メンブラン・フィルター上に捕集した大気浮遊粉じん中の 金属元素の発光分光分析

杉前 昭好， 長谷川 利雄*

(1972 年 3 月 6 日受理)

メンブラン・フィルター上に捕集した大気浮遊粉じん中のケイ素，鉄，亜鉛，アルミニウム，マグネシウム，カルシウム，鉛，マンガン，銅，バナジウムの発光分光分析法を検討した。試料フィルターを 5mmφ に打ち抜き，これを 6mmφ 黒鉛平端電極に載せる。メチルエチルケトンを滴下し，フィルターを溶解，粉じんを電極上に分散させる。乾燥したのち，10ppm のコバルト内標準および 4000ppm のナトリウムを含む溶液 50μl を滴下する。直流アーク 10A，電極間げき 2mm，予備放電なし，露光時間 15 秒で励起発光し，各種金属元素を定量した。

本法により，従来定量困難とされていた粉じん中のケイ素，アルミニウム，亜鉛，カルシウムなど各種金属元素の同時定量が可能となった。また試料成分の飛散，コンタミネーションなど分析誤差の原因となる前処理操作を簡略化したため迅速かつ精度よく分析でき，変動係数は 4.6～14.4% であった。

1 緒 言

昭和 47 年 1 月 11 日環境庁より浮遊粒子状物質（以下浮遊粉じんと記す）に係る環境基準が公示され，浮遊粉じんの定義，環境基準値，測定方法が示された。しかし浮遊粉じんを構成する各種成分については，標準的測定方法は確立されておらず，したがって汚染の実態は握も立ちおけているのが現状である。著者らは浮遊粉じん構成成分測定の一環として，既報において，ガラス繊維フィルター，ろ紙上に捕集した粉じん中の各種金属元素について，その分析法を検討し¹⁾²⁾，金属元素による大気汚染の実態を報告してきた³⁾。最近粉じん捕集用ろ材としてガラス繊維フィルターにかわって不純金属元素の含有量の少ないメンブラン・フィルターが多く使用されるようになり⁴⁾，これによってガラス繊維フィルターに多量含まれていたため定量が困難とされていた亜鉛，ケイ素，アルミニウム，カルシウムなどの金属元素の定量が可能となってきた。しかしメンブラン・フィルター上に捕集した粉じん中の金属元素定量についての確立された方法は見あたらないようである。そこで著者らはメンブラン・フィルター上に捕集した粉じん中の各種金属元素を発光分光分析法により定量するための諸条件の検

討を行なった。

浮遊粉じんを構成する金属元素としては，製鉄関係工場からの鉄，マンガンなど，石油系燃料の燃焼などに由来する鉛，バナジウムなどが代表的汚染質としてあげられる。このほか砂ぼこりの舞い上がりによって，ケイ素，アルミニウム，カルシウムなども浮遊している。浮遊粉じん中で，これらの土じょう成分の占める割合も高く，汚染の機構解明のうえでも，土じょう成分が大気汚染に及ぼす影響を検討することが必要となってきた⁵⁾。また浮遊粉じんを構成する金属元素の全分析を実施し，工場地帯型，商業地域型，農村型などに浮遊粉じんをパターン分析することも要求されはじめている⁶⁾。

以上の考察に基づき，著者らは測定対象元素としてケイ素，鉄，亜鉛，アルミニウム，マグネシウム，カルシウム，鉛，マンガン，銅，バナジウムを選び，これら金属元素の同時定量法を確立するため種々検討を行ない，感度，精度においてもじゅうぶん満足できる結果を得たので以下に報告する。

2 装置および試薬

分光器：エバート型回折格子分光写真器 GE-170（島津製），回折格子 1200 本/mm，分散度 4.8Å/mm（1 次）。

* 大阪府公害監視センター：大阪市東成区中道 1 丁目

発光装置：モジュラーソース 280000 (島津製)，直流アーク，整流高圧スパーク。

測光装置：ミクロホトメーター JM-3 (日本ジャーナル・アッシュ製)。

電極：分光分析用 6mmφ 黒鉛電極 (ナショナル・カーボン製)，7mmφ 高純度銅電極 (ジョンソン・マッセイ製)，6mmφ グラシー・カーボン電極 (東海電極製)。

