



キーワード

複雑な試料マトリックス中の様々な元素濃度の迅速多元素測定メソッド

概要

contrAA 800 F とオートサンプラー AS-FD による完全自動の迅速なシーケンシャル測定

contrAA 800 F を用いた鉱石試料の金属含有量の定量 はじめに

鉱業試料中の主成分および微量元素の定量は最も重要です。それゆえ、採掘した鉱石の組成はその後の採掘プロセスの戦略を定義するために不可欠です。その後の鉱石処理に必要な化学添加剤はプロセスモニタリングの一環として分析する必要があり、生成されたスラグも定期的に検査する必要があります。そのため、多くのパラメーターを分析するサンプルの数が多くなります。

これらのサンプルは、複雑なマトリックス中で元素濃度が大きく異なり、多くの元素を迅速、簡単、正確に定量できる堅牢な分析技術が必要です。したがって、高性能オートサンプラーと組み合わせた高分解能原子吸光分析装置 contrAA 800 F は、鉱業試料中の金属を測定するための効率的な分析技術を提供します。したがって、ICP-OES の代替手段となります。

原子吸光分析で使用する分析線の数はいくつかと比較して少ないため、スペクトル干渉やそれに伴うスペクトル補正の必要性が最小限に抑えられ、使用する検量線溶液のマトリックスマッチングを省略することができる場合があります。機能的なオートサンプラーを使用することで、多元素ストック溶液からの検量線用標準液の完全自動調製とサンプルの自動かつカスタマイズ可能な希釈が可能になります。

以下のアプリケーション例で説明するフレームシーケンシャル測定を用いると、Ag, As, Co, Cu, Fe, Mn, Ni, Pb, Zn の各元素の定量を多元素メソッドに適用することができます。測定時間は従来の原子吸光分析と比較して 3 ~ 4 倍速くなります。

サンプルと測定条件

サンプルと試薬

GEOSTATS PTY LTD (オーストラリア) により提供された異なる組成の鉱石標準物質:

- GBM306-8 酸化物遷移銅材料
- GEM 310-15 銅精鉱
- GBM398-4 低品質 Cu/Fe/Zn
- GBM 900-3 硫化鉱
- S 5 内部実験室標準
- GBM399-5 酸化銅鉱
- GBM 398-1 Cu/Pb/Zn キャップロック (帽岩)
- 混合標準原液 100 mg/L Fe, 40 mg/L Cu, 5 mg/L Zn
- 混合標準原液 20 mg/L As, Co, Mn, Ni, Pb
- 単元素標準原液 10 mg/L Ag

各サンプル約 0.1 g をマイクロ波分解装置で 5 mL の硝酸 (65%) で分解しました。次の溶液を 25mL メスフラスコに移し、超純水でメスアップしました。

装置

次に装置の構成、設定、メソッドパラメーターを列記しました (表 1、2 を参照してください)。表 3 に、すべての定量に適用したフレーム設定をまとめました。

表 1: 装置設定

パラメーター	仕様
装置種類	contrAA 800 F
オプション	AS-FD, SFS 6.0
バーナー種類と角度	50 mm, 0°
フレーム種類	空気/アセチレン
積分時間	3 秒
測定ピクセル	5

表 2: メソッド1のメソッド設定と装置パラメーター

元素	波長 [nm]	ガス流量 [L/h]	バーナー高さ [mm]	バックグラウンド補正
As	193.6960	80	9	IBC ¹
Co	240.7254	50	6	IBC
Mn	279.4817	60	8	IBC
Ni	232.0030	50	6	IBC
Pb	217.0005	55	5	IBC

1... 反復バックグラウンド補正 (Iterative background correction)

表 3: メソッド2のメソッド設定と装置パラメーター

元素	波長 [nm]	ガス流量 [L/h]	バーナー高さ [mm]	バックグラウンド補正
Ag	328.0683	70	6	IBC
Cu	327.3960	50	6	IBC
Fe	302.0639	50	6	IBC
Zn	213.8570	40	6	IBC

