

(300) 高周波誘導結合プラズマ発光分光分析における検量線の一元化と定量下限の向上

川崎製鉄㈱ 技術研究所

松村泰治, ○黒河内京子
針間矢宜一

1. 緒言

ICP分析法はその優位性により広い分野で活用されているが、(1)試料溶液の液性、マトリックスなどによって発光挙動が異なるため、溶液化の方法、分析対象に対応した検量線が必要、(2)塩濃度の高い溶液の連続分析が困難で試料、融剤の大巾な増量が不可能、などの制約があり応用範囲の拡大や定量下限の向上には限界があった。そこで最近微量試料の分析によく用いられているインジェクション法をICP分析に適用して高濃度溶液による定量下限の向上および検量線の一元化について検討した。

2. 装置および方法

装置は島津製作所製のICPS-100Vを使用した。また試料溶液は数十～数百 μL をテフロンカップに滴下しプラズマ中へ吸引噴霧した。

3. 結果および考察

(1)溶液噴霧量と強度測定：微量の溶液をプラズマ中に噴霧するとシャープなピークが現れるが、液量の増加によりブロードになる。またFig. 1に示すようにマトリックス(Fe)濃度が増加すると低くブロードなピークとなる。そこで強度測定は波高あるいはピーク強度ではなく、発光ピーク全体を積分することとした。また溶液噴霧量は再現性が良く、連続噴霧とほぼ等しい強度の得られる300 μL が適切であった。

(2)酸およびFe量の影響：酸はその種類に関係なくモル濃度に従って発光強度を変化させ、Fe量の増加はBGの変動や噴霧効率の低下など発光状態に大きく影響を及ぼす。いずれの場合もBG補正で軽減できるが、一定量の噴霧とその全積分測定により影響を解消できた。Fe量を変化させた時の検量線例をFig. 2に示すがFe量に関係なく一元化が可能であった。

(3)微量分析への適用：試料溶液濃度を従来(0.5 $\mu\text{g}/100\text{mL}$)の10倍とし鉄鋼中微量P分析に適用した結果をTable 1に示す。検量線はFeを共存させず KH_2PO_4 水溶液のみで作成したが、標準値とよく一致し精度も良好であった。

これらの結果は微量かつ一定量の噴霧と発光ピークの全積分により液性、マトリックスによる吸上量変動などの物理的影響が解消できたこと、また試料量の増加により定量下限が向上したためである。

4. 結言

本法は高濃度溶液の分析、検量線の一元化が可能で、融剤を多量に使用する粉体分析など適用範囲の拡大に有効であることを示唆した。

参考文献：1) J. G. Shabushnig, G. M. Mieftje:

Anal. Chim. Acta, 148, 181(1981) 2) P. W. Alexndner, R. J. Finlayson, L. E. Smythe, A. Thalib, :Analyst, 107, 1335(1982)

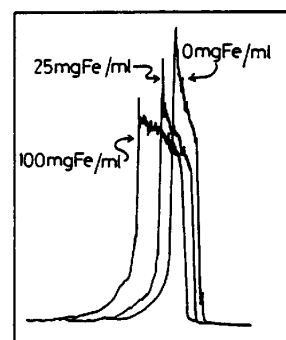


Fig. 1 Effect of Fe on signal of Ni
(Sample volume 300 μL)

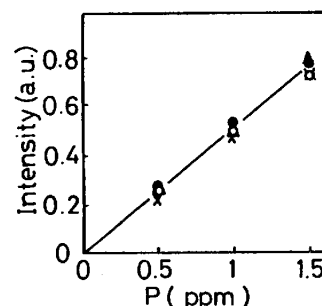


Fig. 2 Effect of Fe on calibration curve for PI 178.29nm
(B.G. Corrected)

○ 0mgFe/ml ● 20mgFe/ml
△ 50mgFe/ml × 100mgFe/ml

Table 1 Analytical result of P in steel (ppm)

Sample	Chem. Value	Injection method			Routine method		
		\bar{X}	σ	CV(%)	\bar{X}	σ	CV(%)
A	5	4.8	0.26	5.44	5	1.5	30.9
B	10	9.4	0.21	2.19	15	2.8	18.3
C	11	10.8	1.33	12.28	18	3.4	20.7
D	20	20.3	0.70	3.43	23	2.3	10.0