μ Lとして測定しました。測定の主な条件をTable 3に、検量線をFig.3に示します。測定チャートの一部（河川水の無添加と添加）をFig.4示します。添加回収の結果も含め、Table 4に示します。いずれも回収率は、ほぼ100%になっています。

以上のように、電気加熱原子化法を使用すれば、As, Pbの微量分析が精度良く行えることがわかります。

Table 3 Pbの測定条件
The Parameters for Pb

波長	: 283.3nm
スリット	: 1.0nm
測定モード	: BGC - D ₂

温度プログラム（使用チューブ；パイロ化グラファイトチューブ）

ステージ	温度()	時間(秒)	加熱モード	Arガス流量(L/min.)
1	150	20	RAMP	0.10
2	250	20	RAMP	0.10
3	800	10	RAMP	1.00
4	800	10	STEP	1.00
5	800	3	STEP	0.00
*6	2000	3	STEP	0.00
7	2400	2	STEP	1.00

* : ステージ6が原子化ステージ

Table 4 Pb分析結果
Result of Pb

サンプル名	測定結果	添加 - 無添加の差	回収率
水道水	0.040ppb	0.977ppb	97.7%
水道水 + Pb1ppb添加	1.017ppb		
河川水	0.521ppb	0.991ppb	99.1%
河川水 + Pb1ppb添加	1.512ppb		

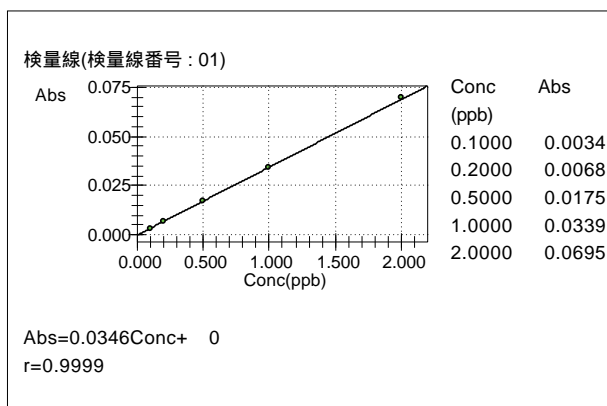


Fig.3 Pbの検量線
The calibration curve for Pb

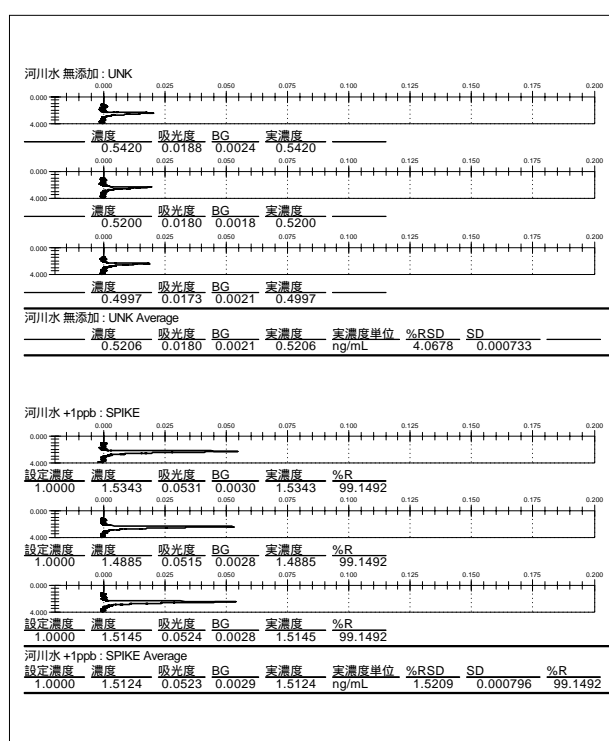


Fig.4 Pb分析時のピークプロファイル
The peak profiles of Pb analysis