

1. 緒 言

溶液試料を対象とする通常の ICP 発光分光分析法は、定量感度・精度、定量範囲の広さなどに特長をもつために鉄鋼分析に活用されている。しかし、固体試料を直接 ICP 分析する技術の開発は、分析操作の簡易・迅速化および高感度化に寄与し、あるいは素材、製品の鋼種判定など製造現場での非破壊迅速分析手法として役立つ。そこで、低圧スパーク放電を蒸発源として生成した鋼試料の超微粒子を ICP のプラズマ中へ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、UFP 生成のスパーク放電条件および各元素の定量精度を中心に調べた。

2. 実験方法

分析装置および分析条件を Table. 1 に示した。固体試料 (J S S 162~167 などの低合金鋼 8 種) に放電定数を変えた低圧スパーク放電 (スパークおよびアーク) を行って UFP を生成し、小型サイクロンを経て ICP のプラズマ中に導入し、各スペクトル線強度を測定し、各元素の定量精度を求めた。

3. 実験結果

(1) 超微粒子生成スパーク放電条件 スパークおよびアーク放電 (Table. 1) を用いて測定した各元素の定量精度 (Fe 内標準法) を Table. 2 に示した。いずれの元素とも精度はスパークがすぐれ、安定した UFP の生成にはアークよりもスパークの方が適している。

(2) 検量線 Fig. 2 に一例を示した。P, S, Si, Mn, Cu, Ni, Cr, Al, Ti, B など C 以外の元素については、直線性の良好な検量線が得られた。C についてはバックグラウンドの低下など改善の余地がある。

(3) 定量精度・感度 定量精度については、UFP 生成のための適切な放電定数の選択および Fe 内標準法の採用により、いずれの元素とも C.V. 5% 以内の良好な精度が得られた。定量感度についても同様で、C 以外の各元素は通常の固体発光分光分析法に比べてほぼ同程度の感度が得られた。

Table. 1 Instruments and operating conditions

Discharge conditions	
Shimadzu HPSG-1000 discharge unit	
Shimadzu UFP generator	
Spark	: 200Hz, 10μH, 3μF, 1Ω, 1000V
Arc	: 66Hz, 150μH, 8μF, 0Ω, 700V
Electrode gap	: 4.5 mm
Discharge time	: 28 s
Analytical conditions	
Shimadzu ICPV-1000P	
Power	: 27.12MHz, 1.3 kW
Coolant gas	: 14 ℓ/min
Plasma gas	: 1.5 ℓ/min
UFP carrier gas	: 4.0 ℓ/min
Observation height	: 15.5mm
Integration time	: 20.0 s
UFP transfer tube	: stainless steel, i.d. 2mmφ, 7m

Table. 2 Reproducibility

Analytical line (nm)	Discharge condition	C. V.* (%)	B.E.C.** (%)	Analytical line (nm)	Discharge condition	C. V.* (%)	B.E.C.** (%)	Analytical line (nm)	Discharge condition	C. V.* (%)	B.E.C.** (%)
C I 165.8 (0.19%)	Spark	4.7	-	Si I 251.6 (0.21%)	Spark	1.4	0.04	Cu I 327.4 (0.10%)	Spark	2.1	0.005
	Arc	18.2	-		Arc	4.7	0.03		Arc	3.6	0.010
P I 178.3 (0.018%)	Spark	2.7	0.03	Mn I 257.6 (0.57%)	Spark	0.93	0.03	Al I 396.2 (0.026%)	Spark	3.2	0.03
	Arc	9.0	0.03		Arc	3.1	0.09		Arc	2.9	0.04
S I 180.7 (0.019%)	Spark	5.8	0.01	Cr I 267.7 (0.30%)	Spark	3.7	0.18	B I 182.6 (0.0061%)	Spark	1.7	0.0084
	Arc	10.2	0.01		Arc	3.8	0.18		Arc	6.3	0.0096

* Coefficient of Variation (n=5)

** Background Equivalent Content

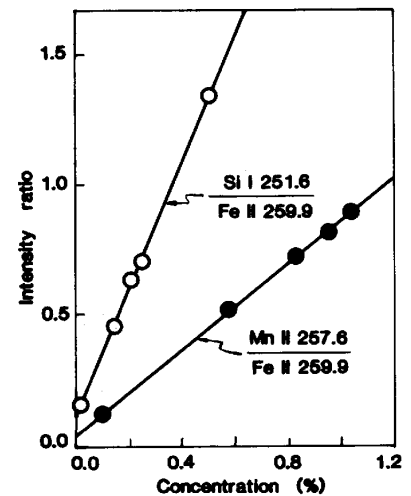


Fig. 1 Calibration curves