

ICP発光分析法による要監視項目Mo、Ni及びほう素の測定

光武隆久

Measurement of Molybdenum, Nickel and Boron by ICP-atomic emission spectrometry

Takahisa Mitutake

はじめに

平成7年度末に、当所（環境理学課）にICP発光分析装置が設置された。最初に、環境水・工場排水の亜鉛の測定を試みたところ、前処理が簡単なうえ、検量線の直線性の良いことが判明したので、要監視項目のモリブデン（Mo）、ニッケル（Ni）及びほう素（B）の測定を試みた。

方法

1. 装置及び試薬

- 1) ICP発光分析装置：島津ICPS—8000型標準装置に軸方向観測装置を取り付け、さらにMo及びNiの分析では超音波ネブライザー装置を併用した。
- 2) 硝酸：和光純薬工業又は関東化学（株）製
- 3) 水：超純水
- 4) Ni及びB標準液：MERCK製ICP用1000ppm
- 5) Mo標準液：関東化学（株）製原子吸光用1000ppm

2. 測定方法

測定のフローは、JIS K 0102に準じて図1のとおりとした。ICPの操作はマニュアルに従い、まず定性分析で目的元素を3種類の波長で測定し、この中の最適1波長で定量分析した。

MoとNi並びにBの測定条件を表1、表2に示

す。この条件での各元素の測定波長・検量線は図2～図4のとおりである。

結果

繰り返し測定の精度

地下水又は河川水のうち比較的高濃度のB又はNiの検出されたものについては、図1のフローで各5回測定を繰り返して精度を調べた。その結果を、表3、表4に示す。

まとめ

水の要監視元素Mo、Ni及びBのICP発光分析法による測定を検討した。3元素共に直線性の良い検量線が得られ、実際の河川水又は地下水の繰り返し測定（ $n=5$ ）では、NiとBで変動係数5%以下と精度良く測定できることがわかった。

参考文献

- 1) 日本工業標準調査会：“工場排水試験方法 JIS k 0102”、(財)日本規格協会 (1993)
- 2) 環境庁水質保全局水質規制課：“環境水質分析法マニュアル”、環境化学研究会 (1993)

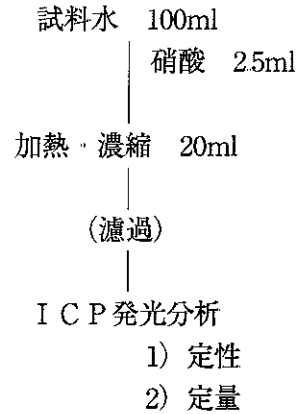


図1 測定方法のフロー

表1 Bの測定条件

測定条件設定		
項目	設定値	
高周波出力	1.2	kw
トーチ観測高	15	mm
クーラントガス流量	14	l
プラズマガス流量	1.2	l
キャリアガス流量	1.00	l
パージガス流量	3.5	l
*	0	
チェンバ切换	1	
ソルベント・リンス・タイム (H)	0	秒
ソルベント・リンス・タイム (L)	20	秒
サンプル・リンス・タイム (H)	0	秒
サンプル・リンス・タイム (L)	30	秒
光源モード	プラズマ	
エコラン	無	

表2 Mo、Ni (超音波ネブライザー使用) の測定条件

測定条件設定		
項目	設定値	
高周波出力	0.8	kw
トーチ観測高	15	mm
クーラントガス流量	14	l
プラズマガス流量	1.2	l
キャリアガス流量	0.90	l
パージガス流量	3.5	l
*	0	
チェンバ切换	1	
ソルベント・リンス・タイム (H)	10	秒
ソルベント・リンス・タイム (L)	20	秒
サンプル・リンス・タイム (H)	5	秒
サンプル・リンス・タイム (L)	60	秒
光源モード	プラズマ	
エコラン	無	

表3 Bの測定結果

	B ppm
1	0.233
2	0.237
3	0.251
4	0.233
5	0.232
AVERAGE	0.237
STDEV	0.0081
CV%	3.4

表4 Niの測定結果

	Ni ppm
1	0.0098
2	0.0094
3	0.0101
4	0.0105
5	0.0105
AVERAGE	0.0101
STDEV	0.00047
CV%	4.6

