

# トレースアナリシスにおける蒸発装置の考案

## Evaporating Equipment for Trace Analysis

毛利 孝明

Takaaki MOURI

### 要 旨

トレースアナリシスにおいては、開放系で酸を蒸発させる過程において雰囲気から受けるコンタミネーションが大きな問題となる。そこで、専用の蒸発装置を作成し、蒸発装置を使用しない場合と使用した場合におけるコンタミネーションについて比較を行った。その結果、Al, Ni, Cu, Sn, Ba, Pbなどの元素でバックグラウンド値が大幅に減少し、大きな効果が認められた。

キーワード：トレースアナリシス，コンタミネーション，蒸発装置

### 緒 言

トレースアナリシスにおいて、コンタミネーションが大きな問題となることはすでに記載した<sup>1)</sup>。この際、試料の濃度とバックグラウンドとの間に大きな差がある場合は、バックグラウンドの値に多少変動があっても問題はない。しかし、試料中の濃度とバックグラウンドの値が接近している場合は、バックグラウンドの値が測定値の信頼性を左右すると言っても過言ではない。そのため、バックグラウンドの値をどれだけ下げられるかが最重要課題となる。最近よく使われるマイクロウェーブによる分解においては、分解は密閉容器で行われるため汚染の心配はないが、分解後酸を蒸発させる過程を開放系で行っているため、どうしても雰囲気からのコンタミネーションを受けてしまうことになる。そこで、このコンタミネーションをできるだけ減らすため、専用の蒸発装置を作成しその効果について検討を行ったので報告する。

#### 分解容器

HNO<sub>3</sub> 5 ml + H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 2 ml

#### マイクロウェーブ分解

プログラム1

冷却(水中)20分

HNO<sub>3</sub> 1 ml + H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 1 ml

#### マイクロウェーブ分解

プログラム2

冷却(水中)20分

#### 乾固(220℃ホットプレート)

0.5NHNO<sub>3</sub>

20ml定容

内標準(5 ppm 0.1ml)

ICP-MS

#### プログラム1

250W 1分

0W 2分

250W 5分

400W 5分

600W 5分

VENT 5分

#### プログラム2

250W 5分

400W 5分

550W 5分

600W 5分

VENT 5分

図1 分解方法

### 方 法

マイクロウェーブ分解容器に超高純度硝酸と超高純度過酸化水素のみを入れて分解を行い、ホットプレートで酸を蒸発させた後、0.5NHNO<sub>3</sub>を加えて溶解しICP-MSで22種類の元素について測定を行った。図1に分解方法の詳細を示す。

半透明ポリプロピレンを用いて製作した蒸発装置の正面を図2に、側面を図3に示す。この装置をセラミック製ドラフトの中に置き、ヘパフィルターを通して清浄にした空気を30L/min流しながら酸を蒸発乾固させ、0.5NHNO<sub>3</sub>20mlを加えて溶解した。

## 1 装置

ICP-MS 島津ICPM - 8500

マイクロウェーブ分解装置 マイルストーン社

MLS - 1200MEGA

蒸発装置 ポリプロピレン製

ヘパフィルター ヘパカプセル Gelman Laboratory

## 2 試薬

硝酸 TAMAPURE AA - 100

過酸化水素 TAMAPURE AA - 100

ミリQ水 ヤマトWR600A



図2 ポリプロピレン製蒸発装置(正面)



図3 ポリプロピレン製蒸発装置(側面)

## 結果

分析結果を表2に示す。

表2 バックグラウンド元素濃度(μg/l)  
(0.5NHNO<sub>3</sub> 20ml中の濃度)

元素	蒸発装置無し	蒸発装置有り
Li	0.000~0.000	0.000~0.000
Be	0.000~0.001	0.000~0.015
Al	0.17~10.7	0.07~0.33
Co	0.000~0.004	0.000~0.0004
Ni	0.003~0.22	0.000~0.13
Cu	0.060~0.16	0.000~0.08
Ga	0.000~0.000	0.000~0.000
Ge	0.000~0.000	0.000~0.009
As	0.000~0.000	0.000~0.006
Rb	0.000~0.008	0.000~0.005
Sr	0.000~0.013	0.000~0.016
Mo	0.000~0.001	0.000~0.015
Ag	0.000~0.022	0.000~0.000
Cd	0.008~0.016	0.000~0.004
Sn	0.048~0.081	0.008~0.047
Sb	0.000~0.016	0.000~0.004
Cs	0.000~0.012	0.000~0.009
Ba	0.004~0.030	0.000~0.010
Tl	0.000~0.001	0.000~0.0004
Pb	0.003~0.16	0.004~0.058
Th	0.000~0.000	0.000~0.000
U	0.000~0.001	0.000~0.000

## 考察

表2の結果を見ると、Al、Ni、Cu、Sn、Ba、Pbなどの元素でバックグラウンド値が大幅に減少した。特に、最もバックグラウンド値の大きいAlについては顕著な値の減少が認められた。バックグラウンド値がpptレベルの元素については、蒸発装置の効果はあまり見られなかった。元素によっては、蒸発装置を使用したほうがバックグラウンド値が高くなっている場合もあるが、これは日間変動等通常の変動誤差の範囲内と考えられる。バックグラウンド値は、室内のゴミ、空調、室外の風等さまざまな原因により常に変動しており、時期によってかなりの差が見られる。おそらく測定時期によって一桁以上の違いがあるようである。実験室は常に掃除をするなど清潔にする必要がある。しかし、掃除をした直後はほこりが飛散しかえってバックグラウンドが高くなる場合もあるので注意が必要である。蒸発装置の中は清浄空

気を流すことにより陽圧になっているため、蒸発装置の外側からは粉塵・エアロゾルは内部には侵入しにくくなっていると考えられるが、粉塵・エアロゾルの侵入を完全になくすことはできなかった。ドラフトの上部からはダクトの中の空気がフィルターを通して吹き付けられておりこれが汚染の原因と考えられる。ドラフトに通じるダクトやフィルターの中には粉塵がいったまっている状態であり、これをきれいな状態にするには大規模な工事と多額の費用が必要となるため困難であった。

## まとめ

ポリプロピレンを用いて製作した蒸発装置を使用することによって、Al, Ni, Cu, Sn, Ba, Pbなどの元素でバックグラウンド値が大幅に減少し、大きな効果が認められた。

## 文 献

- 1) 毛利孝明：トレースアナリシスにおける問題点，35～40，香川県環境保健研究センター所報(2002)
- 2) 水池 敦：トレースアナリシス，34～47，東京化学同人(1968)
- 3) 保田和男：原子スペクトル分析の実際，講談社サイエンティフィック(1993)
- 4) 保田和男：原子吸光分析の実際，講談社サイエンティフィック(1980)