

# 貴金属(Au, Pt, Pd)の濃縮と 検出限界

## 目的

ハンディ元素分析器 MH-5000 を用いて、廃棄物に含まれる微量の貴金属(Au, Pt, Pd)を分析します。



ハンディ元素分析器 MH-5000

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
H																	He
Li	Be											B	C	N	O	F	Ne
Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl	Ar
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe
Cs	Ba	*	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn
Fr	Ra	**															

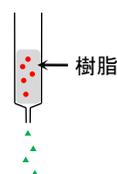
*	La	Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu
**	Ac	Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr

## 課題

廃棄物に含まれる貴金属は微量かつ他の成分が混在しており、分離・濃縮などの前処理が重要です。

## 解決

固相抽出による目的元素の分離・濃縮と、ハンディ元素分析器 MH-5000 による測定を組み合わせることにより、低濃度の貴金属を迅速に測定することが可能になりました。



分離: 目的元素を選択的に樹脂に吸着



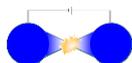
濃縮: 注入試料より少量の溶出液で溶出

MH-5000 s2086 での検出限界:

元素	測定容器	固相抽出なし	固相抽出あり
Au	樹脂	16 mg/L	—
	石英	0.7 mg/L	0.01 mg/L
Pd	樹脂	7 mg/L	0.2 mg/L
	石英	14 mg/L	—
Pt	樹脂	8 mg/L	—
	石英	31 mg/L	0.35 mg/L

## 手法

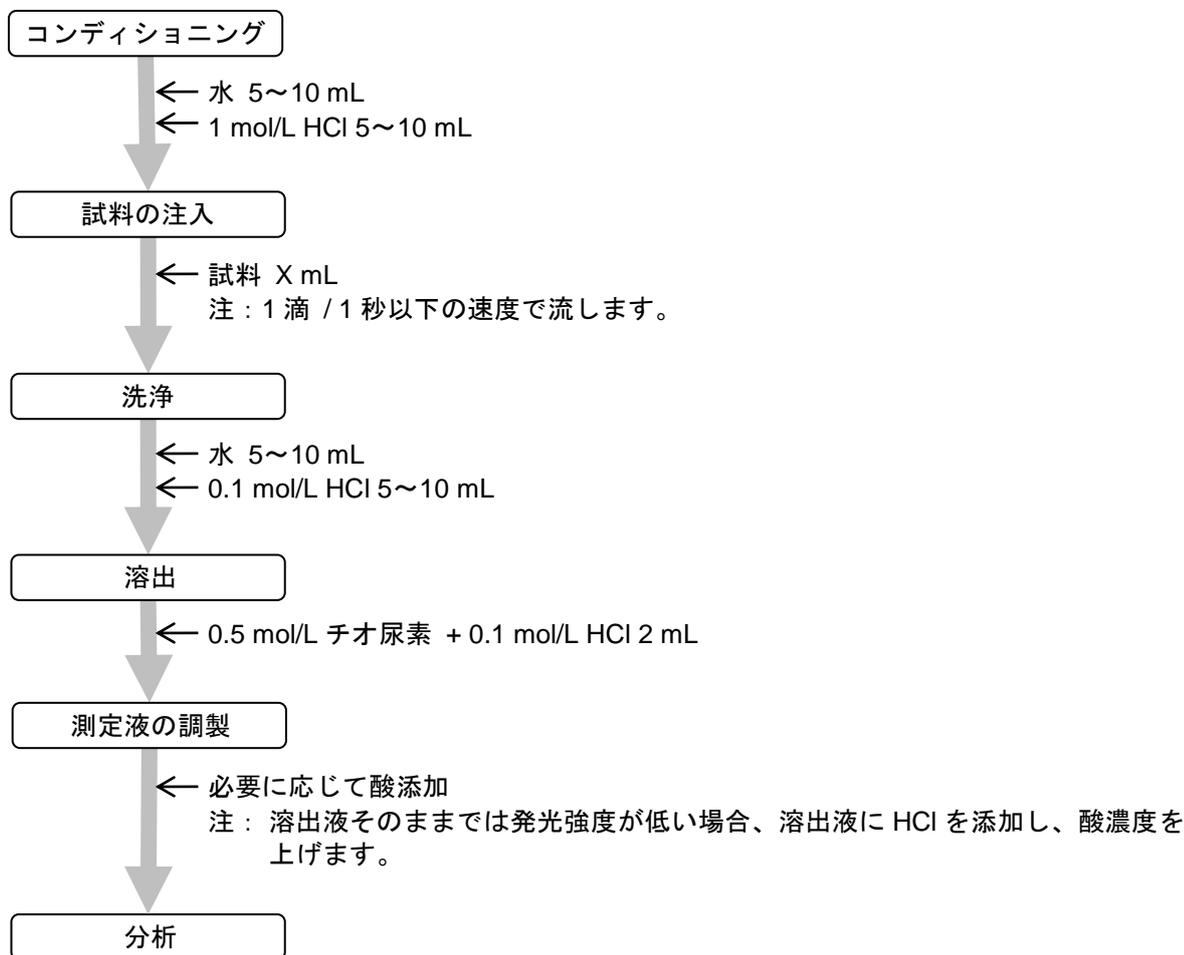
固相抽出 (貴金属の濃縮)、MetaSEP AnaLig® PM-07 (ジーエルサイエンス) ●



