

(313) スパーク放電周波数と Fe 超微粒子生成量

(超微粒子生成-プラズマ発光分光法による鉄鋼分析 第4報)

新日本製鐵(株)第一技術研究所 ○小野 昭紘 千葉 光一
佐伯 正夫

1. 緒言

鉄鋼試料にスパーク放電を飛ばして Fe 超微粒子(UFP)を生成し、ICPプラズマ中に導入する超微粒子生成-プラズマ発光分光分析法(UFP-ICP)について検討した。本法の分析条件や定量精度などについてすでに報告したが¹⁻²⁾、本報告では定量精度・感度をさらに向上させるために、放電周波数など Fe-UFP の生成量の増加方法などについて検討した。

2. 実験方法

UFP-ICP分析システムの概略を Fig. 1 に示した。鉄鋼試料に、放電回路定数および放電周波数を変えた低圧スパーク放電を行って Fe-UFP を生成する。加速ガス流量および排出口負荷を変えた小型サイクロンを経て ICP のプラズマトーチ中に導入し、各元素のスペクトル線強度を測定し、UFP 生成量およびトーチ導入量と定量精度・感度との関係について調べた。

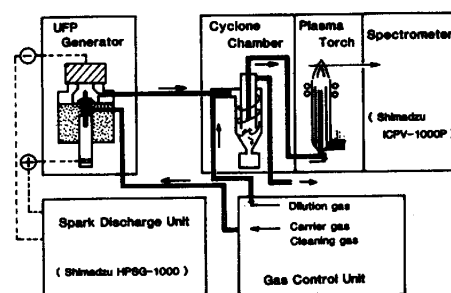


Fig. 1 Schematic Diagram of UFP-ICP Analytical System

3. 実験結果

3.1 Fe-UFP 生成量

(1) 放電回路定数 低圧スパーク放電の回路定数を変えたスパークライク放電(10 μ H, 3 μ F, 1 Ω , 1000V)およびアークライク放電(150 μ H, 8 μ F, 0 Ω , 700V)による UFP 生成量は後者が前者の約 2 倍に増加できるが、定量精度が低下した。

(2) 放電周波数 低圧スパーク放電の周波数を 66~400Hz に段階的に変えて、各元素の発光スペクトル線強度および Fe 強度比を測定した結果を Fig. 2 および Fig. 3 に示した。各元素の発光強度は、周波数を高めることにより増加し、UFP 生成量の増加が認められたが、周波数の増加率に比例しない。また、周波数の増加により Mn などの選択蒸発が起る。

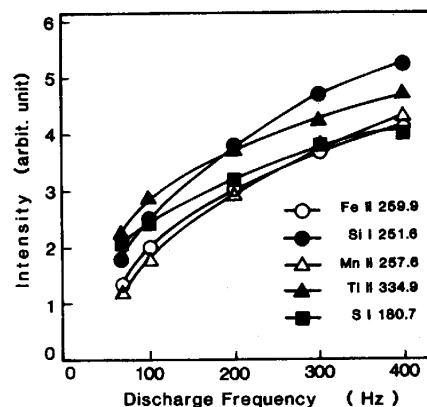


Fig. 2 Effect of Spark Discharge Frequency on the Emission Intensity for Several Elements in Steel

3.2 Fe-UFP のプラズマトーチ導入量

サイクロンの加速ガス流量は、UFP のトーチ導入量を変化させるが安定導入に適した流量範囲がある。排出口負荷を増すと UFP 導入量は増加できるが、UFP の励起効率が低下する。

4. 結論

UFP-ICP法の定量精度・感度の向上には、安定してUFPを生成する周波数 200~300Hz のスパークライク放電を採用し、サイクロンのガス流量制御によって UFP のトーチ導入量を調節する方法が効果的である。

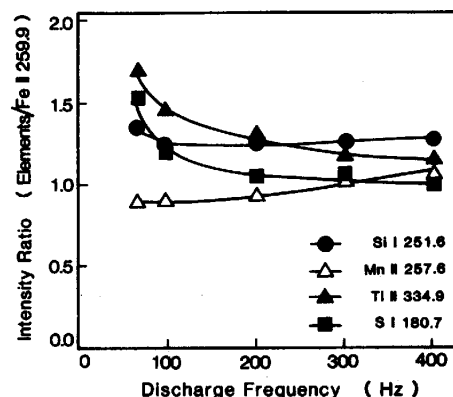


Fig. 3 Effect of Spark Discharge Frequency on the Emission Intensity Ratio for Several Elements in Steel

文献

- 小野, 千葉, 佐伯: 鉄と鋼, 70(1984)4, S302, S303.
- 小野, 佐伯: 日本分析化学会 第45回分析化学討論会(1984), 1A04T.