

加温注入法を用いた河川水標準物質中の微量カドミウムとクロムの分析

Determination of Trace Cadmium and Chromium in the Reference River Water by Hot Injection Technique

(T.Kawakami)

加温注入法について

About the Hot Injection

ファーンズ分析では通常、室温の状態を試料をチューブに注入しますが、これに対して、チューブを加熱した状態で試料注入を行う方法は加温注入法と呼ばれています。加温注入法を用いる利点としては

注入時に乾燥も行なわれるので大容量の試料も注入でき、高感度化が期待できる。

通常の炉内濃縮法では注入・乾燥を繰り返すため時間がかかるが、加温注入法を用いれば短時間に炉内濃縮が行える。

酸濃度が高い試料や有機溶媒のようにチューブ内で広がりやすい試料の広がりを押さえることにより、感度や再現性が改善される。

などがあげられます。今回は河川水の標準物質（SLRS-3）中の微量カドミウムとクロムを加温注入法を用いて注入量を100 μ Lとすることにより高感度で分析した例をご紹介します。

測定方法と条件

Method of Analysis

標準試料は市販の1000 μ g/mL標準液を0.028mol/Lの硝酸で希釈して作成しました。干渉抑制剤として、作成した標準液50mLに対して、カドミウムは0.1%のバラジウム溶液を0.5mL、クロムは0.1%のマグネシウム溶液を0.5mL添加したものを、それぞれ標準試料としました。

河川水標準物質（SLRS-3）10mLを試験管に取り、干渉抑制剤としてカドミウムは0.1%のバラジウム溶液を0.1mL、クロムは0.1%のマグネシウム溶液を0.1mL添加したものを、それぞれ測定試料としました。

Table 1に作成した標準液の濃度を示します。

Table 1 標準液の濃度
The Concentration of Standard Solutions

	STD-1	STD-2	STD-3	STD-4
Cd	0	0.01	0.02	0.03
Cr	0	0.2	0.4	0.6

濃度単位：ng/mL

各元素の主な測定条件をTable 2とTable 3に示します。

Table 2 Cdの主な測定条件
Measurement Parameters of Cadmium

パラメータ	分光器	分析波長	228.8nm
		スリット幅	1nm
		電流値	8mA
		点灯モード	BGC-D2
プログラム	温度	注入温度	100°C
		灰化温度	400°C
		原子化温度	1500°C
		クリーニング温度	2400°C
チューブタイプ		高密度グラファイトチューブ	
注入容量		100 μ L	
注入スピード		5 μ L/sec	

Table 3 Crの主な測定条件
Measurement Parameters of Chromium

パラメータ	分光器	分析波長	357.9nm
		スリット幅	0.5nm
		電流値	10mA
		点灯モード	BGC-D2
プログラム	温度	注入温度	100°C
		灰化温度	600°C
		原子化温度	2400°C
		クリーニング温度	2600°C
チューブタイプ		パイロ化グラファイトチューブ	
注入容量		100 μ L	
注入スピード		5 μ L/sec	

測定結果

Results

Fig.1と2に各元素の測定結果を示します。

カドミウムの保証値は0.013 \pm 0.002ng/mL、クロムの保証値は0.30 \pm 0.04ng/mLであり、いずれの元素も保証値の範囲内の値が得られています。また感度は注入量を通常の20 μ Lから100 μ Lに増やしたことにより、約5倍となっており注入量に比例した増感効果が得られました。分析時間に関しては、1分析当たり約3分と注入・乾燥を繰り返す従来の炉内濃縮法と比較し、約半分の時間で同様の濃縮効果を実現できました。