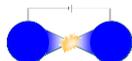
## 01 Au, Pt, Pd 単独液の濃縮(PM-07)

使用したキレート樹脂：MetaSEP AnaLig® PM-07（ジーエルサイエンス）

試料：本実験では Au, Pt, Pd 標準液を 1 mol/L HCl 溶媒になるよう調製しました。



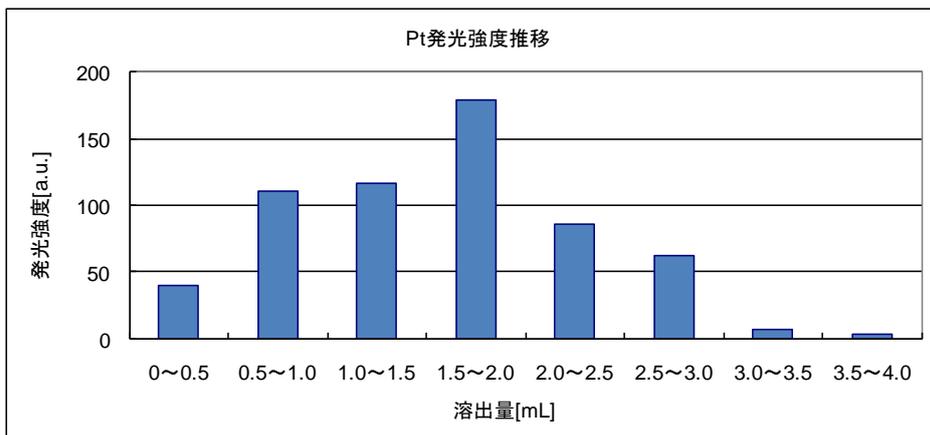
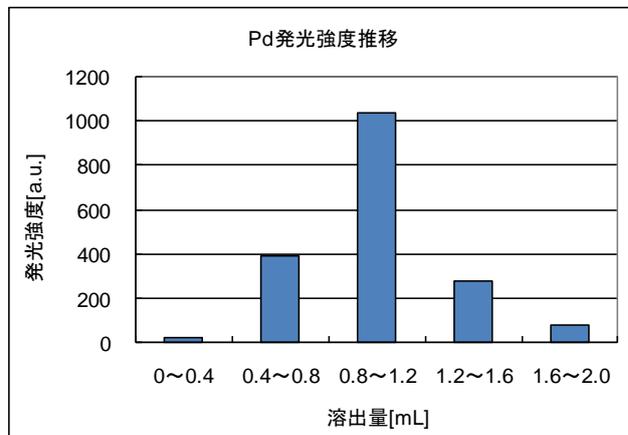
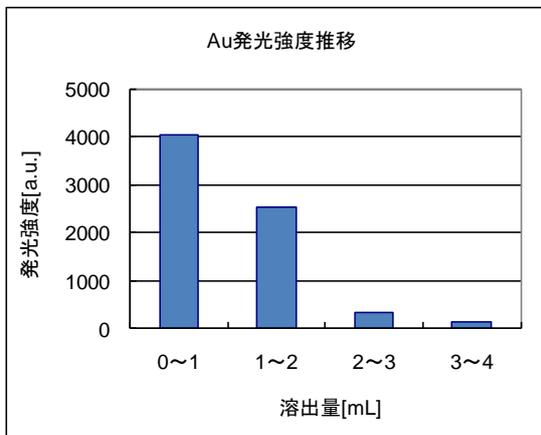
ハンディ元素分析器 MH-5000 による各元素分析へ  
02 Au, 03 Pt, 04 Pd



## <備考>

### 最適な溶出量

溶出液の量が少ないほど、濃縮倍率は大きくなりますが、目的元素が溶出しきれず、樹脂に残存してしまうおそれがあります。最適な溶出液の量を求めるため、溶出時に一定量ずつ分別採取し、目的元素の発光強度がどのように推移するか、調べました。



これらの実験結果から、感度（濃縮倍率）および作業スピードを重視する場合は溶出量 2 mL が妥当であり、精度（回収率）を重視する場合には溶出量 4 mL が妥当であることがわかりました。

### 測定液の調製

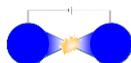
元素の種類、含有量により、溶出液そのままでは、発光強度が非常に低いことがあります。このような場合は、溶出液に酸を添加することにより、発光強度を高くすることができました。

例：酸の添加による Au 発光強度の変化（Au 濃度：100 mg/L）

溶媒	発光強度[a.u.]
0.5 mol/L チオ尿素 + 0.1 mol/L HCl	762
0.5 mol/L チオ尿素 + 1.5 mol/L HCl	5396

7 倍に!





