

(412) グロー放電マススペクトロメトリー (GD-MS) の鉄鋼分析への適用

新日本製鐵(株) 分析研究センター ○千葉光一, 小野昭敏
佐伯正夫

1. 緒言 近年, 発光分光分析の分野ではグロー放電発光分光分析法およびICP発光分光分析法が著しい発展をとげ, 鉄鋼分析をはじめとして幅広い分野に普及するまでになった。また, ごく最近では, これらの分析法に関して, より高感度な分析を可能にするための試みとして, 光検出に代って質量分析計を検出部に用いてMass検出を行うGD-MSおよび(ICP-MS)の研究が盛に行われている。特に, ICP-MSに関しては数々の報告がなされるようになってきたが, GD-MSに関しては, 現在までのところごく限られた報告しかなされていない。演者らはGD-MSが固体試料を分析対象としていることに着目し, GD-MSによる固体試料の極微量分析について検討を行っている。今回, 鉄鋼試料中のC, P, S, Bを分析対象元素として, GD-MSを鉄鋼分析に適用するための基礎検討を行った。

2. 装置 GD-MS分析装置にはVG Isotope社製VG9000を使用した。本装置はグロー放電部と二重収束型質量分析計から成り, 質量分析計の真空度は測定時において約 1×10^{-8} Torrである。グロー放電はArガス雰囲気で行い, 放電電圧および放電電流はそれぞれ0.5~1.0 kVおよび0.4~2.0 mAの範囲で作用させた。また, 放電中の放電チャンパー内の圧力は約1 Torrとなる。試料形状は径1~3 mm ϕ , 長さ10~20 mmのピン状のものをを用いた。

3. 実験結果 装置自体の安定性を示すパラメーターとして, 連続10回の走査測定を行った場合の, マススペクトルの中心値をピークヘッドとして測定する時の繰り返し精度, マトリックス元素のイオンビーム強度および分解能をTable.1にまとめた。Table.1からわかるように, マスキャリブレーションの再現性も, イオンビームの安定性も, 分解能の安定性も良好であった。

次に, 幾つかの鉄鋼試料を用いて, C, P, S, B各元素の検量線を作製した。これらの測定ではグロー放電の放電電圧0.9 kV, 放電電流1.0 mAとして測定を行った。Fig.1には検量線の一例としてホウ素の検量線を示した。Fig.1の横軸は化学分析で得られた分析値を重量濃度で表わしており, 縦軸はGD-MSで得られた分析値を鉄に対する原子数濃度で表わしている。Fig.1からわかるように, ホウ素の場合には極めて直線性のよい検量線が得られた。検量線の傾きとして表わされる相対感度係数は, ホウ素の場合約0.12(重量濃度換算)となる。また, 同一試料における7回の繰り返し測定における, その再現性はCV 4.0%(B58 ppm)であった。

他の元素に関しても, 概ねホウ素と同様の結果が得られたが, 炭素については, Arガス中の不純物によるバックグラウンドが高いため sub-ppmの分析を行うことは難しいものと考えられる。

Table.1 Stability of Instrumentation .

Center Mass	55.9146 \pm 0.0001	(0.03%)
Intensity	1.418E-10 \pm 1.2E-12	(0.89%)
Resolution	5580 \pm 100	(1.77%)

* element : Fe

** 10 times measurements

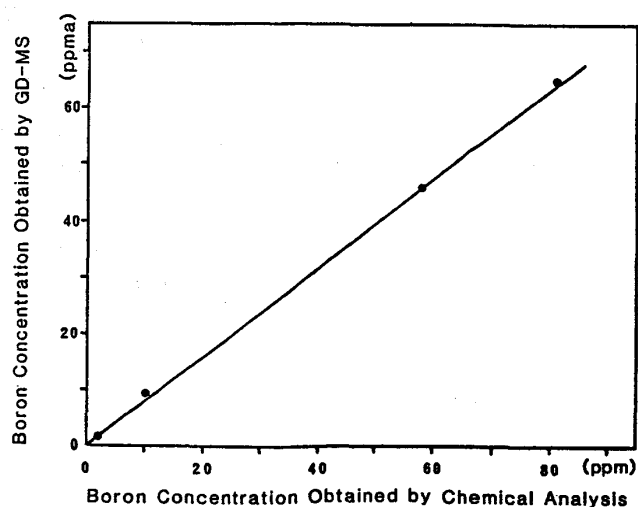


Fig.1 Calibration Curve for Boron in Steel.