乾板：Kodak SA-1。

標準列溶液：各分析元素の高純度金属，試薬特級塩化物あるいは硝酸塩を精密分析用塩酸および硝酸に溶解する。ケイ素については試薬特級二酸化ケイ素を6倍量の炭酸ナトリウムと混合，白金るつぼで融解したのち，融体を塩酸に溶解する。調製した金属元素溶液を適宜希釈，内標準元素コバルトを 10 μg/ml になるように添加し，さらに炭酸ナトリウム水溶液 (60 mg/ml) を溶液中のナトリウム濃度が 4000 μg/ml になるように添加する。

内標準元素溶液：高純度金属コバルトを塩酸に溶解する。使用時にコバルト濃度が 10 μg/ml になるように希釈する。また炭酸ナトリウム水溶液も添加し，ナトリウム濃度が 4000 μg/ml となるように調製する。

標準列溶液，内標準元素溶液はポリエチレン製容器に保存した。その他実験に使用した試薬はいずれも市販特級品を用いた。

浮遊粉じん試料：ろ紙ホルダー (ザルトリウス製 SM 16212) に 47mmφ メンブラン・フィルター (ザルトリウス製 SM 11304，材質：セルローズナイトレート，ポアサイズ：0.8 μ) を取り付け。試料大気を空気吸引流量 30 l/min で吸引，ろ過し，フィルター上に浮遊粉じんを捕集する。試料採取時間は 8 時間または 24 時間である。

3 分析操作

試料フィルターを 5mmφ に打ち抜き，これを 6mmφ 黒鉛平端電極上に載せる。この上にメチルエチルケトン (MEK) を約 10 μl 滴下し，メンブラン・フィルターを溶解する。乾燥したのち，フィルターの溶解を完全にするため，再度 MEK 10 μl を滴下する。内標準元素溶液 50 μl をマイクロピペットにより，滴下，乾燥し，試料電極とする。標準列試料電極は平端電極に 5mmφ に打ち抜いた未使用メンブラン・フィルターを載せ，試料電極と同様の処理をしたのち，標準列溶液を 50 μl 滴下

して作製する。作製した電極を 6mmφ 90° 円すい黒鉛電極を対極として，Table I の分析条件により，放電発光させ，Table II の分析線対により各種金属元素を定量，さらに空気吸引流量などより 1 m³ 空気中の金属元素量を算出する。

Table II Analytical line pairs

Si(I)	2881.578 Å/Co(I)	3044.005 Å
Fe(I)	3037.388 Å/Co(I)	3044.005 Å
Zn(I)	3345.020 Å/Co(I)	3044.005 Å
Al(I)	3082.155 Å/Co(I)	3044.005 Å
Mg(I)	2779.834 Å/Co(I)	3044.005 Å
Ca(II)	3179.332 Å/Co(I)	3044.005 Å
Pb(I)	2833.069 Å/Co(I)	3044.005 Å
Mn(I)	2798.271 Å/Co(I)	3044.005 Å
Cu(I)	3247.540 Å/Co(I)	3044.005 Å
V(I)	3185.396 Å/Co(I)	3044.005 Å

4 定量条件の検討および結果

4.1 メンブラン・フィルターの溶解

メンブラン・フィルター上に捕集した粉じん中の金属元素を定量するための試料前処理法としては，硝酸，硝酸-過塩素酸により金属元素を抽出する方法^{7,8)}，フィルターや粉じん中の有機物を低温灰化装置により灰化したのち塩酸に溶解する方法⁹⁾，温アセトンによりフィルターを溶解したのち硝酸に溶解する方法¹⁰⁾などが報告されている。しかし公害分析で要求される迅速性に欠け，試料前処理時におけるコンタミネーション，金属元素の酸への溶解性などの問題点がある。