## 02

## Au 濃縮液(PM-07)検量線

## &lt;測定概要&gt;

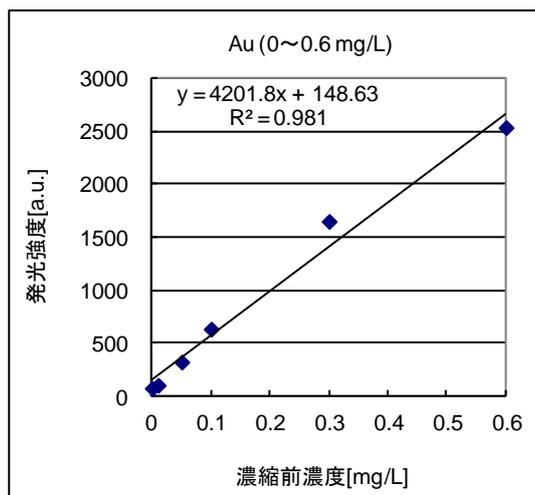
測定液： Au ブランク、0.01, 0.05, 0.1, 0.3, 0.6 mg/L を前述の固相抽出法で濃縮した液

装置： ハンディ元素分析器 MH-5000 s2086

測定容器： 石英製 LepiCuve-C

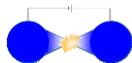
測定条件： 800 V, (ON: 2 ms / OFF: 38 ms) × 10 パルス

## &lt;Au 検量線&gt;



濃縮前 Au 濃度 0~0.6 mg/L において直線性のある検量線が得られました。

3 $\sigma$ 法による Au 検出限界は、濃縮前濃度で 0.01 mg/L でした。●



## 03

## Pt 濃縮液(PM-07)検量線

## &lt;測定概要&gt;

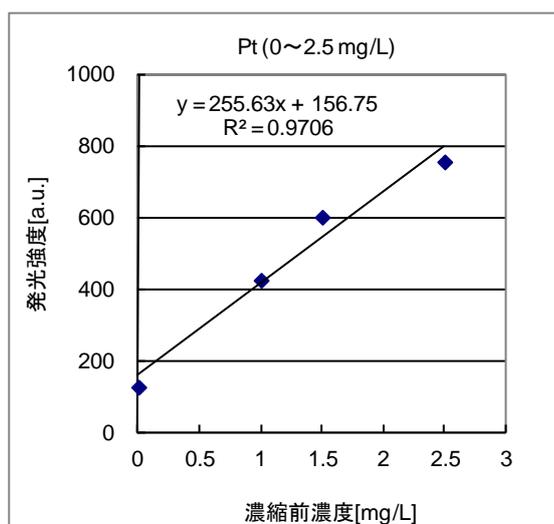
測定液： Pt ブランク、1, 1.5, 2.5 mg/L を前述の固相抽出法で濃縮した液

装置： ハンディ元素分析器 MH-5000 s2086

測定容器： 石英製 LepiCuve-C

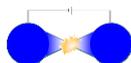
測定条件： 900 V, (ON: 30 ms / OFF: 999 ms) × 10 パルス

## &lt;Pt 検量線&gt;



濃縮前 Pt 濃度 0~2.5 mg/L において直線性のある検量線が得られました。

3 $\sigma$ 法による Pt 検出限界は濃縮前濃度で 0.35 mg/L でした。●



## 04

## Pd 濃縮液(PM-07)検量線

## &lt;測定概要&gt;

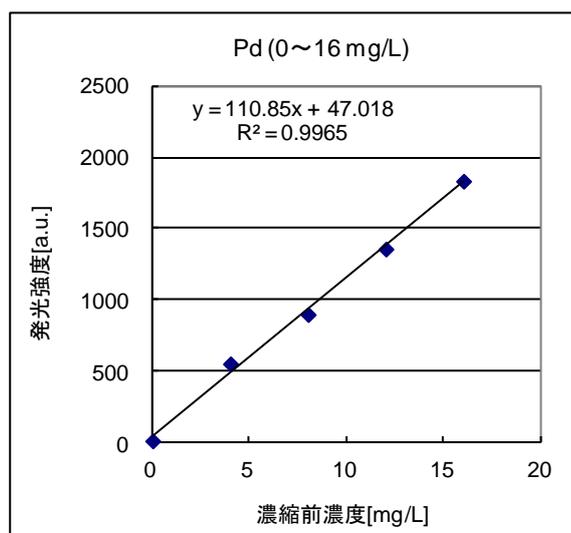
測定液： Pd ブランク、4, 8, 12, 16 mg/L を前述の固相抽出法で濃縮した液

装置： ハンディ元素分析器 MH-5000 s2086

測定容器： 樹脂製 LepiCuve-02

測定条件： 800 V, (ON: 3 ms / OFF: 2 ms) × 10 パルス

## &lt;Pd 検量線&gt;



濃縮前 Pd 濃度 0~16 mg/L において直線性のある検量線が得られました。

3 $\sigma$ 法による Pd 検出限界は、濃縮前濃度で 0.2 mg/L でした。●

## ● MICRO EMISSION

株式会社マイクロエミッション

〒923-1211 石川県能美市旭台 2-13 いしかわクリエイトラボ

TEL 050-5236-1111

Mail sales@microem.co.jp

http://www.microem.co.jp/