検量線

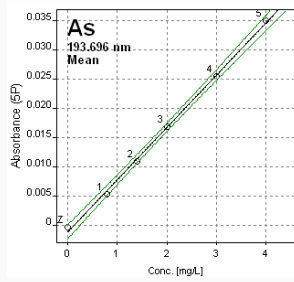
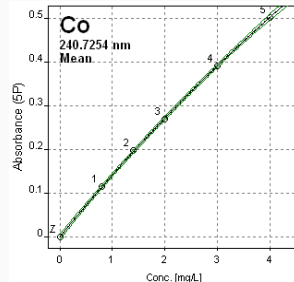
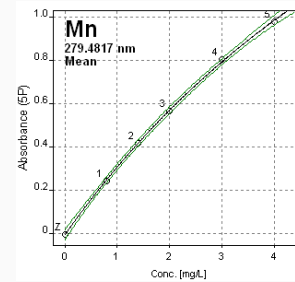
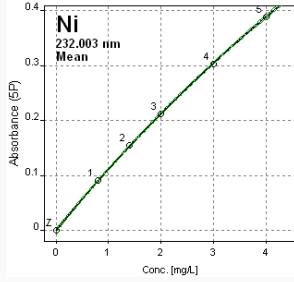
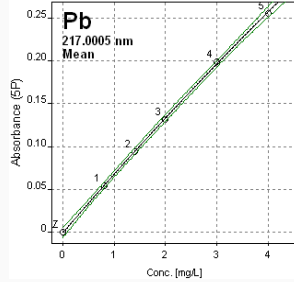
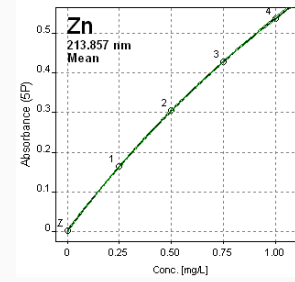
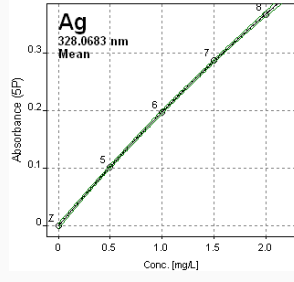
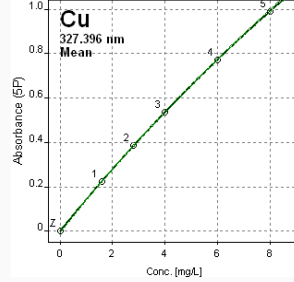
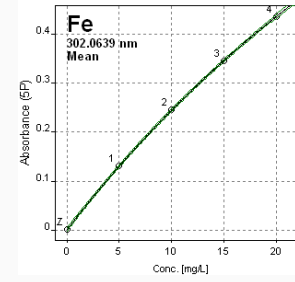
As, Co, Mn, Ni, Pb の定量には 0.8, 1.4, 2.0, 3.0, 4.0 mg/L の検量線溶液 (表 4 に列挙) を 20 mg/L の多元素溶液からオートサンプラーで自動で調製しました。Cu, Fe, Zn については、4 つの標準溶液を 100 mg/L Fe, 40 mg/L Cu, 5 mg/L Zn の多元素標準原液から調製しました。Ag の検量

線標準は 10 mg/L Ag を含む単元素標準原液から調製しました。すべての検量線溶液とサンプルは 3 回測定しました。検量線を表 5 に示します。

表 4: 検量線標準の濃度

標準	濃度 標準 1	濃度 標準 2			濃度 標準 3
	As, Co, Mn, Ni, Pb [mg/L]	Cu [mg/L]	Fe [mg/L]	Zn [mg/L]	Ag [mg/L]
Cal.-Std. 0	0	0	0	0	0
Cal.-Std. 1	0.8	2	5	0.25	0.5
Cal.-Std. 2	1.4	4	10	0.5	1.0
Cal.-Std. 3	2.0	6	15	0.75	1.5
Cal.-Std. 4	3.0	8	20	1.0	2.0
Cal.-Std. 5	4.0	-	-	-	-

表 5: 検量線

As 193.6960 nm  linear, R^2 (adj.) = 0.998	Co 240.7254 nm  non-linear, R^2 (adj.) = 0.9997	Mn 279.4817 nm  non-linear, R^2 (adj.) = 0.9996
Ni 232.003 nm  non-linear, R^2 (adj.) = 0.9999	Pb 217.0005 nm  non-linear, R^2 (adj.) = 0.9995	Zn 213.8570 nm  non-linear, R^2 (adj.) = 0.9999
Ag 328.0683 nm  non-linear, R^2 (adj.) = 0.9999	Cu 327.3960 nm  non-linear, R^2 (adj.) = 0.9992	Fe 302.0639 nm  non-linear, R^2 (adj.) = 0.9999

