

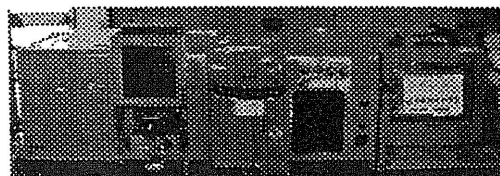
原子吸光分光光度計の紹介

環境工学技術系 小田美奈子

原子吸光分析とは

原子の基底状態から励起状態への遷移に伴う光吸収現象(原子スペクトル)を利用した分析法が原子吸光分析である。試料中の目的元素を何らかの方法で原子蒸気化し、その原子に特定の波長の光を透過させると原子の数に応じて吸収が起こる。この吸収量から目的元素の濃度を求めることができる。

試料の原子化の手段によって、フレイム原子吸光分析とフレイムレス原子吸光分析に大別することができる。およそその感度はフレイム法で ppm, フレイムレス法(炭素炉加熱法)で ppb レベルの検出が可能である。



HITACHI Z-5000 シリーズ
偏光ゼーマン原子吸光分光光度計

原子吸光(atomic absorption)現象

基底状態 E_1 と励起状態 E_2 のエネルギー差 $h\nu$ に等しいエネルギーの光を基底状態の原子にあてると、一部の原子はこれを吸収して励起状態になる(図1)。原子を励起させる光は、その原子特有の波長であり、励起される原子数と吸収されるエネルギー量は相関関係にあるため、特定元素の定性および定量が可能となる。

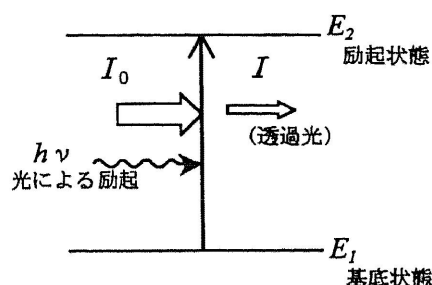


図1

原子吸光分析の特徴

1. 一般に非常に感度が高い(元素により感度にはかなりの違いがある)。
2. 共存する他元素の影響を比較的受けにくい。
3. 試料が溶液であれば、多くの場合、前処理を必要としない。
4. 固体試料の場合でも、他の分解法に比べて前処理を簡略化できる。
5. 一般に分析目的元素ごとに専用の光源ランプを必要とする。

これらの特徴を生かして公害測定関係をはじめ、工業製品中の不純物分析、生化学、医学、農学関係などにも広く用いられている。

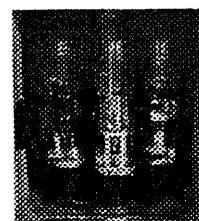
装置の概要

原子吸光分析装置は光源部、試料部(原子化部)、分光部、測光部から構成され、光源部を出た光が試料部で一部吸収され、分光部、測光部に入り吸収量が測定される。

光源部: 中空陰極ランプ(ホロカソードランプ)

各元素に特有の波長の光を発する。

目的元素それぞれのランプが必要であることが難点である。



ホロカソード
ランプ

試料部(原子化部)

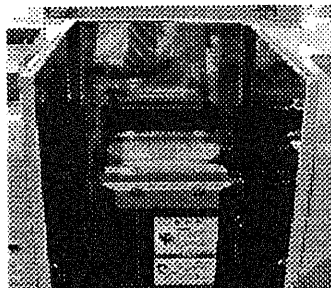
○フレイム法

バーナーの炎(フレイム)中に試料を導入し、フレイムの熱エネルギーによって分析目的元素の原子化を行う。フレイムガスは、目的元素に応じて適切な組み合わせを選ばなければならない。

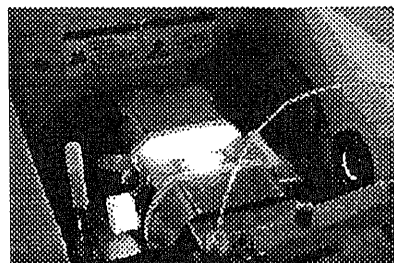
燃料ガス-助燃ガス	フレイム温度
アセチレン-空気	2,300℃
アセチレン-酸化二窒素	3,000℃
水素-空気	2,000℃
水素-アルゴン	1,600℃