著者らはこれらの問題点を解消するため，試料フィルターを直接電極上に載せ，これを放電発光させ，粉じん中の金属元素を迅速分析しようとした。しかし放電の衝撃によって，フィルターが電極上より飛び出すため，フィルター上の金属元素が完全に電極間げきに導入されない欠点をもつ。またフィルターが電極上で燃焼する場合もあり，分析精度がわるい。そこでメンブラン・フィルターの有機溶媒への溶解性を利用し，電極上でフィルターを溶解し，フィルター上に捕集した粉じんを電極上で分散させることにより，放電を安定化し，分析感度，精度を上昇させようとした。

Fig. 1 は黒鉛平端電極に 5mmφ に打ち抜いた試料フィルターを載せ，アセトン，MEK，メチルイソブチルケトン，アセチルアセトン，エタノール，ベンゼンを 10 μl 滴下，乾燥したのち，Table I の分析条件で放電発光させ，得られたスペクトル線強度を比較したものである。なお，電極上のフィルターは，溶媒としてケトン類を用いた場合，ほぼ溶解しており，エタノールではわ

Table I Experimental conditions

Excitation source	: DC arc
Current	: 10 amp.
Analytical gap	: 2 mm
Pre-arc time	: 0 sec
Exposure time	: 15 sec
Slit width	: 25 μ
Step filter	: 3 step filter
(Transmission; 4, 20, 100%)

Fig. 1 Effect of dissolution of filter on the spectral line intensity

(1) Mg(I) 2779.834 Å; (2) Mn(I) 2798.271 Å; (3) Si(I) 2881.578 Å; (4) Fe(I) 3037.388 Å

ずかに膨潤する程度であり、ベンゼンではほとんど変化をうけていない。

フィルターを電極上で溶解することによって、著しくスペクトル線強度が大となった。したがってフィルター上の金属元素は円滑に放電間げきに導入されているものと推測される。なお、フィルター溶解によって、電極表面はフィルター溶解残さによって被覆されている。このため内標準元素溶液、標準列溶液を滴下した場合、溶液が電極内部に浸透していくことが少なく、溶液の大部分は電極表面で蒸発しているものと考えられる。以上より試料電極は電極上で MEK により、フィルターを溶解して調整するものとした。メンブラン・フィルターは数社より市販されているが、材質がセルローズナイトレートであれば、MEK に溶解する。

4.2 励起法

平端電極上でフィルターを溶解したのち、これを放電励起する場合、電極材質、励起法に種々の組み合わせが考えられる。電極として黒鉛電極、グラッシー・カーボン電極、銅電極を選び、90° 円すい 6 mmφ 黒鉛電極を対極として、直流アーク (電流値 10 A), 高圧整流スパーク (コンデンサー電圧 10 kV, コンデンサー容量 0.007 μF×2, インダクタンス 50 μH) により励起し、スペクトル線強度を比較した。結果の一部を Fig. 2 に

示す。ただし直流アーク、スパーク放電でスペクトル線強度に著しい差異があり、直流アークでは 3 段フィルターの 4% 透過率部分、スパークでは 100% 透過率部分のスペクトル線像を用いて比較した。

Fig. 2 Effect of electrode-excitation method on spectral line intensity

(1) Graphite-DC arc; (2) Glassy carbon-DC arc; (3) Copper-DC arc; (4) Graphite-spark; (5) Glassy carbon-spark; (6) Copper-spark; Spectral line: Al(I) 3082.155 Å; (1), (2), (3) Measured at 4% transmission part of step filter; (4), (5), (6) Measured at 100% transmission part of step filter

