

(299)

高周波誘導結合プラズマ発光分光分析法における  
内標準元素 Y に対する共存元素の影響

大同特殊鋼(株) 中央研究所 藤根道彦 鈴木敬彦  
成田正尚○茂木文吉

1. 緒言 ICP分析では、各種の干渉が現われる。目的元素が共存する元素により分光干渉を受ける場合には、その影響量の補正が、あるいは試料吸上げ時の試料液の粘性などに基づく物理干渉に対しては、Yなどを内標準にした強度比を用いて干渉の影響を除くことが一般に行われている。Yを内標準元素として用いる場合には、Yは他の共存元素による分光干渉や化学干渉を受けないことが望ましい。しかし、Yが他の共存元素の影響を受けないという仮定の下にICP分析作業を進めると、不都合な場合に出合うことがある。特に合成溶液を用いて検量線を作成する場合にこのようなケースが多く、共存元素がY強度にどのような影響をおよぼしているかを知ることが、合成溶液の調整方法などに対して重要な知見となる。そこでYを添加した各種合成溶液によりY II (371.08 nm) に対するマトリックスあるいは共存元素の影響を調べた。

2. 装置 島津製ICPV-1000を用いた。

3. 試料溶液の調製 Y強度変化の影響は、特に有効数字のけた数の多い高含有成分において顕著であるため、ステンレス鋼などの試料を分解し得る酸分解法を前提にした。マトリックスあるいは共存元素を金属として必要量秤り取り、HCl(1+1) 20 ml 又はHNO<sub>3</sub> 5 ml で分解し、混酸(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5 ml, H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 5 ml, H<sub>2</sub>O 5 ml) で白煙処理後、Y溶液(1 mg/ml) 10 ml 加えて正確に100 ml に希釈した。

4. 結果と考察 鉄鋼、超合金においてマトリックスになり得る元素であるFe, Ni, Co, Cr, Cuの影響を調べた結果の例をFig. 1に示す。いずれの元素もY強度を抑制する効果を示している。この抑制効果はプラズマの中におけるイオン間の化学干渉と考えられ、観測高さ、キャリアガス流量などの条件により影響の大きさが異なる。合成溶液を検量線に用いる場合は、合成溶液と実際試料のマトリックスをできるだけ正確に合わせなければならないことがこの例からも判る。

鉄鋼試料を考えて、Fe-X2元系 (Fe+X = 0.5 g) 合成溶液で共存元素としてのX元素の影響を調べた結果をFig. 2に示す。X元素は鋼中に高い含有率で含まれる成分を選択した。共存元素はY強度に影響するが低含有成分に対しては無視できる程度と思われる。しかし高含有成分においては何らかの配慮をする必要がある。例えばFe-CrにおいてCr 20%ではCr = 0%に対して、Y強度が相対的に0.5%異り、無視してよい大きさではない。合成溶液を調整する場合、あるいは標準試料を検量線に用いる場合でも共存元素の量を分析する試料にできるだけ合わせる注意が必要である。

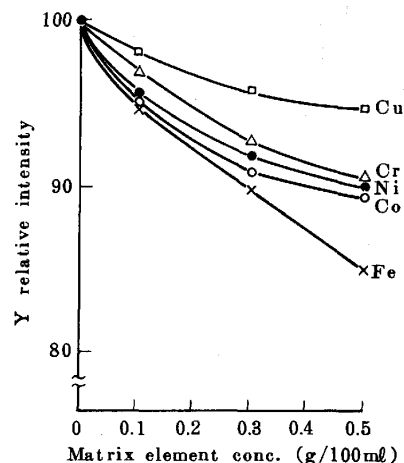


Fig. 1 Effect of matrix element on Y intensity

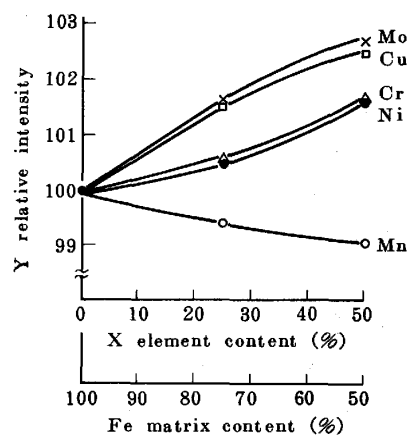


Fig. 2 Effect of co-existing element (X) on Y intensity