○フレイムレス法

一般的には、グラファイトのように高温の発熱体を炉として用いる方式が使われる(グラファイト炉加熱法)。炭素性のチューブ等に試料溶液を注入し加熱することにより、試料の灰化→原子化を行う。原子化の温度は目的元素により異なるが、2000～3000℃である。



フレイム



グラファイト炉
(フレイムレス)

分光部・測光部

フレイム中で吸光を受けた光は分光部に入る。分光器で分析線のみをとりだし、検出器、増幅器をへて信号を指示計器に送る。

測定方法

測定は一般に、標準液の吸光量から検量線を作成し、試料溶液についての吸光量を検量線に内挿することにより試料溶液中の目的元素の濃度を求める。

試料の調製

試料は通常すべて溶液にする必要があるが、水溶液、有機溶媒溶液とも測定可能である。
pH や溶液の色なども問題にならない。

フレイムレス法では固体試料も測定可能である。

【試料量】 フレイム法 … 数 ml

フレイムレス法 … 数 μ l ～ 100 μ l

【濃 度】 目的元素により異なる。

一般に ppm ～ ppb オーダー

【調製法】 液体の試料を適当な濃度に希釈する。

標準試料の調製

検量線作成用に数種類の濃度の標準溶液を調製しなければならない。

性質が分析試料溶液と類似しており、共存物質の存在量もできるだけ同じになるように調整して、その影響を小さくすることが必要である。

【測定の際の注意】

原子吸光分析では微量濃度の元素の定量を行う場合が多いので、使用する溶媒・試薬・器具などについては細心の注意が必要である。例えば試料溶液の調製の際に使用した試薬中に、不純物として分析対象元素が微量含まれていると分析結果に誤差が生じる。また、使用する器具表面への金属イオンの吸着や器具からの微量元素の溶出にも考慮が必要である。

試料の調製から測定までは、なるべく短時間が良い。特にフレイムレス法の場合溶液が希薄であるため、試料の調製は直前に行うことが望ましい。

測定条件の決定（装置が最適条件を自動設定）

目的元素に応じて諸条件を決定しなければならない。

○フレイム法とフレイムレス法に共通する項目

- ・分析線（波長）
- ・光源ランプの電流値
- ・分光器のスリット幅

○フレイム法に関係する項目

- ・バーナーおよびフレイムの種類
（燃料ガス、助燃ガスの組み合わせ）
- ・助燃ガスおよび助燃ガスの圧力の設定
- ・フレイム中を通過する光束位置の設定

○フレイムレス法に関係する項目

- ・乾燥、灰化、原子化過程の温度（電流値）と保持時間

元素	フレイム	フレイムレス (高温炭素炉)
	測定限界(mg/l)	測定可能範囲(μ g/l)
Al	200	0.3 ~ 20
As	-	4 ~ 300
B	1000	0.1 ~ 1.5
Ba	600	2 ~ 60
Ca	50	0.05 ~ 2
Co	10	0.5 ~ 40
Cr	100	0.5 ~ 20
Cu	30	1 ~ 40
Fe	20	0.5 ~ 30
K	10	0.3 ~ 8
Li	5	0.5 ~ 15
Mg	2	0.05 ~ 3
Mn	20	0.3 ~ 15
Mo	400	2 ~ 60
Na	4	0.1 ~ 8
Ni	20	0.5 ~ 20
Pb	200	2 ~ 60
Sb	100	4 ~ 150
Se	-	3 ~ 200
Si	300	-
Sr	50	0.1 ~ 4
V	-	2 ~ 100
Zn	4	0.1 ~ 3

【備考】

フレイムレス法はフレイム法に比べて再現性が悪い。
ランプを用いない炎光測定もある（アルカリ金属向き）。

主な元素の試料濃度

測定結果例

測定試料：天然水（湧き水、河川水）

目的元素：カルシウム、マグネシウム

測定方法：フレイム

	岩瀬の清水 笹神村	桜清水 新津市	薬師清水 三川村	大沢清水 村松町	阿賀野川 津川町
Ca (mg/l)	1.5	3.7	5.7	17.3	6.1
Mg (mg/l)	0.9	1.7	1.3	1.6	1.5