

ICP発光 / 質量分析

INDUCTIVELY COUPLED PLASMA ATOMIC EMISSION SPECTROMETRY/MASS SPECTROMETRY

No. J84A

ICP-AESによる大気粉塵の分析

Analysis of Particulate Matter with ICP-AES

環境大気中の有害汚染物質は、長期間の暴露により人の健康を損なうおそれがあるため、汚染物質濃度の実態を把握することが必要です。1996年に改正された大気汚染防止法では有害大気汚染物質として22元素が採択されました。そのうち、ひ素、ニッケル、マンガン、六価ク

ロム、ベリリウム、および水銀が優先取組物質とされました。今回、島津高周波プラズマ発光分析装置ICPS-7500を用い、都市大気粉塵標準物質(NIST SRM1648)の分析を行いましたので紹介します。

通常、大気試料の採取はエアサンプラを用い、石英フィルタあるいは、メンブランフィルタに捕集を行います。捕集された大気粉塵をフィルタとともに分解処理し、ICP-AESを用いて、有害元素の分析を行います。捕集される大気粉塵の量は微量であることが多く、高感度な分析装置が必要となります。

前処理

Preparation

試料0.2gに硝酸10mℓ、過酸化水素3mℓ、ふっ化水素酸5mℓを加え、マイクロウェーブ高速試料分解装置により分解を行いました。蒸発乾固後(1+1)硝酸5mℓに溶解、純水で100mℓとし、分析用試料としました。

定性分析

Qualitative Analysis

分解処理を行った処理溶液をICPに導入し、定性分析を行いました。定性分析の結果、試料液中の概算濃度とスペクトル線プロファイルが得られます。Fig.1に概算濃度を、Fig.2にプロファイルの一例を示します。このように、ICPS-7500では定性分析により、試料中元素の存在とその概算濃度を知ることができます。

定量分析

Quantitative Analysis

試料中の優先取組物質のうち、As, Ni, Mn, Cr, Be, および規制物質のうち、Pb, Cdの定量分析を行いました。測定は検量線法で行い、必要に応じてバックグラウンド補正を行っています。

Table 1 に分析条件を、Fig.3,4に検量線を示します。Fig.5,6,7に定量分析時のスペクトル線プロファイルを示します。Table 2 には各元素の分析結果、保証値を示します。分析値は保証値とよく一致する結果が得られました。

分析名称：大気粉塵		試料名：NIST 1/500															
測定結果																	
100ppm以上Ca	180																
10ppm以上Mg	11	Al	69	P	12	S	30	K	21	Fe	80						
	Pb																
1ppm以上Na	8.9	Ti	6.0	Mn	1.5	Cu	1.1	Zn	9.1	Ba	2.3						
1ppm以下Li	.033	Be	.0026	B	.54	Si	.073	Sc	.0087	V	.22						
	Cr	.76	Co	.033	Ni	.15	Ga	.053	Ge	.028	As	.14					
	Se	.025	Sr	.31	Y	.019	Zr	.20	Nb	.052	Mo	.025					
	Ru	.052	Rh	.032	Pd	.015	Ag	.0095	Cd	.13	In	.049					
	Sn	.18	Sb	.057	Te	.076	La	.049	Ce	.14	Pr	.091					
	Nd	.033	Sm	.017	Eu	.0016	Gd	.012	Tb	.010	Dy	.0069					
	Ho	.0036	Tm	.0015	Yb	.0028	Lu	.0011	Hf	.036	Ta	.045					
	W	.13	Re	.016	Ir	.0056	Au	.0075	Hg	.016	Tl	.0095					
	Bi	.019	Er	.0055	Os	.016	Pt	.10									