黒鉛電極-直流アークの組み合わせが最もスペクトル線強度が大であり、銅電極-スパーク放電が最もスペクトル線が弱い。一方、Nachtrieb は銅スパーク法の検出感度を 0.02~0.1 ppm と報告しており¹¹⁾、元素によっては直流アークより高感度とされている。この相違の原因として、電極上を被覆しているフィルター溶解残さが金属元素の蒸発気化に影響を及ぼしているものと考えられる。そこで銅電極および電極表面がフィルター溶解残さによって被覆された銅電極にそれぞれ一定量の金属元素溶液を滴下、乾燥したのちスパーク放電した。Fig. 3 に 15 秒ごとに乾板を移動して作成したアルミニウム (分析元素)、銅 (電極成分) の蒸発気化曲線を示す。なお、滴下元素溶液中に硝酸が存在した場合、電極を侵して感度を下げるので¹¹⁾¹²⁾、滴下溶液は塩酸溶液を用いた。

Fig. 3 Effect of filter residue on I-t curves

Copper-spark: ---○--- Al(I) 3082.155 Å, ---●---
Cu(I) 3247.540 Å; Copper filter residue-spark: —○—
Al(I) 3082.155 Å, —●— Cu(I) 3247.540 Å

分析元素のスペクトル線は銅スパーク法が強く、電極成分のスペクトル線強度は電極上にフィルター溶解残さが存在する場合に増大した。また蒸発気化曲線も異なったものとなっており、金属元素の蒸発気化は明らかに銅電極上のフィルター溶解残さの影響をうけている。

黒鉛電極を直流アークで励起した場合について、フィルター溶解残さが金属元素の蒸発気化に及ぼす影響を検討した。フィルター溶解残さによって被覆された黒鉛電極では、滴下した金属元素溶液は電極表面で濃縮されている。これに対し、黒鉛電極に金属元素溶液を直接滴下した場合、溶液が電極内部まで浸透しており、電極上のフィルター残さの有無によって電極内の金属元素の分布に明らかな差異がある。しかしこの電極を直流アークで励起した場合、蒸発気化曲線に変化はあるが、電極内の金属元素が完全に蒸発気化するまで露光すること（露光時間 30 秒）によって、ほぼ近似したスペクトル線強度が得られた。以上より、黒鉛電極-直流アーク放電の組み合わせが、電極上のフィルター溶解残さの影響が最も少なく、また分析感度、精度などからも、最適の励起法と考える。

4.3 電流値および露光時間

直流アーク電流値を 5, 10, 15 A に設定し、電流値が金属元素の蒸発挙動に及ぼす影響を検討した。結果の 1 例として、マンガンの時間-スペクトル線強度曲線を Fig. 4 に示す。

電流値 10 A 以上では、放電開始より 15 秒で金属元素はほぼ完全に蒸発気化している。またスペクトル線が

Fig. 4 Effect of arc current on I-t curves

Mn(I) 2798.271 Å; × 5 A; ○ 10 A; ● 15 A

最も強く現われる電流値は 10 A であり、15 A では発光が不安定になる。なお、マンガン以外の金属元素についても、ほぼ同様の傾向である。以上の結果より、電流値 10 A、予備放電なし、露光時間 15 秒とした。

4.4 電極間げき

間げきを 2, 3, 4, 5, 6 mm になるように変化させ、電極間げきがスペクトル線強度に及ぼす影響を検討した。結果の一部を Fig. 5 に示す。

電極間げきが大きくなるにつれて、一般にスペクトル線強度は減少の傾向を示す。しかしわずかであるが強度増大の傾向をもつ元素もあり、その挙動は元素によって異なる。ここでは放電の安定性を考慮して、電極間げきは 2 mm とした。

4.5 マトリックス効果について

浮遊粉じん中には各種金属元素が混在しており、共存元素量も試料によって大幅に変動している。また第 3 元素の共存によって、分析元素のスペクトル線強度が著しい影響をうけることも、すでによく知られている。したがって、実際試料を分析する場合、共存元素の影響をじゅうぶん検討しておくことが必要である。そこで粉じん中の存在量、イオン化電圧を考慮に入れ、ナトリウム、カルシウム、マグネシウム、鉄、アルミニウム、亜鉛が共存した場合のスペクトル線強度に及ぼす影響を検討し

Fig. 5 Effect of analytical gap on the spectral line intensity

(1) Al(I) 3082.155 Å; (2) Si(I) 2881.578 Å; (3) Fe(I) 3037.388 Å; (4) Mn(I) 2798.271 Å; (5) V(I) 3185.396 Å

た.

