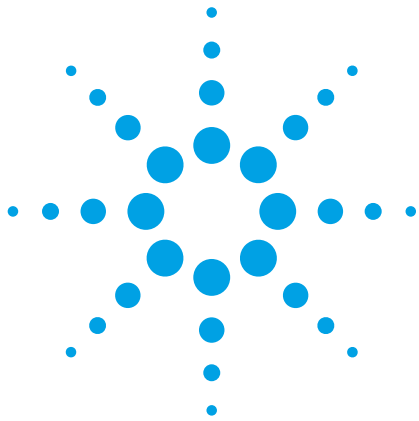




4100 MP-AES による地質学サンプル中の 主要元素および微量元素の測定

アプリケーションノート

地球化学、金属、鉱業

著者

Craig Taylor, Elizabeth Reisman

Agilent Technologies
Melbourne, Australia



はじめに

鉱石の元素組成やグレードの確認は、採鉱や加工のさまざまな段階で実施されています。こうした確認作業は、採鉱の可能性を探るための高度な調査や、精鉱の評価などでおこなわれています。鉱石の元素濃度測定には、正確性の高い高精度のテクニックが求められます。大量のサンプルからデータを集め、管理する必要があるため、サンプルスループットと信頼性という点でもきわめて高度なものが必要とされます。

また、鉱石中には、さまざまな濃度の元素が含まれています。パーセントレベルの濃度の元素と、ppm レベルの元素が共存していることもしばしばです。40 % の銅を含むサンプルもめずらしくないため、どのような分析テクニックを使用する場合でも、こうした幅広い濃度に対応できる機能が求められます。



Agilent Technologies

一般に、地質学サンプルに含まれる主要元素や微量元素の測定には、フレイム原子吸光分光分析法 (FAAS) や誘導結合プラズマ発光分光分析法 (ICP-OES) が用いられます。アジレントは新しい 4100 マイクロ波プラズマ原子発光分光分析装置 (MP-AES) を開発しました。この機器は、分析性能という点で FAAS よりも優れ、使用コストを削減できるほか、夜間を通じた無人分析を可能にするものです。4100 MP-AES は、高度に自動化された多元素分析システムで、優れたマトリックス耐性とサンプルスループットを備えています。これにより、ユーザーのトレーニングやメソッド開発の手間を最小限に抑えながら、分析困難なサンプルでも迅速かつ確実に分析することができます。

実験手法

機器

4100 MP-AES は、複数元素を連続して分析できる高速分析テクニックです。マイクロ波誘導プラズマにより、従来のサンプル導入システムを用いた液体サンプルの分析が可能になっています。この MP-AES は、窒素を用いてマイクロ波プラズマを生成するので、アセチレンなどの可燃性ガスは必要ありません。そのため、使用コストを削減し、ラボの安全性を高めることができます。窒素はボトルからも、Agilent 4107 窒素ジェネレータからも供給できます。これにより、特に遠隔地において、アセチレンなどのガス供給に伴う困難やコストが低減されます。

鉱石中の元素分析における Agilent 4100 MP-AES の有効性を調査しました。分析に先立ち、4 種類の混酸分解を用いた以下のサンプル前処理手順を実施しました。

サンプルとサンプル前処理

鉱石サンプルの場合、高濃度の金属を溶解し、それを溶液中で維持するために、地質調査サンプルとは異なる種類の分解テクニックが必要となります。その結果、地質調査サンプルよりも希釈係数が大きくなるため、検出下限が高くなり、濃度上限も高くなります。

この研究で採用した前処理メソッドでは、サンプル 0.4 g を採取し、4 種の混酸 (HNO_3 - HClO_4 - HF - HCl) による分解をおこないました。さらに塩酸と脱イオン水を加えたのち、室温に冷却しました。これにより得られた溶

液を、容積が 100 mL になるまで脱イオン水で希釈し、最終酸濃度を 30 % HCl としました。この濃度は、サンプルを 250 倍に希釈したものに相当します。

4100 MP-AES の動作パラメータを、表 1 のように最適化しました。

表 1. Agilent 4100 MP-AES の動作パラメータ

機器パラメータ	設定
ネブライザ圧力	80~240 kPa
読み込み時間	3 秒 (Ag は 10 秒)
安定化時間	15 秒
バックグラウンド補正	Auto

結果と考察

メソッド検出下限 (MDL)

銀、銅、モリブデン、ニッケル、鉛、亜鉛のメソッド検出下限 (MDL) を測定しました。表 2 は、4100 MP-AES により、優れた MDL が得られることを示しています。

