

# 水素化物発生装置HYD-100と原子吸光法による ヒ素、セレンの分析

サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社

## キーワード

水素化物発生法／予備還元機能／ヒ素／セレン／河川水認証標準物質／安定性試験  
／原子吸光分析

## 概要

このテクニカルノートでは、予備還元機能付き水素化物発生装置HYD-100とThermo Scientific™ iCE™ 3000シリーズ原子吸光装置を用いたヒ素、セレン分析の検出性能と、標準溶液の連続測定における安定性を報告します。



HYD-100 水素化物発生装置

## 試験の目的

水素化物発生装置HYD-100でヒ素、セレンを水素化物にして導入し、原子吸光法で河川水認証標準物質を測定して、定量値の信頼性とメソッド検出限界を求めました。

また、検量線用標準溶液10 µg/Lを2時間連続導入して、安定性を評価しました。

ヒ素についてはAs (Ⅲ) のみが水素化物となって検出されます。水素化物発生装置HYD-100の予備還元機能を使用してAs (Ⅴ) を導入した場合の回収率を求め、予備還元機能を評価しました。

## 測定試料

- ・河川水認証標準物質 (微量分析用) NMIJ CRM7202-b
- ・安定性試験用標準試料: As (Ⅴ) 10 µg/L (SPEX社製)、  
Se10 µg/L (関東化学社製)
- ・検量線用標準試料: As (Ⅲ) 標準溶液 (関東化学社製)  
Se標準溶液 (関東化学社製)

## 試験内容

### ①河川水認証標準物質の定量と検出限界調査

検量線を作成後、河川水認証標準物質を測定して定量値を評価しました。ホロカソードランプの1%吸収値から固有濃度を求めました。

### ②安定性試験

検量線を測定後、各元素10 µg/Lの標準液の2時間連続測定をしました。

Asの検量線用試料はAs (Ⅲ) 標準溶液から調製し、安定性試験用の10 µg/L標準溶液としてAs (Ⅴ) 標準溶液を測定しました。水素化物発生装置HYD-100の予備還元機能を使用し、装置内部でAs (Ⅴ) からAs (Ⅲ) へ還元させて測定し、回収率から予備還元機能を評価しました。

## 装置と機器構成

水素化物発生装置HYD-100 とiCE 3300 (または3500) を使用しました。HYD-100はユニークな予備還元機能と気液分離部に冷却機能を有しています。気液分離部を冷却することで熱影響を排除することができます。

主な試料導入系の構成と、機器パラメーターを表1に示します。原子化部は電気加熱吸収セルを用いました。

表1:メソッドパラメーター

	As	Se
波長	193.7 nm	196.0 nm
ランプ電流値	12 mA (75%)	15 mA (75%)
スリット幅	0.5 mm	0.5 mm
バックグラウンド補正	D2バックグラウンド補正	D2バックグラウンド補正
気化モード	電気加熱 (1000°C)	電気加熱 (1000°C)
キャリアガス	0.15 L/min	0.2 L/min
オートゼロ	20 s	20 s
安定化時間	100 s	90 s
ベースラインディレイ	40 s	40 s
測定時間 (繰り返し回数)	4 (n=3)	4 (n=3)
HYD-100ポンプスピード	3	3
還元炉	ON	OFF
試薬	NaBH <sub>4</sub> 1% (NaOH 0.5%)	NaBH <sub>4</sub> 1% (NaOH 0.5%)
	KI 40%	H <sub>2</sub> O
	HCl (1+1)	HCl (1+1)

表2: 水素化物発生原子吸光法による河川水認証標準物質の測定結果

	As	Se
認証値 [μg/L]	1.10 ± 0.05	1.00 ± 0.06
測定値 [μg/L]	1.11	1.03
%RSD	2.9	1.1
固有濃度 [μg/L]	0.31	0.25

