

ICP 発光分析法を用いたヨウ素の高感度定量

○坂本 冬樹

東北大金研 テクニカルセンター

1. はじめに

ヨウ素は ICP 発光法で測定可能ではあるが、非常に感度の低い元素である。また、通常の ICP 発光分析において噴霧された試料溶液の Ar プラズマへの導入効率は数%程度で、残りは廃棄され分析には使用されていない。そこで、Ar プラズマへの導入直前の試料溶液からガス状 I_2 を発生させ、通常は廃棄される 90%以上の試料溶液部分に含まれるヨウ素を Ar プラズマへ導入することにより、大幅な高感度化を目的とする。

2. 実験

2.1 装置

ICP 発光分光分析装置は Thermo Fisher Scientific 社製 IRIS Advantage DUO、チャンバーはガラス製サイクロン型を用いた。また、試料溶液中のヨウ化物イオンと酸化剤を反応させるため、内標準導入用ミキシングキット (図 1) を使用した。

2.2 試薬

塩酸、硝酸は和光純薬製電子工業用、ヨウ化カリウム、アスコルビン酸、亜硝酸ナトリウムは和光純薬製特級、ヨウ素酸カリウムは和光純薬製容量分析用を用いた。純水はオルガノ社製ピューリック UP- α で精製したものを用いた。

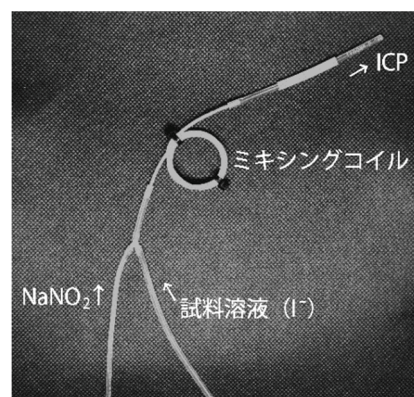


図 1 試料導入系

3. 結果と考察

3.1 ヨウ素の測定感度確認

ヨウ素酸カリウムを標準物質として、ICP 発光法でヨウ素の検量線を作成した。定量下限の指標としてバックグラウンド等価濃度を求めると、 $10\mu\text{g/mL}$ 程度であった。比較として、一般的な測定感度である鉄の値は $0.2\mu\text{g/mL}$ 程度で、ヨウ素は $1/50$ 程度と大幅に低い感度であることが確認できた。

3.2 酸化剤・還元剤の検討

酸化剤として HNO_3 、 NaNO_2 、 H_2O_2 、還元剤としてアスコルビン酸、 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ の組み合わせを検討した。その結果、事前にアスコルビン酸を加えヨウ素を I^- の形にしておき、後から酸性条件下で NaNO_2 と反応させることにより I_2 を発生させられることが分かった。

3.3 ICP 発光分析装置条件の検討

濃度を最適化した試料溶液と酸化剤をポンプで送液し、ミキシングコイル内で反応させる。本法と通常測定の検量線を比較したものを図 2 に示す。発生した I_2 は直接プラズマに導入され、通常測定より 30 倍程度の高感度化が達成された。

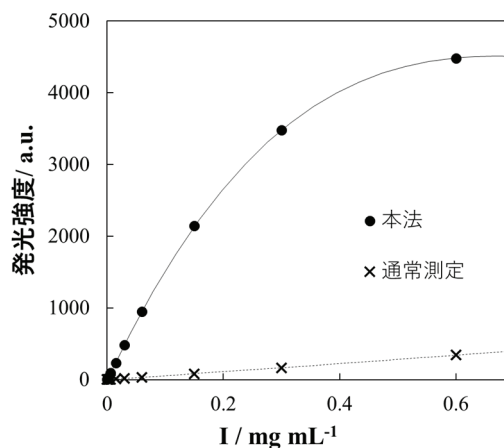


図 2 ヨウ素検量線比較