

イオンクロマトグラフィーとアルカリフュージョンを用いた岩石中のフッ素、塩素の定量分析法

Ion chromatographic determination of fluorine and chlorine in silicate rocks following alkaline fusion

清水 健二 [1]; 板井 啓明 [2]; 日下部 実 [2]

Kenji Shimizu[1]; Takaaki Itai[2]; Minoru Kusakabe[2]

[1] 岡大・固地セ; [2] 岡大・地球研

[1] ISEI, Okayama Univ.; [2] ISEI, Okayama Univ.

火山岩中のフッ素、塩素はマグマの脱ガス過程や沈み込み帯での岩石と海水との相互作用を議論する上で非常に重要な元素の一つである。しかしそれらの元素濃度を精度よく分析するためにはフッ素、塩素を別々の手法で分析したり、いくつもの複雑な作業を要したり、各分析に多量の試料(200 mg 以上)を必要とするので岩石中のフッ素、塩素濃度は他の元素濃度と比べるとほとんど測定されていない。

本研究では試料中のフッ素、塩素の分解抽出にアルカリフュージョン、分析にイオンクロマトグラフィー(IC)を用いた。従来、アルカリフュージョンにより抽出した溶液はICの分析には適さないと考えられてきた。というのは陰イオンクロマトグラフィー分析においてアルカリフュージョンに一般的に用いる炭酸ナトリウムは溶液中で溶離液として作用するため陰イオンの元素の抽出時間を変えたり、大きな妨害ピークが検出されたりする。アルカリフュージョンから抽出した溶液を適切な濃度にし、それと同濃度の炭酸ナトリウム溶液にフッ素、塩素を加え、標準液として用い較正することにより簡便かつ精度よく分析できる。

岩石の粉末試料約 30 mg を白金るつぼの中で無水炭酸ナトリウム 90 mg、酸化亜鉛 30 mg とよく混ぜ、摂氏 900 度にした電気炉で 30-40 分間、加熱する。冷却後、脱イオン水を加えて、るつぼから内容物を取り出す。内容物をガラス棒や超音波洗浄器を用いて粉碎しながら水によく溶かし、上澄みを回収する。残渣に脱イオン水を加え、再びガラス棒と超音波洗浄器を用いて水に溶かし上澄みを回収する。この作業を数回繰り返し、上澄み溶液の総量を 20 ml にする。この溶液をシリジフィルターを用いて濾過する。濾過した溶液を標準添加法により IC (サブレッサー付き高性能液体クロマトグラフィー; Metrohm 社 761 Compact IC) を用いて分析する。フッ素、塩素陰イオン分析において障害とならないためには溶液中の炭酸ナトリウム濃度を 24 m mol/l 以下になるように調整する必要があり、このときの希釈度は 1200 程度になる。岩石試料の繰り返し測定における再現性誤差はフッ素、塩素の含有量が 20 ppm 以上の時 10 % 以下でそれ以下の時の再現性誤差は 20 % 以下である。また、試料中のフッ素、塩素の定量下限値は試料 30 mg の場合ともに約 4 ppm である。本研究で開発した手法は極微量の岩石試料 (15-30 mg) で分析可能であり、熔融実験で生成したガラスや隕石などの貴重な試料のフッ素、塩素の定量分析にも応用できる。