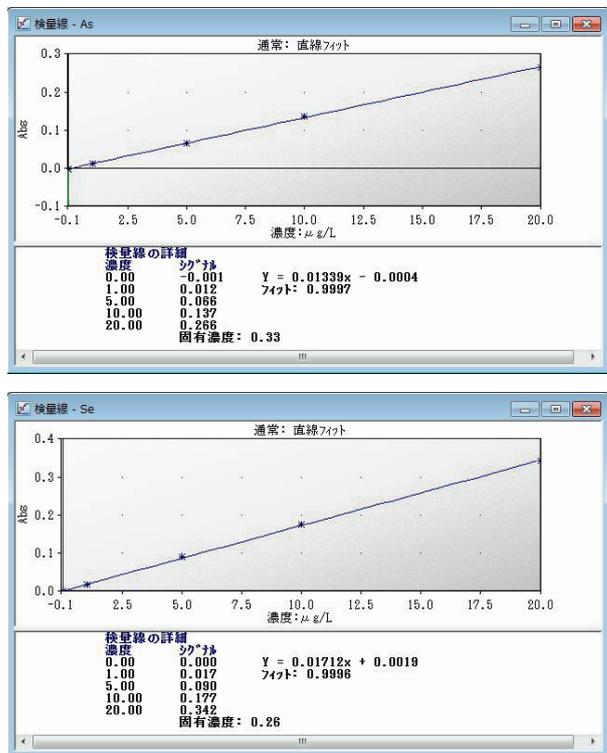


図1: As、Seの検量線

## 結果

### ①河川認証標準物質のAs、Seの定量

表2に各元素の測定結果と検出限界を示します。いずれの元素についても1 μg/L以下の検出限界値が得られ、測定値は認証値とよく一致しました。

図1にAs、Seの検量線を示します。

### ②安定性試験結果

2時間の安定性試験のグラフを図2に示します。表3には安定性試験の測定結果とAs (V) の回収率を示します。各元素でRSD < 1.1%と良好な結果を得ることができました。また、予備還元機能を使用したAs (V) の回収率も100±2%と良好であり予備還元機能が有効であることが確認できました。

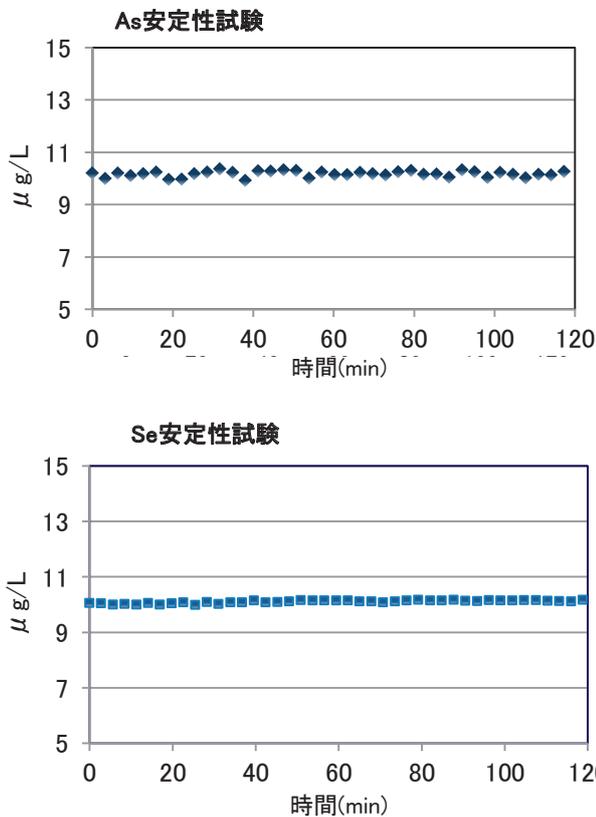


図2: 長時間安定性結果

表3: 2時間の安定性データ

元素	As	Se
検体数	43	45
平均値 [μg/L]	10.2	10.1
%RSD	1.1	0.5
As (V) 回収率%	102	—

## まとめ

水素化物発生装置HYD-100を使用することで、As、Seは河川水の環境基準の10分の1のオーダーの測定を正確に行うことができます。また、気液分離部に冷却機能を有しているため、長時間測定時の安定性にも優れています。ヨウ化カリウム溶液を試料と共にペリスタリックポンプで導入することでAs (V) からAs (III) への予備還元操作を装置内で行うことができ、前処理にかかる手間を省略することが可能です。

©2014 Thermo Fisher Scientific K.K. 無断複写・転載を禁じます。

ここに掲載されている会社名、製品名は各社の商標、登録商標です。  
ここに掲載されている内容は、予告なく変更することがあります。

サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社  
分析機器に関するお問い合わせはこちら

TEL 0120-753-670 FAX 0120-753-671

〒221-0022 横浜市神奈川区守屋町3-9

E-mail: Analyze.jp@thermofisher.com

www.thermoscientific.jp

E1406

**Thermo**  
SCIENTIFIC

A Thermo Fisher Scientific Brand