

## 原子吸光分析装置

キーワード： 原子吸光、フレイム、ファーネス、カソードランプ

### 1. はじめに

原子吸光分析法は公定法で多く採用されており、水質分析や金属材料の分析など様々な分野で使用されています。

ここでは、その分析原理と装置の構成、分析事例についてご紹介します。

### 2. 原子吸光分析の原理

原子に何らかの方法でエネルギーを与えると核外電子が低いエネルギー状態である基底状態から高い励起状態へと移ります。与えるエネルギーが光の場合、原子固有のエネルギー差にあたる波長の光のみを吸収します。これを原子吸光現象といいます。吸収される光の波長は元素によって決まっており、吸収される光の量は原子の濃度に比例することから、光を分光して吸収量を計測することによって、測定元素の含有量を知ることができます。

### 3. 原子吸光分析装置

原子吸光分析装置の外観を図1に、装置の構成を図2に示します。

原子吸光現象は吸収される波長の線幅が非常に狭いので、吸光度の測定には光源部に目的元素特有のホロカソードランプを用います。

原子化部では、吸収現象を起こすために、目的元素を原子の状態にします。当所の装置では原子化部はアセチレン炎を用いるフレイム部と、黒鉛炉を用いるファーネス部で構成されています。

フレイム部はバーナーからなり、空気・アセチレンを用いる通常バーナーと、亜酸化窒素・アセチレンフレイムを用いる高温バーナーがあります。試料溶液をバーナー中に噴霧し霧化することで原子化するので、試料をあらかじめ溶液化しておく必要があります。



図1 原子吸光装置 (アナリティクイエナ製 ZEEnit700P)

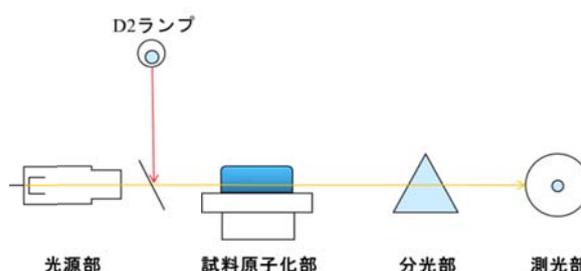


図2 原子吸光装置の構成

カソードランプ光の分析元素蒸気による吸収量は分光部、測光部で測定されます。その際、重水素(D2)ランプの吸収量を同時に測定することによってバックグラウンド補正し、精度を高めています。

ファーネス部では、アルゴンガス雰囲気下で黒鉛炉中に試料溶液を導入し、電気加熱で蒸発させ、原子化することによって、吸光度を測定します。溶媒を蒸発させて分析するので ppb オーダーの感度で、試料量も  $\mu\text{l}$  程度と微量で分析ができるという特長があります。バックグラウンド補正には高精度な手法であるゼーマン分離現象を用います。これは、磁場をかけることにより吸収光を分裂させピーク位置のバックグラウンドを正確に測定するものです。

原子吸光分析装置の特徴には、以下があげられます。

- ・発光分析と比較して、他元素からの分光干渉が少ない。
- ・イオン化干渉が少なく、アルカリ金属、アルカリ土類金属の定量に優れる。
- ・バックグラウンドが正確に測定できる。
- ・高塩濃度中の微量分析に対応する。
- ・対象元素のカソードランプが必要である。
- ・単元素分析である。

#### 4. 測定事例

フレイム分析による鉄鋼中のマンガン分析例を紹介します。分析手法は、JIS G1257-1に規定されています。試料を王水、過塩素酸で分解、溶液化して、空気・アセチレン炎中に噴霧し、マンガン波長 403.1nm での吸光度を測定しました。図 3 に検量線用溶液で作成した検量線を示します。認証値 0.853%、不確かさ 0.004%の鉄鋼標準物質を分析し、平均値 0.8546%、標準偏差 0.0025% (N=3)の結果が得られました。

次にファーンエス分析による鉄鋼中のアンチモンの分析例を紹介します。この方法は JIS G1257-17-2 に規定されており、ppm オーダーの濃度を標準添加法により分析する手法となっています。試料を塩酸と硝酸で分解し、オートサンプラーにより黒鉛炉中へ試料溶液を注入し、アンチモン波長 217.6nm での吸光度を測定しました。

黒鉛炉中では電気加熱により、乾燥、灰化過程で試料中の水分を蒸発させ、原子化行程で原子蒸気を発生させます。この際には、対象元素だけでなく、試料に用いた酸等の溶媒、共存元素の存在状態など、溶液の特性により加熱条件を変更し最適化することが重要です。

図 4 に試料添加溶液による検量線を示します。認証値 22ppm の鉄鋼標準物質を分析し、平均値 21.96ppm、標準偏差 0.11ppm (N=3)の結果が得られています。ファーンエス分析の再現性はフレイム分析には劣りますが、微量分析には非常に有用な手法です。

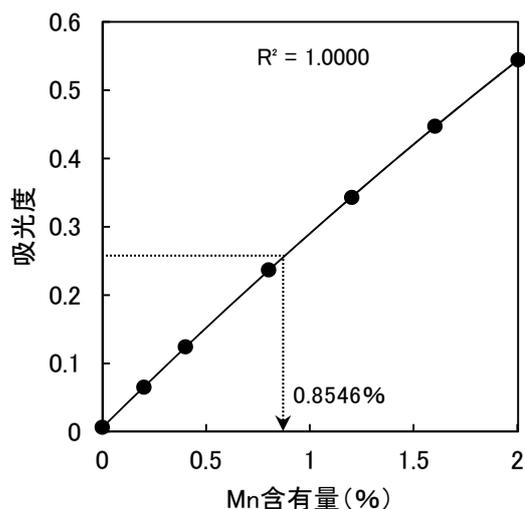


図 3 マンガン・フレイム分析の検量線

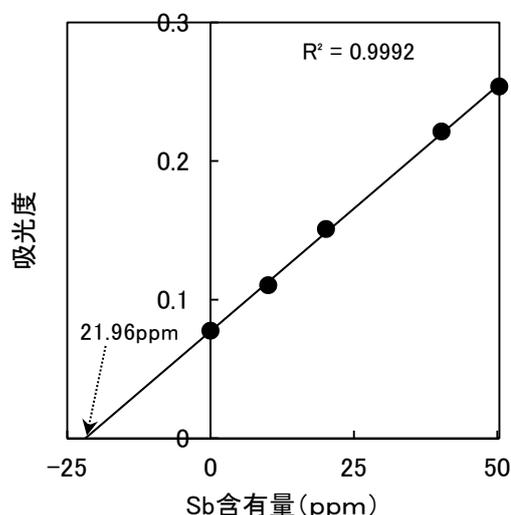


図 4 アンチモン・ファーンエス分析の検量線

#### 5. おわりに

当研究所では、原子吸光分析の依頼試験を行っています。分析元素、濃度、溶液の組成など、分析内容を検討させていただきますので、お気軽にご相談ください。

また、空気・アセチレン炎のノーマルフレイム分析の機器貸与も行っています。カソードランプとしては Ag, As, Bi, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Hg, K, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, Pb, Pt, Sb, Se, Te, Zn を用意しています。ランプを持込いただければその他の元素にも対応できますのでご相談ください。