

(414) 超微粒子のプラズマトーチ導入速度と定量感度
 (超微粒子生成-プラズマ発光分光法による鉄鋼分析-第6報)

新日本製鐵(株) 分析研究センター

小野 昭結 千葉 光一
 ○妹尾 健吾 佐伯 正夫

1. 緒言

鉄鋼試料にスパーク放電を飛ばして生成したFe超微粒子(UFP)を、ICPのプラズマトーチ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。本報告では、各元素の定量感度の向上をはかるために、UFPのプラズマトーチへの導入速度と発光強度との関係について調べた。

2. 実験方法

鉄鋼試料に低圧スパーク放電(10μH, 3μF, 2Ω, 200Hz, 1000V)を行って生成したUFPを、ArガスでICPのプラズマトーチへ導入し、スペクトル線強度を測定して各元素の定量精度、感度を求めた。

3. 実験結果

(1) UFPのトーチ導入速度 UFPのトーチ導入速度を変えて各元素の発光強度の変化を測定した結果をFig. 1に示した。その結果、イオン線は1ℓ/min, 原子線は1.5ℓ/minの導入速度で最大強度を示した。この現象は、UFPのトーチ導入速度によってプラズマの温度分布が変わることなどに起因すると考えられる。

(2) トーチ高さ UFPのトーチ導入速度を一定とし、トーチ高さを変えて各元素の発光強度およびB.E.C.を測定した。結果をFig. 2, Fig. 3に示したが、一般に15mm付近のB.E.C.が最も低値を得た。

(3) 定量精度・感度 UFP導入速度を変え、繰り返して分析し、定量精度・感度を調べた。結果をTable 1に示したが、C.V.値, B.E.C.値からわかるようにC以外の各元素の精度, 感度は良好であった。また、イオン線および原子線別にトーチ導入速度を変えることにより、B.E.C.値は向上して更に高感度が得られた。

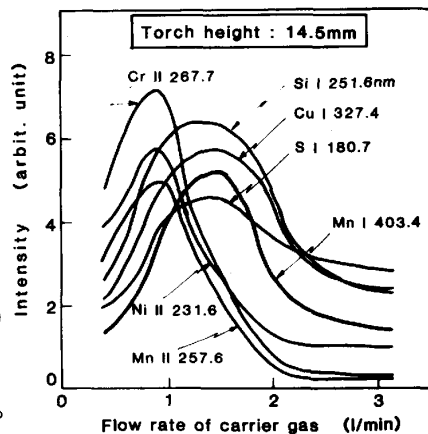


Fig. 1. Relation between Emission Intensity and Flow Rate of Carrier Gas.

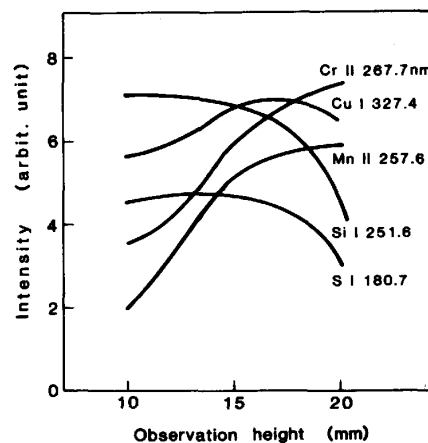


Fig. 2. Relation between Emission Intensity and Observation Height of Plasma Torch.

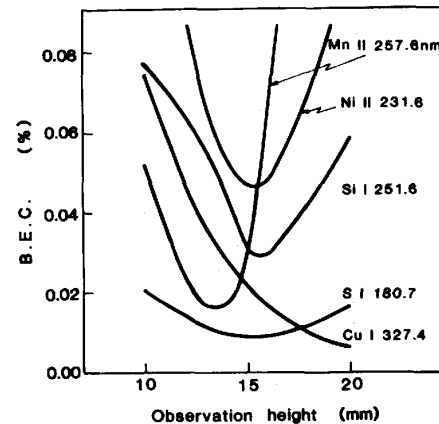


Fig. 3. Relation between B.E.C. and Observation Height of Plasma Torch.

Table 1. Dependence of C.V. and B.E.C. on Carrier Gas Flow Rate.

| Analytical line (nm) | Carrier gas (l/min) | C.V.* (%) | B.E.C.** (%) | Analytical line (nm) | Carrier gas (l/min) | C.V.* (%) | B.E.C.** (%) |
|--------------------------|---------------------|-----------|--------------|---------------------------|---------------------|-----------|--------------|
| C I 193.1 (0.19%) | 1.0 | 6.0 | 0.61 | Mn II 257.6 (0.27%) | 1.0 | 1.9 | 0.0048 |
| | 1.5 | 3.2 | 0.33 | | 1.5 | 1.7 | 0.0071 |
| P I 178.3 (0.018%) | 1.0 | 2.3 | 0.027 | Ni II 231.6 (0.11%) | 1.0 | 0.8 | 0.015 |
| | 1.5 | 2.4 | 0.024 | | 1.5 | 1.3 | 0.022 |
| S I 180.7 (0.019%) | 1.0 | 5.4 | 0.0081 | Cr II 267.7 (0.11%) | 1.0 | 2.1 | 0.028 |
| | 1.5 | 6.1 | 0.0012 | | 1.5 | 1.1 | 0.051 |
| Si I 251.6 (0.21%) | 1.0 | 0.7 | 0.034 | Cu I 327.4 (0.11%) | 1.0 | 1.2 | 0.0030 |
| | 1.5 | 1.4 | 0.027 | | 1.5 | 2.2 | 0.0023 |

* Coefficient of variations, ** Background equivalent content