一定量の分析元素を含む溶液に各共存元素を段階的に添加する。この溶液 50 μ l をメンブラン・フィルターを溶解した電極上に滴下, 乾燥し, 各分析元素のスペクトル線強度の変化を調べた。結果の 1 例としてマンガンのスペクトル線強度に及ぼす影響を Fig. 6 に示す。共存元素の添加によって, スペクトル線強度は著しく増大し

Fig. 6 Effect of foreign metals on the spectral line intensity

Mn(I) 2798.271 Å; (1) Calcium; (2) Magnesium; (3) Sodium; (4) Aluminum; (5) Zinc; (6) Iron

ており, マンガン以外の分析元素についてもほぼ同様の傾向であった。これを利用して, 電極上に共存元素を添加することによって分析感度を高めることができる。ケイ素溶液は二酸化ケイ素を炭酸ナトリウムで融解して調製する関係で, 標準列溶液中には多量のナトリウムが溶解している。したがって共存させる元素はナトリウムとし, 共存量は融剂量, Fig. 6 の結果より 4000 μ g/ml とした。これは電極上のナトリウム量に換算すると 200 μ g となる。

ナトリウムを一定量共存させることにより, さらに別の元素が加わっても, スペクトル線強度はほとんど影響をうけないことも明らかになった。その様子を Fig. 7 に示す。

Fig. 7 Effect of foreign metals on the spectral line intensity

Amounts of sodium: 200 μ g; (1) Si(I) 2881.578 Å; (2) Fe(I) 3037.388 Å; (3) Mn(I) 2798.271 Å

本法では粉じんを捕集したフィルターを電極上で溶解し, 粉じんを電極上で分散させ, これを試料電極としている。そのため電極上には粉じん中の炭素質, 有機物, 種々の化学形態の金属元素およびフィルター溶解残さが混在しており, これら共存物質が金属元素のスペクトル線強度に及ぼす影響を検討しておく必要がある。

粉じんを捕集した試料フィルターを電極上で溶解したのち, 低温灰化装置 (Trapelo 製 LTA-504) 中で 30 分間灰化処理を行なって作製した電極および未処理電極についてスペクトル線強度を比較した。灰化処理によって, 粉じん中の炭素質, 有機物およびフィルター溶解残さは灰化され, また金属元素の化学形態は酸化物などに变化していると考えられる。しかしスペクトル線強度は

粉じん灰化処理による影響をほとんどうけていない。また金属元素の蒸発灰化曲線も灰化処理電極、未処理電極についてほぼ類似している。したがって本法では灰化などによってマトリックスを調整する必要はないものと考えられる。

4.6 検量線

3 に述べた操作により作成した検量線を Fig. 8 に示す。各元素ともほぼ満足すべき良好な検量線が得られた。なお、実際試料中の元素濃度、分析線の感度などから、3 段フィルターを使用し、ケイ素は 4% 透過率部分、アルミニウム、カルシウム、マンガン、銅は 20% 透過率部分、その他の元素は 100% 透過率部分のスペクトル線像を測定した。

Fig. 8 Working curves

- (1) Vanadium; (2) Manganese; (3) Copper; (4) Magnesium; (5) Lead; (6) Zinc; (7) Aluminum; (8) Iron; (9) Silicon; (10) Calcium

