

(346) 高周波スパークイオン源固体質量分析の鉄鋼中微量元素分析への応用
(第3報) 電気検出法について

大同製鋼 中央研究所

柳原和夫 佐藤昭喜
伊藤六仁 足立敏夫

1. 緒言、先に乾板検出法での精度については変動係数20~30%で分析可能なことを報告し、更に相対感度と種々の物理的な特性値との相関についても検討し、正確度的にも30~40%で分析できることを報告した。²⁾

今回は更に電気検出法を導入し、精度を向上させる要因を明確にするため連続、日内および日間精度を求めるとともに、先に行なった乾板検出法と電気検出法との相対感度を比較した結果を報告する。

2. 実験方法、使用した装置はJMS-01B(M)型スパーク・イオン源固体質量分析装置で、メインスリット幅およびスパーク方式を変更した以外はすべて前報¹⁾と同じ測定条件に固定した。標準試料にはNBS461~468, 442~444, 社内標準試料S35C系6試料およびSUS27系8試料を用い、精度の検討にはこのうちの低合金鋼試料を用いた。

3. 実験結果および考察、表1に連続精度、相対感度および相対感度のバラツキを示した。また比較のため乾板検出法での連続精度²⁾と相対感度²⁾を載せた。

表1. 精度および相対感度

元素	連続精度 (変動係数)		相対感度とそのバラツキ		
	乾板検出	電気検出	乾板検出 相対感度	電気検出 相対感度	変動係数
	%	%			%
C	21.	5.8	1.64	1.20	39.
Si		4.2	2.44	1.03	14.
P		8.9	4.82	3.39	38.
S		6.0	11.8	10.7	52.
Ca		13.	(7.1)	(8.6)	
Ti	20.	5.0	2.28	3.03	20.
V	11.	4.1	1.12	1.85	30.
Cr	15.	1.8	1.41	1.77	16.
Mn		1.7	3.41	3.19	17.
Co		1.0	1.42	1.07	17.
Ni	17.	1.3	1.98	1.16	40.
Cu		2.5	3.51	2.00	21.
Zn	24.	3.3	11.8	5.38	31.
As	12.	3.6	10.0	6.41	24.
Se		2.9	(15.)	(12.)	
Zr		7.2	2.36	3.00	26.
Nb		3.3	1.46	2.15	32.
Mo	27.	3.5	1.21	1.65	37.
Sn	23.	5.3	10.7	7.94	29.
Sb	24.	7.4	(6.1)	(5.8)	
Te		5.2	(15.)	(11.)	
Ta		5.1	1.20	1.56	52.
W		3.9	0.95	0.90	27.
Pb	31.	3.9	16.4	13.9	45.
Bi		2.4	(7.7)	(10.)	
平均	≐ 20.	4.5			30.

1) 連続精度は乾板検出法の変動係数約20%に比べ電気検出法では約5%と非常に良好であった。

2) 日内および日間精度もかなり良好であったが、C, Si, Cu, Te, W, PbおよびBiの7元素は日内または日間変動係数が30%以上であった。

3) 電気検出法での相対感度は乾板検出法での相対感度と各元素ともほぼ一致した。

4) この相対感度のバラツキを正確度とすると、乾板検出法では変動係数として約36%であったが電気検出法では約30%であり、両者の差はあまりみられなかった。

4. まとめ、電気検出法での精度および相対感度について検討した結果、連続精度は非常に良好であることおよび相対感度は乾板検出法での相対感度とほぼ一致することが分かった。しかし日内、日間精度および正確度は連続精度に比べてやや悪く、これらの向上を計るため今後測定条件等について詳細な検討を行なう考えである。

文献1) 伊藤六仁, 柳原和夫: 電気製鋼,

43(1972)3, 171~178

文献2) 伊藤六仁, 柳原和夫: 分析化学,

22(1973)1, 10~16

*1. () はデータ数が少ないもの