表 2. 鉱石サンプル分解物の MDL

元素	波長 (nm)	MDL (ppm)
Ag	328.068	0.04
Cu	327.395	0.1
Mo	379.398	0.7
Ni	352.453	0.4
Pb	405.781	0.4
Zn	213.857	0.7

定量分析

前述のサンプル前処理メソッドを用いて分解した鉱石サンプル溶液を準備しました。ブランクと 3 つのマトリックスマッチングした標準溶液を用いて、4100 MP-AES により、これらのサンプルを分析しました。

正確さ

4100 MP-AES による Ag、Cu、Mo、Ni、Pb、Zn の分析結果を予想分析値に対してプロットしたものを、図 1 ~7 に示しています。これらのグラフは、広い濃度範囲にわたって (最大で銅の 4 %)、優れた相関性 (正確さ) が得られていることを示しています。この結果は、MP-AES がこのアプリケーションに適したテクニックであることを裏づけています。

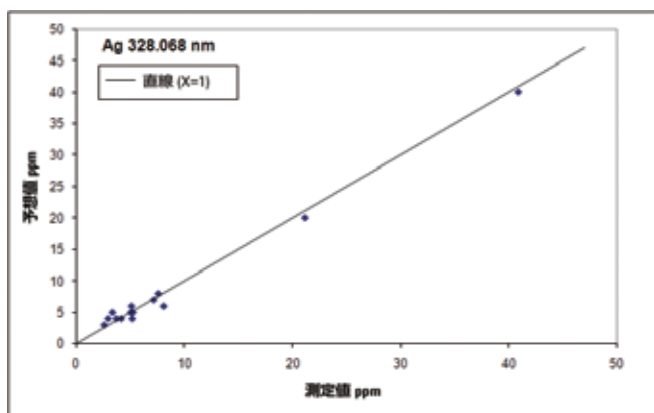


図 1. Ag の MP-AES 測定値と予想値の比較

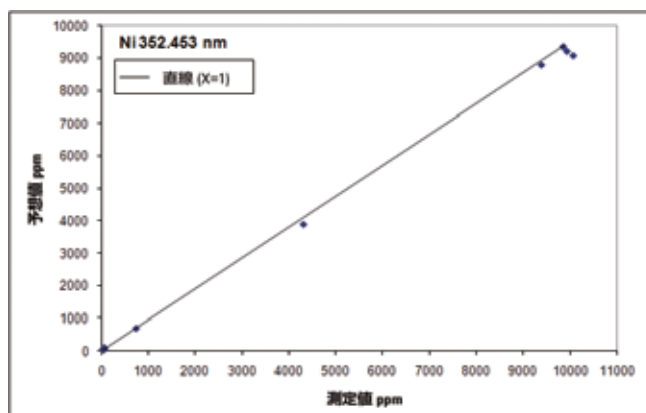


図 4. Ni の MP-AES 測定値と予想値の比較

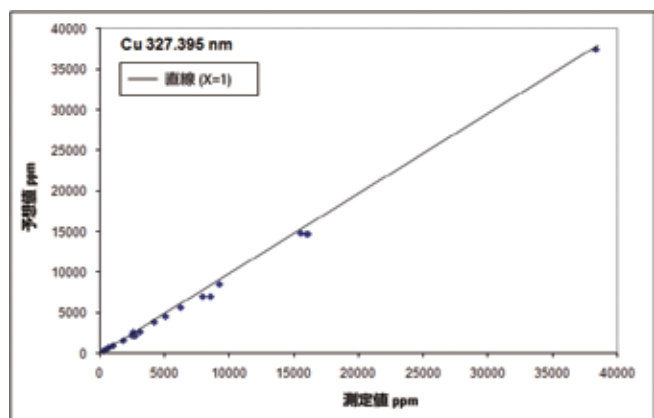


図 2. Cu の MP-AES 測定値と予想値の比較

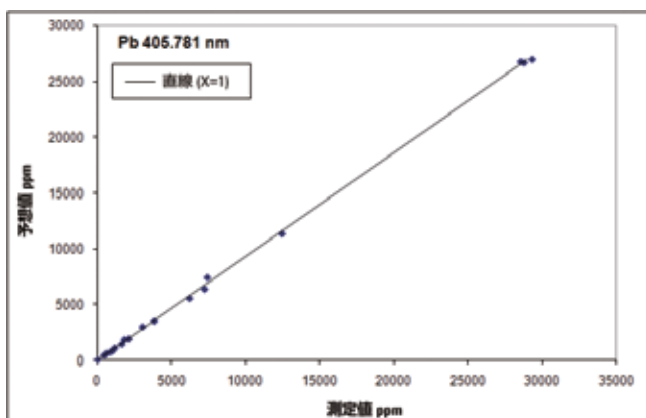


図 5. Pb の MP-AES 測定値と予想値の比較

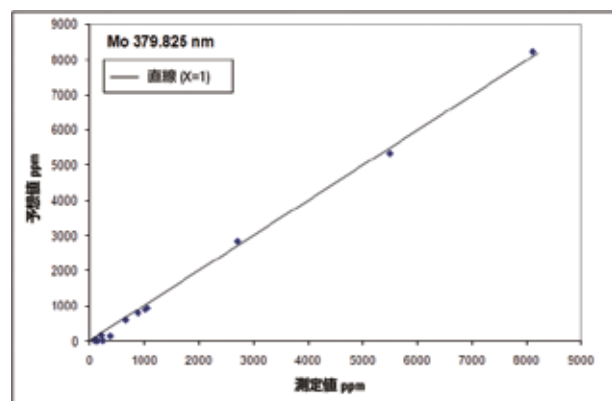


図 3. Mo の MP-AES 測定値と予想値の比較

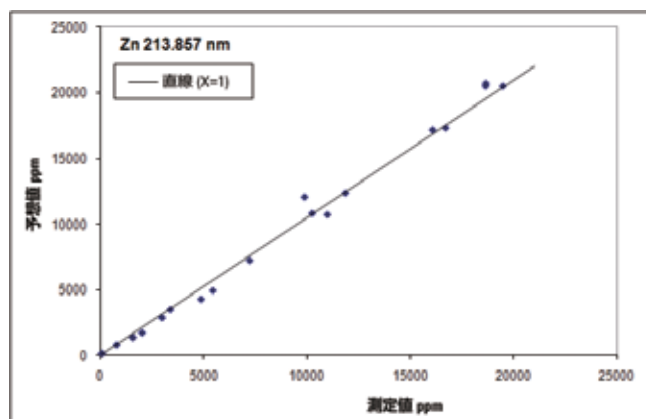


図 6. 波長 213.857 nm における Zn の MP-AES 測定値と予想値の比較

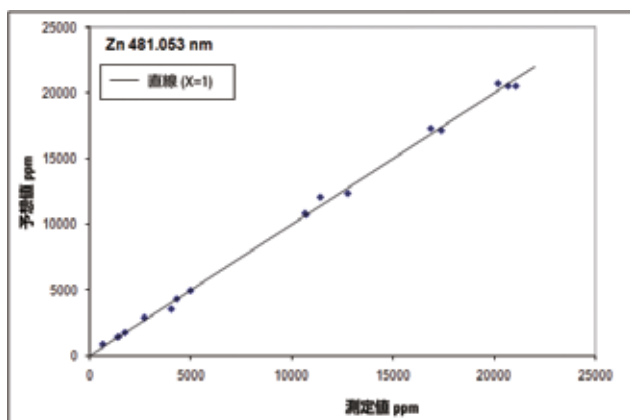


図 7. 波長 481.053 nm における Zn の MP-AES 測定値と予想値の比較