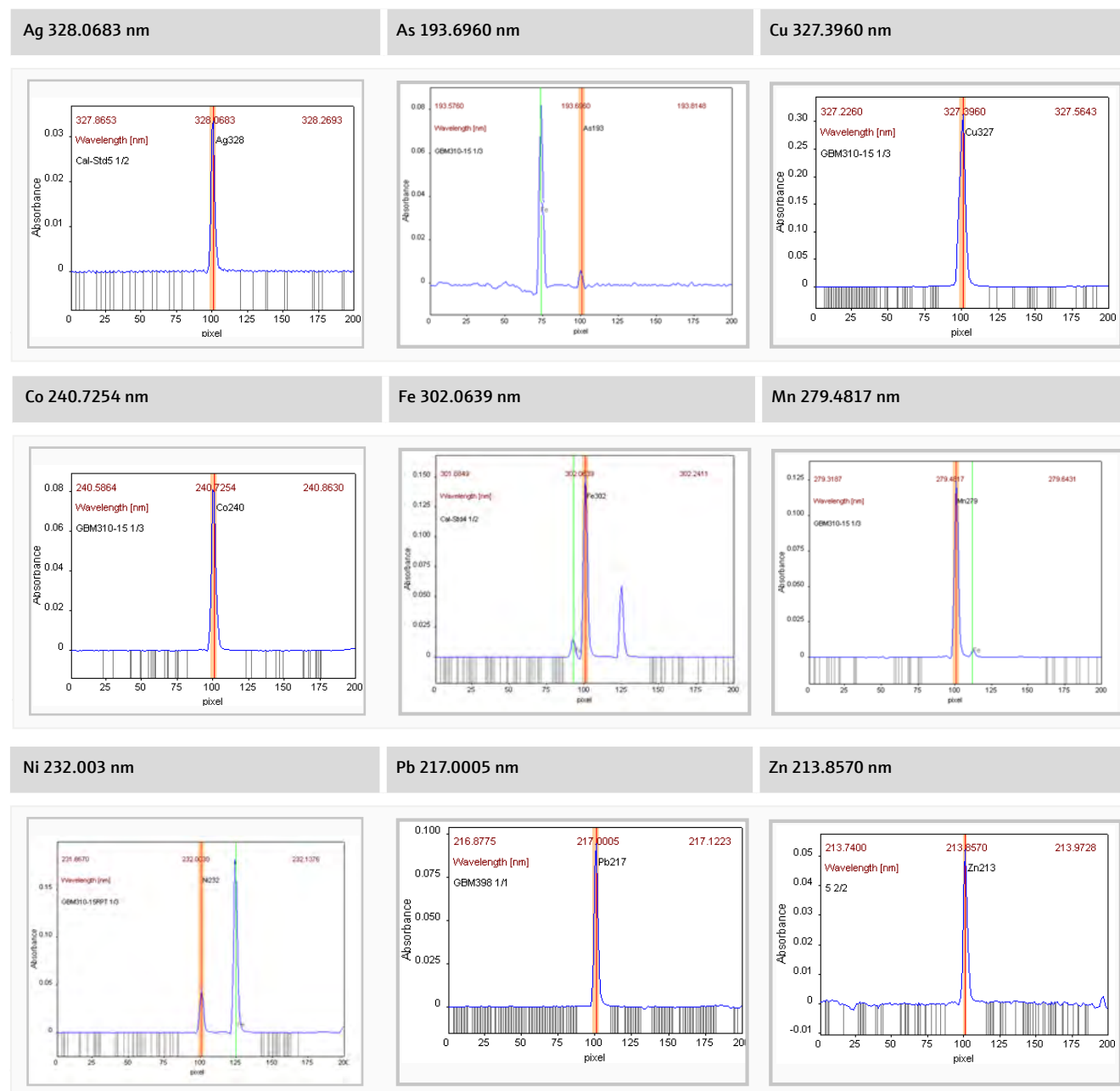
結果と考察

代表的なシグナルとスペクトル近傍

以下に適用した分析線の、特徴的なシグナルとスペクトルを示します (表 6)。

一部の元素では、分析線の隣に別の吸収線が見えます。これらは主に鉄によるものです。ただし、システムの分解能が高いため、吸収線の重なりは見られませんでした。したがって、測定はスペクトル干渉を受けていません。さらに、ソフトウェアにより、測定ウィンドウ内のいくつかの分析線の同時評価が可能です。

表6: 分析線の特徴的なシグナル形状とスペクトル近傍 (2Dスペクトル)



測定結果

分析したサンプルの測定結果を表 7 に示します。選択した標準物質を定量しました。標準物質は採掘用途における分析物の典型的な濃度のものを選択しました。品質管理として、測定結果は認証値と比較し回収率を表に示しました。contrAA 800 F によって行った測定の追加の品質管理のため、選択したサンプルは ICP-OES PlasmaQuant 9100 を使用して追加で定量しました。

