

(288)

高周波誘導結合プラズマ 発光分光分析法における
最適測定条件の検討

川崎製鉄(株) 技術研究所 ○合田明弘 今村太久次 黒河内京子

1. 緒言 ICP発光分光分析法の最適測定条件は、プラズマの放電条件に大きく左右され、スペクトル線によっても異なる。従って、ポリクロメータを用いて多元素同時分析を行う場合、平均的な一つの装置条件を設定するだけでは必ずしも十分とは言えない。そこで、現有装置に設定されている波長ごとに各元素のスペクトル線の強度分布を測定し、更にブランク強度に等しい強度を与える目的元素濃度(BEC)に変換して、その変化から鉄鋼分析における最適測定条件を求めた。

2. 実験方法 実験は島津製作所製ICPQ-100型ICP発光分析装置を用いて行った。測定は、プラズマ特性を左右する最も重要なパラメータである高周波出力(3水準)、キャリアガス流量(3水準)及び観測高さ(ワークコイル先端からの高さ)(7水準)をそれぞれ変化させ、最小BECを与える条件を最適条件とする方法¹⁾を適用した。試料は1~2種類の目的元素を各10 ppm含む0.5%鉄溶液を用いた。

3. 結果及び考察 BEC変化の測定例をAl I 3961.52 Åの場合についてFig. 1に、また各スペクトル線について測定した最小BECを与える測定条件の例をTable 1.に示す。これらの測定結果から、プラズマ特性は三つのスペクトル線グループに大別できることを確認した。特に、Aグループのスペクトル線についてはこれらの条件を適用することにより、鉄鋼分析の適用下限を現行の日常分析の条件(出力1.6 KW、キャリアガス流量1.0 l/min、観測高さ10 mm)に比べて大幅に下げることができた。一方、各スペクトル線について測定したブランク強度の標準偏差(σ_B)は0.2~1.2%位の間分布しているが、その平均値を0.5%としたときの検出限界濃度はBEC/100

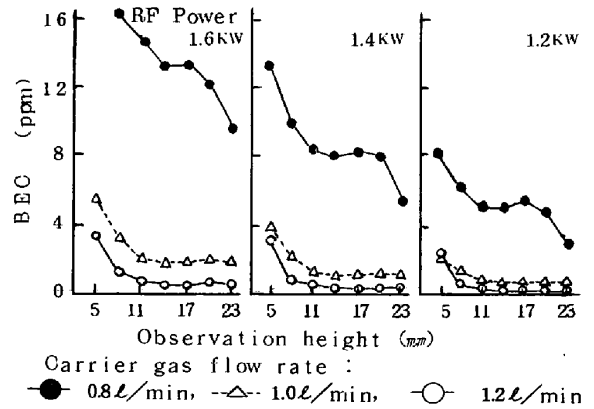
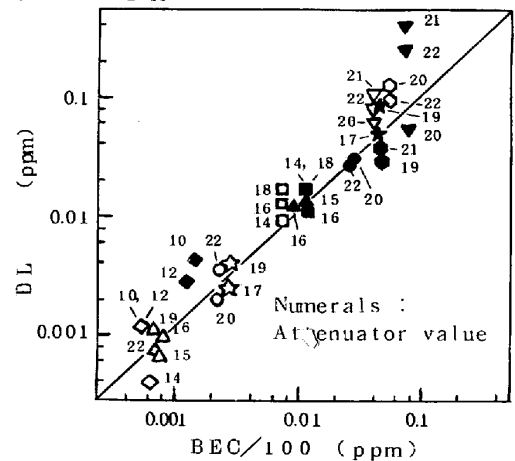


Fig. 1 Variation of BEC for Al I line at 3961.52 Å



Al I Ni I Cu I Ti II Bi Sn II Pb
○ ☆ △ ◇ □ ○ ▽
● ★ ▲ ◆ ■ ● ▾

Open : Optimum conditions
Closed : Present conditions*

Fig. 2 Relation between BEC/100 and detection limit, DL

Table 1 Examples of optimum conditions

で表わされ、 $2\sigma_B$ に相当する濃度として個々に求めた検出限界(DL)との間にはFig. 2のような1:1の対応関係があった。すなわち、BEC/100は検出限界を推定する指標として有用であることを認めた。

	Spectral line (Å)	RF Power (KW)	Carrier gas (l/min)	Obs. height (mm)	Minimum BEC (ppm)	* BEC (ppm)
A	Al I 3961.52	1.2	1.2	12~23	0.13	2.4
	Ni I 3414.76	1.2	1.2	12~23	0.19	3.5
	Cu I 3273.96	1.2	1.2	12~23	0.067	0.92
B	Ti II 3349.41	1.2	1.0	11~14	0.064	0.14
	Cr II 2677.16	1.2, 1.4, 1.6	1.0	10~15	1.1	1.2
	Zr II 3391.98	1.2, 1.4, 1.6	1.0	11~17	0.13	0.28
C	Bi I 2089.59	1.2	1.0, 1.2	5~10	0.80	1.7
	As I 1936.96	1.2, 1.4	1.0, 0.8	5~10	9.3	1.2
	Se I 1960.26	1.2	1.0	6~11	5.5	8.8

* RF Power : 1.6KW, Carrier gas flow rate : 1.0 l/min, Observation height : 10 mm

参考文献 1) 今井 覚 : 私信