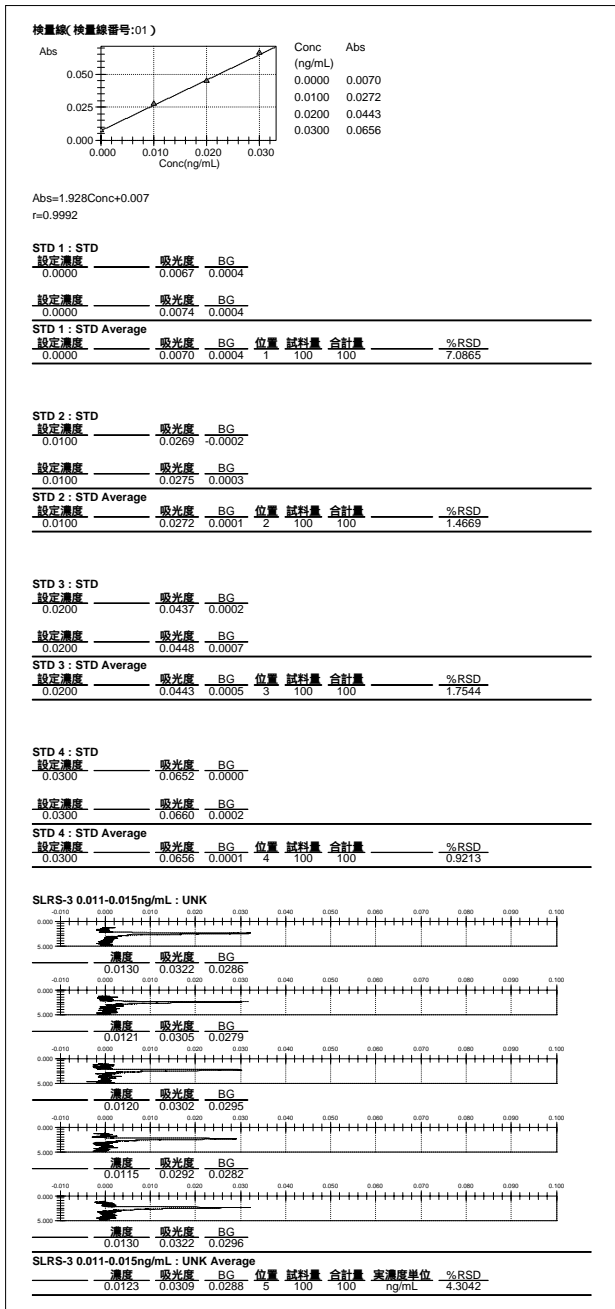


Fig.1 標準河川水中のCdの測定結果
Measurement Results of Cd in River Water SLRS-3

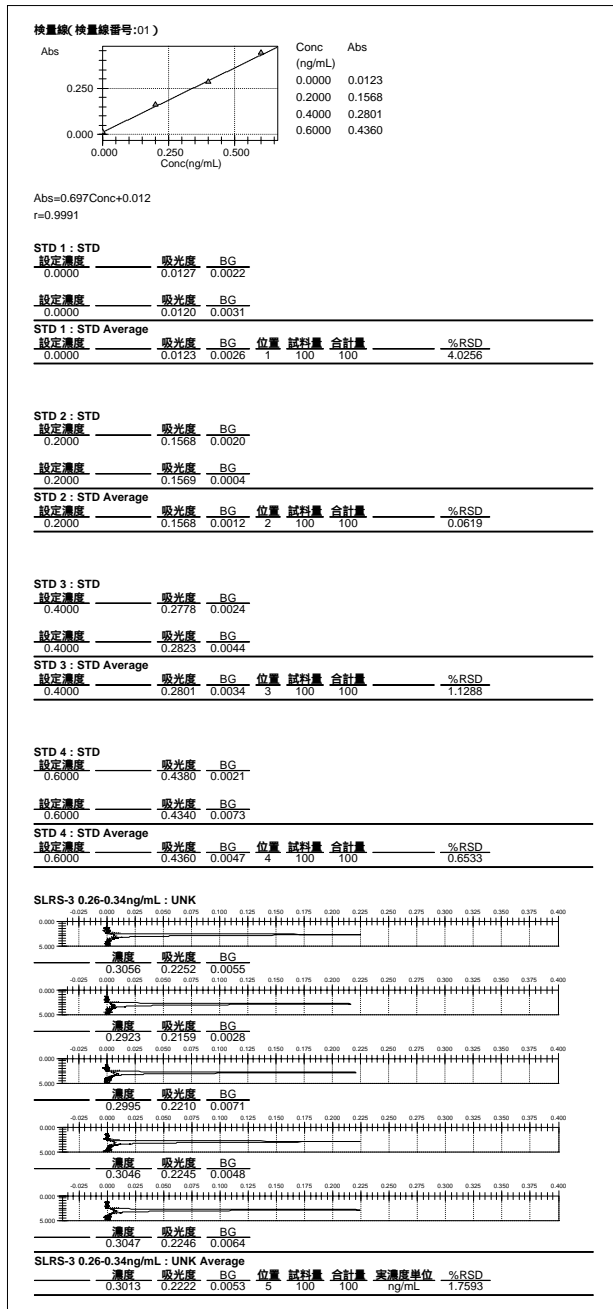


Fig.2 標準河川水中のCrの測定結果
Measurement Results of Cr in River Water SLRS-3