Fig.1 定性分析による概算濃度
Semi Quantity with Qualitative Analysis

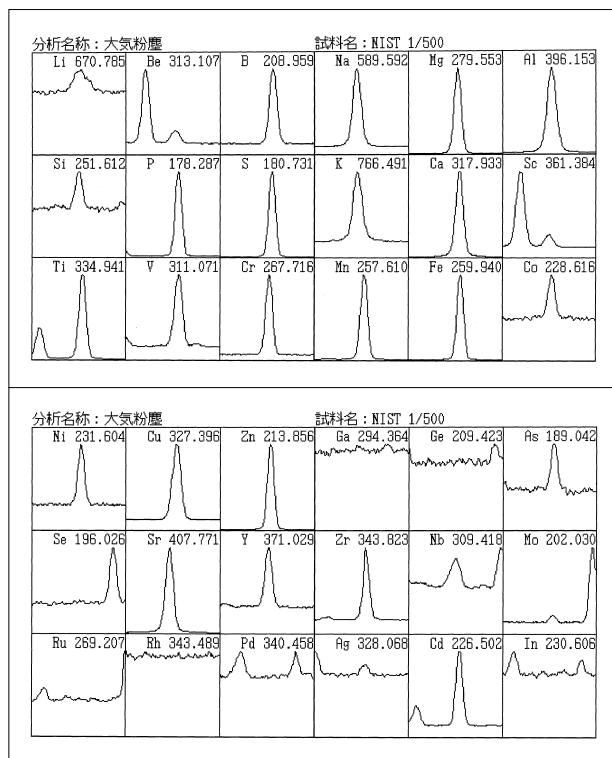


Fig.2 定性分析のスペクトル線プロファイル
Profiles of Qualitative Analysis

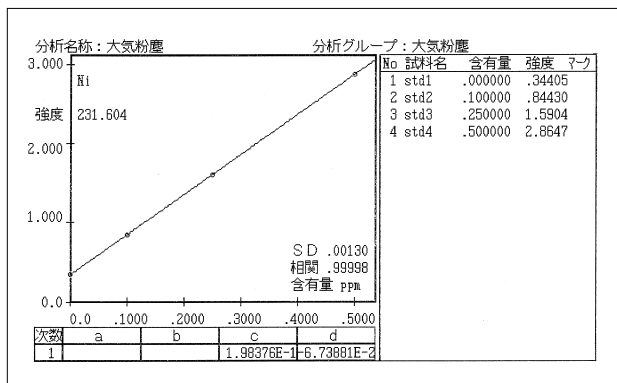


Fig.3 Niの検量線
Working Curve for Ni

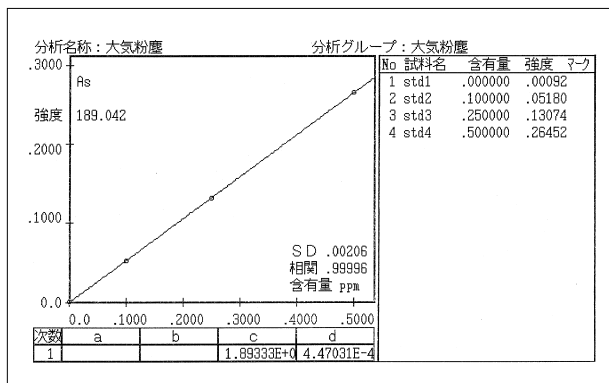


Fig.4 Asの検量線
Working Curve for As

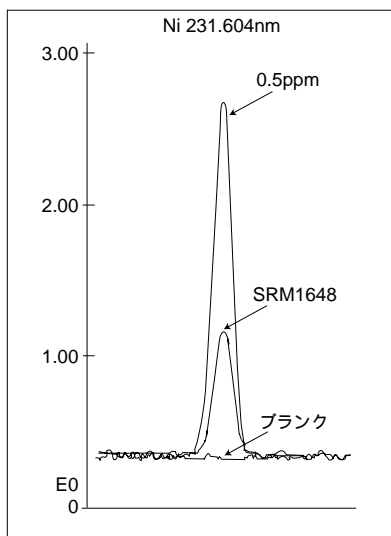


Fig.5 Niのスペクトル線プロファイル
Spectral Line of Ni

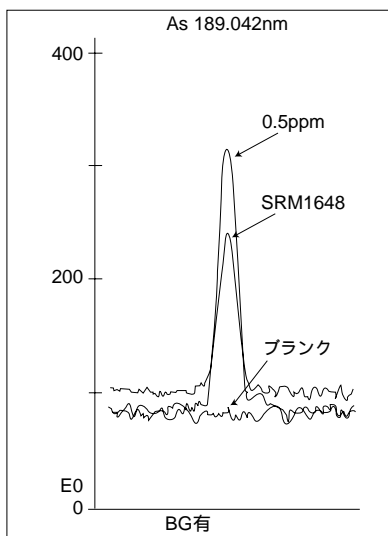


Fig.6 Asのスペクトル線プロファイル
Spectral Line of As

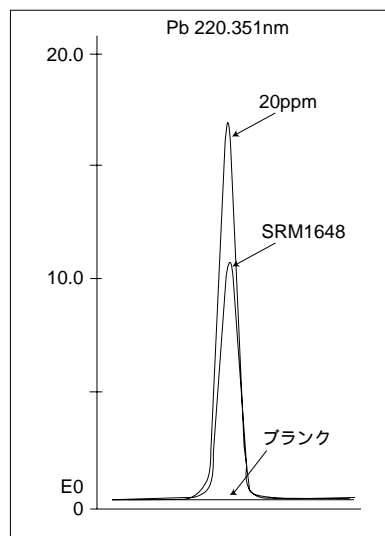


Fig.7 Pbのスペクトル線プロファイル
Spectral Line of Pb

Table 1 分析条件
Analytical Condition

Instrument	: ICPS-7500
Plasma source	: Inductively Coupled Plasma
Frequency	: 27.12MHz
RF Power	: 1.2kW
Reflected Power	: 0kW
Coolant Gas Flow Rate	: Ar 14.0ℓ/min.
Plasma Gas Flow Rate	: Ar 1.2ℓ/min.
Carrier Gas Flow Rate	: Ar 0.7ℓ/min.
Purges gas Flow Rate	: Ar 3.5ℓ/min.
Sample Uptake	: 0.6ml/min.
Spectrometer	
Mount	: Czerny-Turner
Focal Length	: 1.0m
Grating	: 3600,1800 Grooves/mm
Reciprocal Linear Dispersion	: 0.22,0.44nm/mm
Slit Width	: Entrance 20μm, Exit 30μm
Range	: 160nm ~ 850nm
Observation	: Radial Observation
	: Height 11mm

Table 2 分析結果
Analytical Results

元素	測定波長(nm)	分析値(μg/g)	保証値(μg/g)
Ni	231.604	85.0	82±3
As	189.042	123	115±10
Be	313.107	2.45	
Mn	257.610	815	(860)
Cr	267.716	402	403±12
Pb	220.351	6500	6550±80
Cd	226.502	77.0	75±7

()は参考値を示す