4.7 分析精度

Fig. 8 に示した検量線を用いて同一試料フィルターについて 6 回のくりかえし分析を行ない、分析精度を調べた結果を Table III に示す。

変動係数は 4.6~14.4% であり、ほぼ満足できる結果が得られた。

5 実際試料の分析

本法による実際試料の分析結果を Table IV に示す。この結果より、本法は浮遊粉じん中の金属元素の迅速定量法としてじゅうぶん利用できることがわかった。

6 結 言

メンブラン・フィルター上に捕集された浮遊粉じん中の各種金属元素の発光分光分析法を確立した。コンタミ

Table III Reproducibility

Element	No.						Average	C. V.†
	1	2	3	4	5	6		
Si	11.4	12.4	12.7	11.8	11.4	11.8	11.9	4.6
Fe	4.23	4.27	4.79	4.47	4.15	3.59	4.25	9.3
Zn	1.86	1.61	1.70	1.67	1.50	1.88	1.70	9.1
Al	2.54	3.10	3.47	2.84	3.00	2.34	2.88	14.4
Mg	1.55	1.28	1.49	1.55	1.63	1.37	1.48	8.9
Ca	4.27	3.38	3.95	4.14	4.14	4.14	4.00	8.0
Pb	0.75	0.78	0.59	0.63	0.57	0.61	0.66	13.3
Mn	0.47	0.54	0.54	0.48	0.52	0.41	0.49	10.4
Cu	0.28	0.26	0.31	0.30	0.37	0.29	0.30	12.6
V	0.10	0.10	0.13	0.14	0.11	0.14	0.12	14.4

Unit: $\mu\text{g}/\text{M}^3$; † C. V.: Coefficient of variation

$$v = \frac{100}{\bar{x}} \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

Table IV Analytical results

Element	Sample† no.				
	1	2	3	4	5
Si	8.82	33.4	50.4	16.6	26.7
Fe	3.27	7.93	9.34	7.73	13.0
Zn	0.82	1.18	2.07	2.17	1.82
Al	2.11	5.35	7.94	9.13	12.8
Mg	0.59	1.42	1.90	1.04	1.27
Ca	3.22	7.85	8.92	6.19	6.59
Pb	0.52	0.89	0.94	1.45	1.22
Mn	0.30	1.48	1.03	0.52	0.40
Cu	0.14	0.39	0.32	0.24	0.22
V	0.10	0.06	0.28	0.37	0.19

Unit: $\mu\text{g}/\text{M}^3$; † Samples collected at 10 m above the ground in a commercial area of Osaka

ネーション、分析元素の飛散など分析誤差の原因となる試料前処理を簡略化し、試料フィルターを黒鉛平端電極上でメチルエチルケトンにより溶解、フィルター上に付着した粉じんを電極上で分散させたのち、内標準元素溶液を滴下、乾燥し、試料電極とした。この電極を直流アークで放電励起し、粉じん中の各種金属元素が迅速に、精度よく定量できた。本法により、従来捕集用溶剤中の含有量、元素の酸への溶解性などの関係で測定が困難とされていたケイ素、アルミニウム、亜鉛、カルシウム、マグネシウムなども定量できるようになり、浮遊粉じん中の金属元素の全分析が可能となった。本法は浮遊粉じん中の金属元素の迅速定量法としてじゅうぶん有用である。

文 献

- 1) 長谷川利雄, 杉前昭好: 本誌, **20**, 840 (1971).
- 2) 長谷川利雄, 杉前昭好: 同上, **20**, 1406 (1971).
- 3) 長谷川利雄, 杉前昭好: 衛生化学, **17**, 404 (1971).
- 4) S. S. Hochheiser, F. J. Burman, G. B. Morgan: *Environ. Sci. Technol.*, **5**, 679 (1971).

