

2.(2)原子吸光分析

2.(2)-1.原子吸光分析

原子吸光分析の原理

原子の蒸気層が空間中にあるとき、これに適当な波長の光を透過させると、基底状態にある原子が光を吸収する。試料を何らかの方法で原子化し、原子蒸気を作り、励起波長の光を透過させると、原子蒸気中の原子の数に応じて吸光が起こる。この吸光度から試料濃度を求める。

原子吸光分析の役割

原子吸光分析の役割は、一般に被測定試料中の特定元素の定性およびその濃度の定量である。測定可能な特定元素として44種を挙げることが出来るが、その多くは金属元素であり、水素、炭素、酸素、窒素、イオウ、ハロゲン元素は分析できない。本研究においては、電線・ケーブルの被覆材に含まれる金属元素の定量に適用した。

2.(2)-2.原子吸光分析装置の概要

装置の概要

原子吸光分析装置は、光源部、試料原子化部、分光部・測光部からなり、単光束型と複光束型がある。図2.(2)-1に単光束型についての概念図を示す。

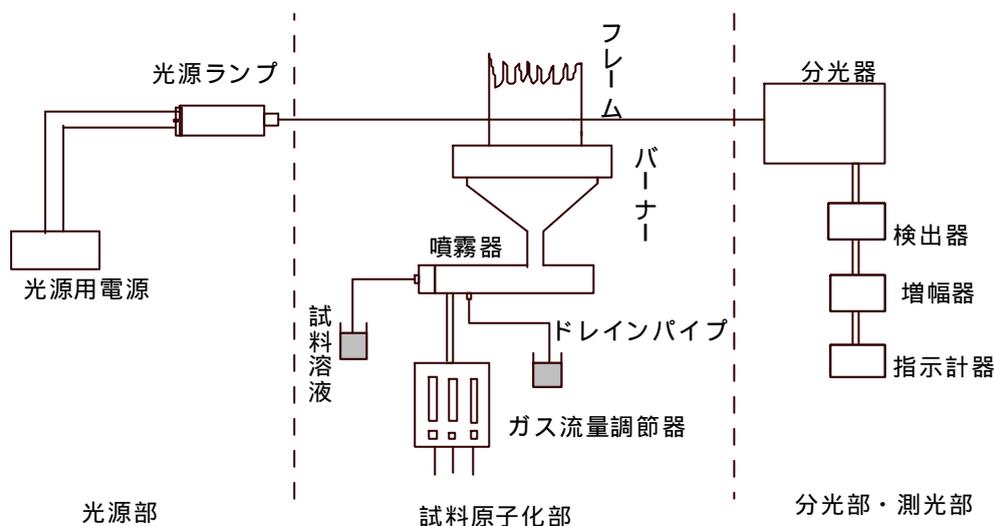


図2.(2)-1.原子吸光分析装置の概念図

動作原理

光源を出た光は、分析すべき目的元素の原子蒸気を含むフレームで吸光を受け、分光器に入る。分光器で分析線のみを取り出し、検出器、増幅器を経て指示計器に信号を送る。試料溶液は噴霧器で霧状にされてバーナーヘッドに導かれる。試料はフレーム中で原子化されて光源からきた光を吸収する。

原子吸光分析装置の各部のあらましを表2.(2)-1に示す。

表2.(2)-1.原子吸光分析装置の構成

光源部	一般に中空陰極ランプ (Hollow Cathode Lamp)が用いられる
試料原子化部	フレム法とフレムス法があり、フレム法が一般に用いられる フレムス法はグラファイトファーネスを用い、高い分析精度が得られる
分光部・測光部	可視・紫外分光光度計のそれと同じ

2.(2)-3.購入した原子吸光分析装置の仕様

数社の原子吸光分析装置の比較調査を行い、島津製作所の製品を購入した。

図2.(2)-2.に原子吸光分析装置の設置状況の写真を示す。表2.(2)-2.に原子吸光分析装置の仕様を示す。



図2.(2)-2.原子吸光分析装置の設置状況

表 2.(2)- 2 . 原子吸光分析装置の概略仕様

型 式	島津製作所 AA-6800フルシステム(フレーム&ファーンレス)
分光器	測定波長範囲 :190 ~ 900 nm バンド幅 :0.1、0.2、0.5、1.0、2.0、5.0nm(6段階自動切り換え)
ランプ	装着数 :8本、同時点灯 :2本(1本予備点灯) 測光方式 :高速自己反転、高速2周波数同時 点灯モード :EMISSION、NON-BGC、BGC-SR、BGC-D2、D2 購入ランプ :14元素(Na、Mg、Al、Si、K、Ca、Mn、Fe、Cu、Cd、Sn、Sb、Ba、Pb)
フレーム アトマイザ	空冷プレミックス型 バーナーヘッド 純チタン製 ネブライザ :Pt-Ir キャピラリ、テフロン製オリフィス、 セラミック製インパクトビード一体型、フッ素酸使用可能 ガス制御部 :自動流量設定、最適ガス流量自動サーチ
ファーンレス アトマイザ	加熱温度範囲 :室温 ~ 3000 加熱制御方式 :乾燥 :電流制御方式、 灰化、原子化 :光温度制御方式
オートサンブラ	原点検出機能、自動洗浄機能、自己診断機能、ランダムアクセス
データ処理	ソフトウェア環境 :MS-Windows95, パラメーター設定 :ウィザード方式 測定モード :フレーム吸引法、ファーンレス法
試料前処理	Model7195、 マグネトロン :2450MHz ; 950W
高速分解装置	オープン :内装/外装ともPTFEテフロンコート 消費電力 :100V20A

