

技術講習会（分子素材工学科技術官担当）

日時：1999年9月14日午後13時～17時

講師：実験器具薬品の取り扱いと実験手順の説明 ----- 中口 敏
ICP発光分析装置の説明と実際の測定指導 ----- 市川貴之
実習担当者 ----- 山本みどり
実習協力者 ----- 北畠久子
福永千佳己
平山かほる

講習会参加者：堀田克則、前田浩二、小川覚、村井健一、中川浩希 5名

目的、方法：ICPを用いた金属元素の分析

機器分析で汎用的に使われているICPを用いて金属元素の分析を試みた。今回の講習会参加者は化学系以外であるので、最初に今回使用する実験用器具と薬品の取り扱いについて基礎的説明をおこない試料溶液の調製に時間をかけた。測定した試料は、よく使われている鉄製のワッシャーを酸で溶解し、適当な濃度に調整して、ICPで分析した。その際の標準溶液は市販の原子吸光用標準液を使った。参加者数が奇数だったので化学系の技術官が1名入って2人一組、3チームで試料調整と測定を行った。

（実験準備及び説明）

- ①実験上の一般的注意事項
- ②器具の取り扱いについて
- ③薬品の取り扱い及び試料の採取について
- ④誤差及び測定値の取り扱いについて
- ⑤化学量論についての簡単な説明
- ⑥ICPの原理説明及び装置のあらまし
- ⑦ICPの特徴について
- ⑧ICP発光分析で何がわかるか

（実験）

分析化学は定性分析、定量分析と呼ばれる二つの分野に分けることができる。定性分析は物質の確認を取り扱う分野である。そこでは試料中にどのような元素あるいは化合物が存在するかが問題である。定量分析では、ある特定の物質が試料中にどのくらい存在するかが問題になる。今回の講習会では、ICP（誘導結合プラズマ）装置を用いて、試料に含まれる金属元素の定量分析を行う。

1、試料溶液の調製

最初、100 ml ビーカーに蒸留水5 ml を加え、つぎに濃硝酸5 ml 加える。最後に試

料（秤量済み）を入れて加熱溶解する。

試料が完全に溶解したら、100 ml のメスフラスコに上記の溶液を慎重に移す。その際、ビーカーを蒸留水で何度もすすぎメスフラスコに加え、溶解した液の全量をメスフラスコに移す。最後に蒸留水で標線まで希釈し、これを原液とする。

つぎに原液をホールピペットで 2 ml、Y（1000 ppm）標準溶液をホールピペットで 1 ml、100 ml のメスフラスコに入れ、標線まで蒸留水で希釈し試料溶液とする。

2、検量線作成用標準試料溶液調製

	A(100ml)	B(100ml)	C(100ml)	D(100ml)	E(100ml)
Fe(100ppm)	20ml(20ppm)	5ml(5ppm)	2ml(2ppm)	1ml(1ppm)	0
Mn(100ppm)	10ml(10ppm)	5ml(5ppm)	2ml(2ppm)	1ml(1ppm)	0
Zn(100ppm)	10ml(10ppm)	5ml(5ppm)	2ml(2ppm)	1ml(1ppm)	0

Y(1000ppm) 各 1ml(10ppm)

硝酸 各 0.1ml

I C P 測定試料溶液調製

試料の秤量

↓

試料の溶解

↓

濃度調整

検量線作成用標準試料溶液の調製

標準試料溶液の採取

↓

↓

↓

濃度調整

I C P 測定

↓

検量線作成

↓

データ解析

(結果)

3グループとも、測定結果は一部の金属試料を除いて標準偏差は、1に近い値になり、測定値もあらかじめ測定した値に近い数値が出た。