表 7: 測定結果と回収率

サンプル	元素	自動で適用された希釈倍率	測定濃度 [mg/kg]	RSD [%]	認証濃度の回収率 [%]
GBM306-8* 酸化物遷移銅材料	Co	-	73	0.1	97
	Cu	50	5.58	4.0	95
	Mn	-	552	0.5	認証値なし
	Ni	3.3	1.08	0.4	98
	Pb	-	399	0.7	102
	Fe	50	70.9	1.5	97
	Zn	50	805	1.1	102
	As	3.3	1.40	0.4	100
GEM 310-15* 銅精鉍	Co	10	614	0.9	認証値なし
	Cu	166	218	0.5	92
	Mn	-	295	0.1	認証値なし
	Ni	-	272	0.1	93
	Pb	4.4	3.22	0.5	97
	Fe	50	223	0.4	認証値なし
	Zn	50	11.3	0.7	99
	Ag	-	75	0.2	98
	As	-	646	2.2	認証値なし
GBM398-4* 低品質Cu/Pb/Zn ラテライトのある表面から	Co	9.7	1.95	0.2	99
	Cu	50	36.6	0.6	94
	Ni	10	3.97	1.8	98
	Pb	18.9	11.4	0.1	98
	Fe	50	46.3	1.3	97
	Zn	50	5.15	1.0	101
	Ag	-	47	0.5	96
GBM 900-3* 硫化鉍	Co	-	137	0.7	91
	Cu	50	15.1	0.1	91
	Mn	-	458	0.7	認証値なし
	Ni	39.8	32.9	0.7	96
	Pb	-	857	0.4	98
	Fe	50	56.6	1.4	96
	Zn	50	742	1.6	104
	Ag	-	8.5	0.9	106

表7の続き: 測定結果と回収率

サンプル	元素	自動で適用された希釈倍率	測定濃度 [mg/kg]	RSD [%]	認証濃度の回収率 [%]
S 5 (ICP-OESによる 測定値)	Co	25.6	6.45	0.4	96**
	Cu	50	6.18	0.4	95**
	Mn	-	31	0.2	105**
	Ni	66.7	47.8	0.4	97**
	Fe	125	453	0.4	91**
	Ag	-	81.5	1.3	101**
	As	25.4	19.6	1.1	107**
GBM399-5* 酸化銅鉍	Co	-	45	1.4	95
	Cu	50	26.3	0.4	89
	Mn	-	270	1.2	-
	Ni	33.6	22.8	0.7	93
	Pb	33.6	21.3	0.5	101
	Fe	50	42.6	0.9	95
	Zn	50	9.21	0.2	97
	Ag	-	24.3	1.0	101
	As	-	302	1.0	94
GBM 398-1* Cu/Pb/Zn キャップ ロック	Co	-	23	1.3	96
	Cu	50	14.0	0.7	95
	Mn	41	18.6	2.3	-
	Ni	15.2	9.00	1.8	95
	Pb	41	26.4	0.2	99
	Fe	50	34.2	2.0	91
	Zn	112	19.8	1.4	98
	Ag	-	6.8	2.2	105

* GEOSTATS PTY LTD, 0A Marsh Close, O'Connor, Western Australia 6163の認証標準物質

** ICP-OESによる測定

RSD: 6回測定の相対標準偏差

結論

contrAA 800 F を用いた測定の精度を認証物質の定量により示しました。サンプル S-5 の ICP-OES による品質チェックでも、測定値と認証値は良い一致を示しました。すべての標準物質の回収率は 91 ~ 107% の間でした。

高分解能連続光源原子吸光分析装置は、鉍業用試料中の金属分析のために使いやすく堅牢な分析手法で、従来の ICP-OES に代わる適切な方法を提供します。分析線が少なく光学的な分解能が優れている吸光分光法のため、スペクトル干渉が最小限に抑えられ、スペクトル補正の労力を大幅に減らすことができます。フレイム原子吸光は ICP-OES と比較して高マトリックスによる影響ははるかに少ないので、ほとんどの用途で検量線のマトリックスマッチングの必要がありません。高機能のオートサンプラーを使用すると、それぞれのサンプルの事前希釈と検量線範囲外の場合の自動希釈ができ、ルーチン分析の高度な自動化が実現します。



図 1: contrAA 800 F

この文書は発行時のデータや事実に基づき作成されています。文章内の情報は変更されることがあります。技術的な修正やデータの修正を含め、他の文書がこの文書に優先することがあります。