

有機溶媒直接導入における Okamoto-cavity マイクロ波誘導プラズマの分光特性とその鉄鋼試料の MIBK 抽出分離定量分析への応用

前田 哲男*・我妻 和明*

Emission Characteristics of Okamoto-cavity Microwave-induced Plasma in Direct Introduction of Organic Solvents and the Application to the Analysis of MIBK Extract from Iron-matrix Samples

Tetsuo MAEDA and Kazuaki WAGATSUMA

Synopsis : An Okamoto-cavity microwave-induced plasma (MIP) with a nitrogen-oxygen gas mixture was employed as an atomization and excitation source for emission analysis when organic solvent samples were directly aspirated. The mixed gas plasmas could be maintained with a high robustness against the loading of organic solvents such as ethanol and 4-methyl-2-pentanone (MIBK). Also, the introduction of the organic solvents exerted little influence on the emission characteristics of the plasma; the atomic-to-atomic and the ionic-to-atomic intensity ratios of various emission lines were a little varied by introducing organic solutions containing different concentrations of ethanol. This is probably because the organic solvent can be easily removed due to reactions with active oxygen species in the MIP. After test solutions containing Al, Co, Cr(III), Cu, Fe(III), Mo(VI), Ni, and Pb were extracted with MIBK, both the aqueous phase and the organic phase were aspirated into the plasma, giving calibration curves having good linearity, either from the aqueous phase for Al, Co, Cr, Ni, and Pb or from the organic phase for Fe and Mo. This effect can be explained from the partition coefficients of these elements between in MIBK and in water.

Key words: microwave induced plasma; Okamoto cavity; optical emission spectrometry; emission characteristics; direct loading of ethanol; MIBK extraction.

1. 緒言

鉄鋼産業においては、鋼製造ラインの品質管理のためにスパーク放電発光分析法をはじめとするオンサイト迅速分析技術が使用されており、その製造工程に不可欠な分析情報を提供している^{1,2)}。一方、鉄鋼製造における分析対象は製品群にとどまらず、原料、副生物、廃棄物等多岐にわたり、それぞれに対して迅速応答が要求される分析技術が必要とされる³⁾。近年、素材製造業における環境保全や資源循環への対応は極めて重要性の高い課題となっており⁴⁾、それに伴い、分析対象も排ガスや粉塵等の副生物や廃油等の廃棄物に拡大してきている。現在、金属元素の定量分析法として広範に使用されているものは、高周波誘導結合プラズマ (ICP) 発光分析法であるが、分析できる試料が水溶液にほぼ限られており、様々な形態の試料を直接導入して分析の迅速化を図ることは難しい。このような方途を実現するために、発光分析用の“堅牢な（高いロバストネスを持つ）プラズマ”が必要とされる。

マイクロ波誘導プラズマ (MIP) は原子発光分析法の励起源として研究が進められてきた^{5,6)}。特にヘリウムをプラ

ズマガスとする MIP は、高い励起能力を持つプラズマを作ることができるため、励起に大きなエネルギーを要するハロゲン元素等の検出器として実用化されている⁷⁾。しかし、Beenakker Cavity⁸⁾など空洞共振型の構造を持つものは、Cavity の半径方向の電界強度分布は中心が最大になることから、高感度化に不可欠な環状プラズマを生成することが不可能である。さらに、供給できる電力も Cavity の構造・材質上の制限から 500 W 程度が限界であり、溶液試料を直接導入できないという問題点があった。

この欠点を克服するため様々な方法が提案されてきたが、そのなかで 1991 年に Okamoto により発表された高出力窒素 MIP⁹⁾は、従来の MIP に比較して格段に優れた分析特性を有するものである^{9,10)}。Okamoto Cavity は、扁平導波管の中心部に円錐状の内導体と円筒状の外導体の先端に置かれた前面板から構成されるモード変換器と、その中心軸に置かれた二重構造の放電管トーチから成る。内導体と前面板の間に誘起されるマイクロ波電界により、放電管トーチの外周に沿って表面波が生じ、この波にマイクロ波電場強度が集中する形で伝搬する。このときの半径方向の電場分布は、中心部が周辺部より弱くなり環状のプラズマ

が生起する。このような構造により、大電力 (1.5 kW 程度) の供給が可能となり、また ICP と同様に、プラズマ中央部に溶液試料を直接導入することができる^{9,10)}。