2.(2)- 4.原子吸光分析結果

試作ケーブルのシース材料分析

試作したケーブルのシース材料を電気炉で灰化处理(650℃、3時間、一部サンプルに対しては500℃、3時間)後、硝酸で溶解し、含有元素の濃度に応じて適当な倍率で希釈してから、原子吸光分析を行った。表2.(2)- 3. に試作ケーブルのシース材料に含まれる元素の分析結果を示す(表中の「0」の数値はほとんど検出されなかったことを意味している)。

表 2.(2) - 3. 試作ケーブルシースの原子吸光分析による測定結果 (単位 ppm)

試料 元素	600V CVT	600V EM-CET	CVV	EM-CEE	SM 防水型 光ファイバ ケーブル	SM 防水型 難燃光ファイ バケーブル
マグネシウム	1,587	209,307	626	222,822	2	211,408
アルミニウム	428	1	608	681	0	17
ケイ素	440	530	1306	436	281	6,971
カルシウム	51,547	255	52,263	753	12	20
マンガン	3	0	7	1	6	1
銅	8	14	6	11	4	11
カドミウム	0	0	0	0	0	0
スズ	8,319	381	2,167	2,258	0	3,707
アンチモン	43	0	0	53	0	0
バリウム	2,034	945	1,830	995	84	92
鉛	16,018	0	13,636	0	0	0

なお、一例としてマグネシウムの原子吸光設定条件と測定結果を表 2.(2) - 4と表 2.(2) - 5 に示す。

表 2.(2) - 4 . マグネシウムの原子吸光設定条件

分光器パラメータ	アトマイザ/ガス流量設定
ソケット番号 : 5 ランプ電流 Low(mA): 8 波長 (nm) : 285.2 スリット幅 (nm) : 2.0 点灯モード : BGC-D2	燃料ガス流量 (litre/min.) : 1.8 フレイム種類 : 空気 - アセチレン バーナー高さ (mm) : 7 バーナー角度 : 0

表 2.(2) - 5 . シース中のマグネシウムの原子吸光分析結果

サンプル名	灰化条件	試料 重量 (g)	メスアップ 量 (ml)	希釈 倍率 (倍)	吸光度	測定濃度 (ppm)	実濃度	
							(ppm)	(%)
600VCVT	650 ,3h	1.0082	100	100	0.2407	0.1600	1,587	0.1587
600V EM-CET	650 ,3h	1.0014	100	10,000	0.3392	0.2096	209,307	20.9
CVV	650 ,3h	1.0020	100	100	0.0814	0.0627	626	0.0626
EM-CEE	650 ,3h	1.0008	200	10,000	0.1556	0.1115	222,822	22.3
SM 防水型光 ケーブル	500 ,3h	1.0025	100	1	0.0274	0.0214	2.13	0.0002
SM 防水型難 燃光ケーブル	650 ,3h	1.0192	100	10,000	0.3510	0.2151	211,048	21.1

$$\text{実濃度 (ppm)} = \text{測定濃度} \times \text{メスアップ量} \times \text{希釈倍率} / \text{試料重量}$$

試作ケーブルの絶縁体材料分析

シース材料と同様に、試作ケーブルの絶縁体材料について、含有金属元素に関する原子吸光分析を行った。表 2.(2) - 6 に試作ケーブルのシース材料に含まれる元素の分析結果を示す。なお、光ファイバケーブル (SM 防水型, SM 防水型難燃) は分析の対象外とした。

表 2.(2) - 6 . 試作ケーブル絶縁体の原子吸光分析による測定結果 (単位 ppm)

試料 元素	600V CVT	600VEM-CET	CVV	EM-CEE
マグネシウム	3	5	133	3
アルミニウム	59	0	1,071	0
ケイ素	0	99	3,099	115
カルシウム	111	0	25,029	0
マンガン	1	0	7	0
銅	12	17	425	8
カドミウム	0	0	0	0
スズ	1,222	0	3,409	1,658
アンチモン	0	0	0	0
バリウム	93	75	1,826	70
鉛	0	0	3,411	0

2.(2) - 5. 原子吸光分析のまとめ

試作ケーブルのシース材料分析結果

- ア) 600V CVT、CVV のシース材料については Ca、Pb が多く検出され、炭酸カルシウムと鉛系安定剤が配合されていると推定される。
- イ) EM-CEE、600V EM-CET、SM 防水型難燃光ファイバケーブルには Mg が多く含まれている。難燃剤の水酸化マグネシウムによるものと思われる。
- ウ) SM 防水型光ファイバケーブルのシースは難燃剤が配合されていない材料ではあるが、Si、Ba、Ca 等が検出された。しかし、最も多かった Si でも 281 ppm (0.0281 %) と含有量はわずかであった。

試作ケーブルの絶縁体材料分析結果

- ア) CVV の絶縁体材料については、Ca、Pb、Sn、Si 等が検出されている。CVV のシースに比べると Ca は約半分、Pb は約 1/4 程度と少なく、Sn、Si は若干多く検出されたが、含有量は 0.3 % のオーダーであり、少ない。
- イ) 600V CVT、EM-CEE、600V EM-CET の絶縁体材料については、無機充填材は配合されていない模様で、Sn、Sb、Si、Ca、Ba 等が検出されたが、それらの含有量はいずれもわずかである。