

## ICP-MS による石炭試料中微量元素の同時定量法に関する研究

秋 山 和 子 (指導教員 蟻川芳子)

【緒言】石炭は大森林を供給源として植物が枯死し、堆積して形成されたもので、根源植物が堆積したときに、堆積湿原に運び込まれた鉱物質が無機元素のほとんどの起源だと考えられている。これらの元素が、石炭の燃焼過程において、さまざまな形で大気中に放出される可能性が考えられる。また燃焼後に残る石炭灰から環境水を介しての環境汚染も懸念される。そこで環境への負荷を考える基礎的なデータとして、より多くの石炭についてその詳細な化学組成を知り、かつデータベースとしてまとめることが求められている。本研究では試料の前処理として酸素高圧燃焼法、マイクロ波分解法などの迅速で簡便な分解方法を石炭試料に応用し、高感度分析に普及しつつある ICP-MS (誘導結合プラズマ質量分析) と組み合わせて、多元素同時定量法の確立を目指した。

【実験】多元素同時定量法を確立するために、試料の分解および ICP-MS の測定条件について詳細な検討を行った。その結果、以下に示す定量方法を提案し、それに基づいて実試料の分析を行った。分析法の信頼性を確かめるために、石炭標準試料 NIST1632c Coal (bitumas) を用いて、定量結果の評価を行った。実試料としては、CCUJ (Center of Coal Utilization, Japan) による産地が明確な試料 20 種を用いた。推奨する分析方法は以下の通りである。

[酸素高圧燃焼法] 石炭試料 0.3g, 吸収液として  $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{O}_2$  混合溶液 5 ml を燃焼ボンブ内にセットし、3Mpa まで酸素を圧入、燃焼後、一定量に希釈して、測定溶液とした。

[マイクロ波分解法] 石炭試料 0.1g を  $\text{HNO}_3$  5 ml,  $\text{H}_2\text{O}_2$  2 ml を密閉容器に入れ、マイクロ波照射プログラムで温度と圧力をモニタリングしながら分解し、一定量に希釈して、測定溶液とした。

[同時定量] 石炭試料中の元素濃度、混合標準溶液の安定性、および定量限界濃度を考慮して、測定目的元素のグループ分けを検討した。Table に示すグループごとに単元素標準溶液を混合し、多元素混合標準溶液を調整した。オンラインで内部標準元素 Er10ppm を導入し、内部標準法により、石炭試料中の微量元素 37 元素を同時定量することができた。

Table. Classification for Simultaneous Determination for Multi-elements in Coal Samples

| Group #      | Elements   |
|--------------|--|
| Standard I   | Nb   |
| Standard II  | Ti V   |
| Standard III | Sb Sn Te   |
| Standard IV  | Al Fe Na   |
| Standard V   | Ba Co Mn Ru Se Sr Th As B Cd Ce Cr Cs Cu Eu Pb Sc Be Bi<br>Ni Sm Ga Li Mo Ni Tl Y Zr |