結論

Agilent 4100 MP-AES を用いて、一連の地質学サンプルを良好に分析することができました。分析に先立ち、鉱石の前処理において一般に用いられるサンプル前処理手順を実施しました。23 の鉱石サンプル溶液に含まれる、測定濃度が 1 ppm 未満から 29 % までの 6 種類

の元素について、定量分析をおこないました。Ag、Cu、Mo、Ni、Pb、Zn の MP-AES 測定値と予想値の比較は、4100 MP-AES がこのアプリケーションにきわめて適していることを示しています。また、この MP-AES では、フレーム AAS などの従来のテクニックに比べて、使用コストの削減、安全性の向上、夜間の無人分析への対応といった利点も得られます。

Agilent 4107 窒素ジェネレータを用いて、圧縮空気から窒素を直接発生させれば、使用コストをさらに削減することができます。この方法は、ガス供給のコストが高い場合や、ガスの入手やバルクシリンダーの現地への輸送などに困難が伴う場合には、特に有効となります。4100 MP-AES は、遠隔地での設置も可能です。これにより、現在のようにサンプルを中央ラボへ輸送するのではなく、採取地で分析することが可能になります。さらに、Agilent 4100 MP-AES では、フレーム AA などのテクニックに比べて、使用コストが低減されます。また、不燃性のガスを使用するので、アセチレンや亜酸化窒素使用に伴う危険性の問題を排除できます。

www.agilent.com/chem/jp

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。

本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。著作権法で許されている場合を除き、書面による事前の許可なく、本文書を複製、翻案、翻訳することは禁じられています。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2011
Published September 1, 2011
5990-9014JAJP



Agilent Technologies