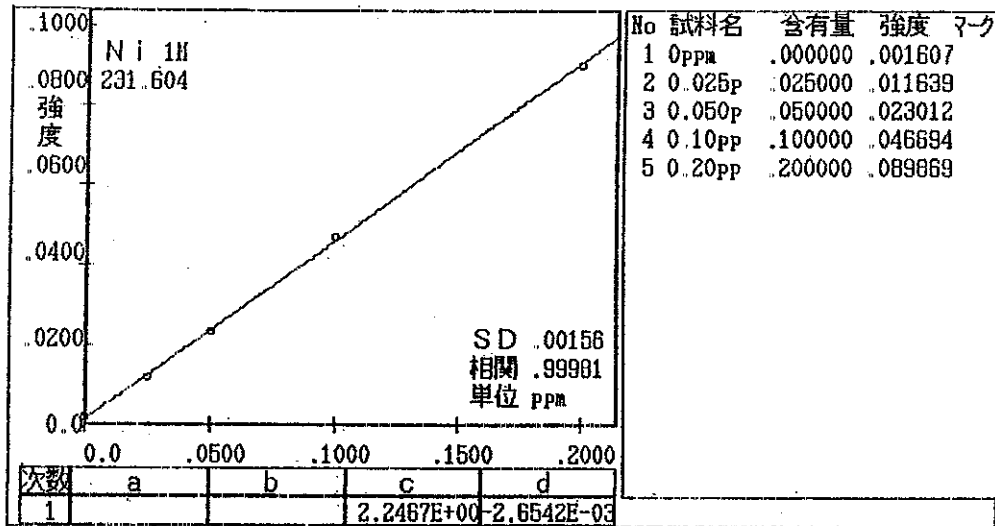


図2 Niの測定波長及び検量線

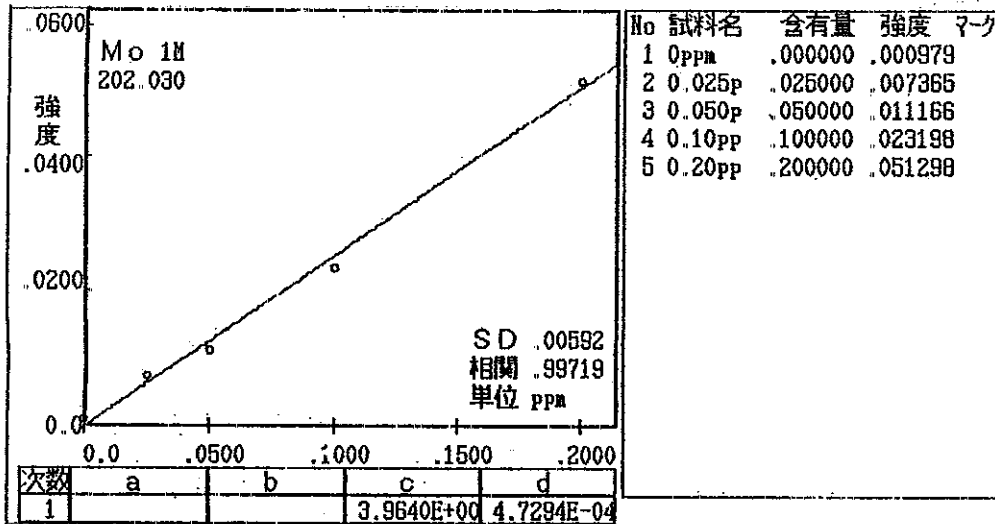


図3 Moの測定波長及び検量線

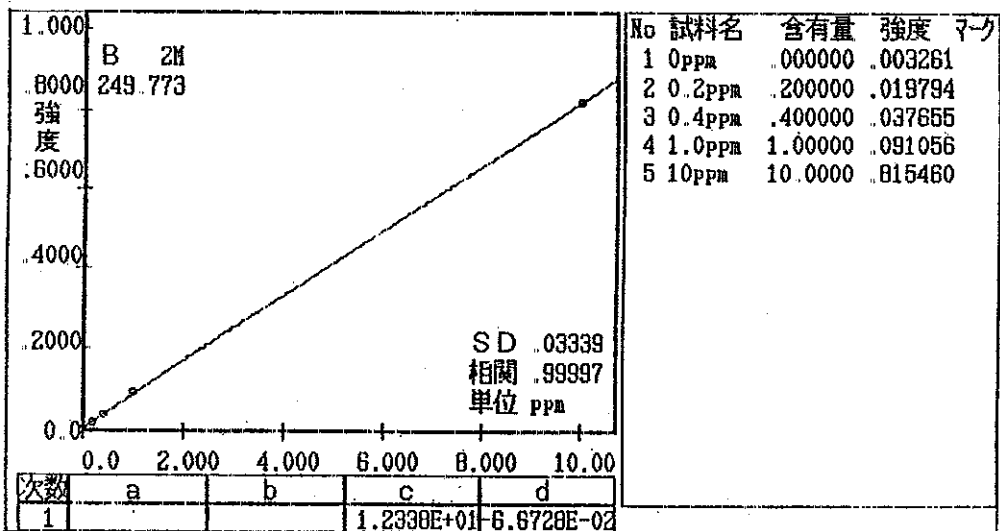


図4 Bの測定波長及び検量線