

# 学生実験実習における ICP 発光分光分析の装置性能に依存しない定性実験の検討

○山嵜 崇之<sup>a)</sup>

<sup>a)</sup> 東京大学工学部応用化学専攻分析化学実験室

## 1. はじめに

学生実験で使用する装置を共通機器化する事で、予算やスペースの節約をしつつ利用頻度が向上し、コストパフォーマンスを高められる。共通機器は、高性能かつ多種多様な機能が望まれるが、分析装置の性能向上により、時に学生実験実習が成立しなくなり、両立する装置選定が困難となる。

当実験室では、学生実験以外の時間帯に共通機器として分析装置を利用できるよう整えてきたが、故障と老朽化に伴い装置更新を進めた。装置更新に伴う学生実験の再検討事例は他部局にも参考になると考え、ICP 発光分光装置での例を紹介する。

当実験室の無機分析実験実習では、酸化カルシウム (CaO) に微量無機元素を混入させた試料を用いて、2 種の分析装置で不純物元素を定性・定量し、両分析装置の特性等を学習する。ICP 分析における元素定性では、特定の元素由来の 3 波長分のピークを確認する事で、存在しないビスマス (Bi) 由来 (206.164 nm) に見える発光線 (偽発光線と呼ぶ) はクロム (Cr) 由来 (206.157 nm) だと判断できることを学習させていた。しかし、ICP 装置を更新しスペクトル分解能が向上 (7 pm) すると、両者が区別可能であることから、新たな偽発光線を探す必要が生じた。今回、性能が高くて偽発光線と見なせる新しい発光線を見出し修正したため報告する。

## 2. 実験

ICP 発光分光装置は、iCAP™ PRO XP Duo (Thermo Fisher Scientific 製) を用いた。文献<sup>[1]</sup>及び装置アプリから各元素での発光線近傍の干渉を及ぼす発光線リスト (干渉元素リストと呼ぶ) を一元素ずつ参照し、偽発光線の探索を試みた。試料について、まずブロック状 CaO に数種の微量重金属を添加し、ミキサーで粉碎した。そこから一部取り出し、さらにブロック CaO と粉碎希釈したものを試料とした。試料 1 g 程度を精秤し、混酸 (塩酸 1 :

硝酸 1 : 水 2 (v/v)) 20 mL を加えホットプレート上で加熱分解した。放冷後ろ過し、水で 100 mL にメスアップし試料溶液とした。試薬から調製した各種標準溶液 (Ni、Zn、Mn、Cd 等) 及び白金 (Pt) 標準溶液を希釈したものを定性分析に用いた。

## 3. 結果と考察

当該装置中の干渉元素リストや文献のスペクトルを参照したが、主要な発光線で一致するものを見出すことは困難であった。次に、干渉元素リスト探索時に試料中の不純物元素である 3d ブロック元素由来発光線近傍にピークがみられる貴金属類に着目した。Pt 標準液と比較したところ、試料由来の発光線の一つである 217.467 nm の発光線が一致する事を確認した。装置の干渉元素リストからは見つけれなかったが、文献から Ni の発光線の一つと一致する<sup>[2]</sup>ことを確認した。図のピークがわずかにずれる現象について、オンラインスペクトルデータ<sup>[3]</sup>で参照した結果と一致する事を確認した。

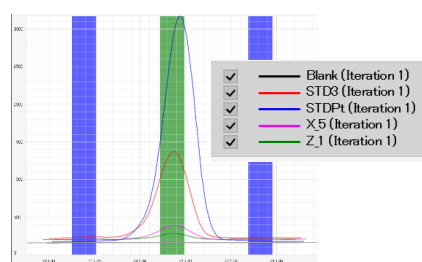


図. 217.467 nm 近傍のピークの様子  
X-5 Z-1: Ni を含む CaO サンプル

## 参考文献

- [1] 千葉光一 他著 ICP 発光分析 (分析化学実技シリーズ 機器分析編 4) (2013) pp233.
- [2] Wagatsuma and Honda *Spectrochim Acta Part B* **60** (2005) 1538-1544.
- [3] NIST Atomic Spectra Database Lines Form [https://physics.nist.gov/PhysRefData/ASD/lines\\_form.html](https://physics.nist.gov/PhysRefData/ASD/lines_form.html) 2025 年閲覧