- 5) N. L. Morrow, R. S. Brief : *ibid.*, **5**, 786 (1971).
- 6) D. W. Lander, R. L. Steiner, D. H. Anderson, R. L. Dahm : *Appl. Spectry.*, **25**, 270 (1971).
- 7) R. H. Daines, H. Motto, D. M. Chico : *Environ. Sci. Technol.*, **4**, 319 (1970).
- 8) D. E. Allan, J. O. Pierce, D. Yeager : *Am. Industr. Hyg. Assoc. J.*, **29**, 469 (1968).
- 9) 浜口 彰, 伊東清志, 今井佐金吾, 宮田 勉, 薬科宗博: 日本分析化学会第 20 年会講演要旨集, p. B130 (1971).
- 10) J. Y. Hwang, F. L. Feldman : *Appl. Spectry.*, **24**, 371 (1970).
- 11) N. H. Nachtrieb : "Principles and Practice of Spectrochemical Analysis", (1950), (McGraw-Hill).
- 12) 小田仲彬: "工業発光分光分析", (1966), (東京化学同人).

Emission spectrographic determination of trace metals in airborne particulates collected on a membrane filter. Akiyoshi SUGIMAE and Toshio HASEGAWA (Environmental Pollution Control Center, Osaka Pref., Higashinari-ku, Osaka-shi)

A method was described for the spectrographic determination of silicon, iron, zinc, aluminum, magnesium, calcium, lead, manganese, copper and vanadium in airborne particulates, which were collected on a membrane filter.

Methods for the determination of elements in airborne particulates had usually involved dry, wet or low temperature ashing of filters, dissolution of elements in acids and concentration prior to analysis. However, all elements in airborne particulates were not necessarily dissolved in acids and these sample preparation steps provided the opportunities for sample contamination and loss of sample constituents. It was considered that direct discharge of the sample filter on the electrode solved these problems. But serious errors were resulted from flying off of filter from the electrode and burning of filter by striking of discharge on the filter.

So in this method, after dissolving the sample filter on the electrode by methyl-ethyl-ketone and dispersing airborne particulates, collected on the filter, at the surface of the electrode, the prepared electrode was discharged. As the results, spectral lines were intensified remarkably and were reproducible compared with

direct discharge of filter. It could be considered that the elements on the filter were transported smoothly into the discharge column by dissolution of filter on the electrode.

Several combinations of materials of electrodes, on which filters were dissolved and excitation methods were considered. The examined combinations were copper-spark, copper-DC arc, graphite-spark, graphite-DC arc, glassy carbon-spark and glassy carbon-DC arc. As the results, the most strong line intensities were obtained in graphite-DC arc method. And the suitable arc current was 10 amp. from the standpoint of sensitivity and reproducibility.

The influence of co-existed elements on spectral line intensities was also investigated. The spectral lines were intensified as the concentrations of sodium, aluminum, iron, zinc, calcium and magnesium increased, which were the common elements in airborne particulates. But when the optimum amounts of sodium were added to the electrode, the spectral line intensities were almost unaffected by co-existed elements.

From the experimental results above mentioned, a recommendable operating conditions were as follows; a measured volume of air was drawn through a membrane filter (47 mm in diameter and 0.8 micron in poresize), on which airborne particulates were collected. A circular disc of 5 mm in diameter, representing 1.42% of the total airborne particulates collected, was punched out at random from the filter. The disc was placed on the flat surface tip of graphite electrode, 6 mm in diameter, and was dissolved by two drops of methyl-ethyl-ketone. The first drop (10 μ l) of methyl-ethyl-ketone was dried before adding second drop. A definite volume (50 μ l) of a internal standard solution, containing 10 μ g/ml of cobalt and 4,000 μ g/ml of sodium was added dropwise. Standard electrodes were prepared in the same fashion by dropping standard solutions, containing known amounts of analytical elements, 10 μ g/ml of cobalt and 4,000 μ g/ml of sodium. The prepared electrodes were subjected to DC arc excitation (current: 10 amp., analytical gap: 2 mm, pre-arc time: none and exposure time: 15 sec).

The proposed method with the minimum procedures for the pretreatments of sample was precise and useful for rapid analysis of trace metals in airborne particulates with coefficient of variation 4.6~14.4%.

(Received Mar. 6, 1972)