Okamoto-cavity MIP は、プラズマガスとして窒素以外に、酸素、空気、ヘリウム、アルゴン等のガスを用いても放電を維持することができ、それらの分光特性に関して報告がなされている¹¹⁻¹⁴⁾。窒素-酸素混合ガスを用いたプラズマは、工業用途の迅速分析のための励起源としてとりわけ興味深いものである^{14,15)}。空気の直接導入ができるため試料の前処理が不要となることや、酸化性のプラズマを作ることからプラズマ内の燃焼反応により試料中の共存物質の除去ができると考えられる。例えば、大気試料中の微粒子の直接分析や有機物試料中の微量含有金属の定量など多くの分析への応用が期待できる^{15,16)}。また、有機溶媒に対して直接分析が可能となると、溶媒抽出を含む分析手法において分析時間の短縮や試薬使用量の削減などの利点がある。

本報では、Okamoto-cavity MIP を有機溶媒直接分析に適用するために、試料溶液中にエタノールを添加した場合の分光特性を検討した。さらに、鉄鋼試料の微量元素分析に幅広く応用されている、4-methyl-2-pentanone (MIBK) を用いた抽出操作を行ったあとの水相と有機相を共に直接分析した結果を報告する。

2. 実験

Okamoto-cavity MIP の動作原理や装置設計に関しては、開発者である Okamoto により詳細な報告がなされている^{9,10)}。また、本研究に使用した測定装置については既報において報告した¹⁵⁾。Table 1 は個別の測定装置とその動作条件をまとめたものである。

使用したプラズマガスは窒素-28%酸素混合ガスである。ガス混合器を使用して、窒素ガスと酸素ガス容器からの導入流量を個別に制御することにより調製した。窒素/酸素の最適混合比に関しては、有機溶媒に起因する分子バンドの発光強度の測定を測定して、その酸化分解に十分な混合比を設定した^{15,17)}。またキャリアガスは純窒素ガスを使用した。窒素および酸素ガスの純度は共に 99.995% である。

測定対象元素である、Al, Co, Cr, Cu, Fe, Mo, Ni, Pb それぞれについて、純度 99.9~99.99% の純金属を塩酸あるいは硝酸 (試薬特級) に溶解し、溶液濃度 10 g/L (酸濃度約 1 mol/L) の保存用溶液を調製した。使用した試料溶液は、保存用溶液を脱イオン水で希釈して溶液濃度 1 g/L としたものを用いた。Ethanol および 4-methyl-2-pentanone は、特級試薬 (和光純薬) を用いた。エタノール溶液に関しては脱イオン水で希釈して調製した。

MIBK 抽出操作のための試料として、上記の 8 元素の試

Table 1. Instrumentation and operating conditions.

Microwave generator	MKN-153-LR-OSC (Nippon Koushuha)
Microwave frequency	2.45 GHz
Power supplier	KN-153-3T-LR-PS (Nippon Koushuha)
Microwave power	maximum 2.0 kW
Microwave cavity	Okamoto-type (Hitachi)
Nebulizer system	Pneumatic concentric (model 306-1582, Hitachi) with a double-pass spray chamber
Spectrometer	P5200 - ICP analysis system (Hitachi)
Monochromator	focal length: 0.75 m; grating: 3600 grooves/mm; blaze wavelength: 200 nm; slit width: 30 μ m (both entrance and exit)
Photomultiplier	R-955 (Hamamatsu Photonics)

料溶液 (1 g/L) から等量 (2.5, 1.0, 0.5, 0.1 mL) をそれぞれ分取して混合したもの 4 種を準備した。最初にホットプレート上で試料溶液を蒸発乾固し、その後固形物を 6 mol/L の塩酸 50 mL で溶解した。更に MIBK 50 mL を添加し、自動攪拌機を用いて 30 分間振とうした後、静置して有機相と水相を分離した。

3. 結果と考察

3.1 発光線の選択

有機溶媒導入時のプラズマの励起特性を評価するために、Fe と Cr を目的元素として選択し、Table 2 および Table 3 に示すような発光線の発光強度を測定した。Fe の場合には、励起エネルギーが 3.4 eV と 4.2 eV の 2 つのグループに帰属される中性原子線を選択した。Cr の場合には、励起エネルギーが 2.9 eV, 3.5 eV, および 5.8 eV である 3 つのグループに帰属される中性原子線に加えて、励起エネルギーが 5.8 eV の一価イオン線も測定した。異なった励起準位に帰属される原子線の強度比は、それらがプラズマ内で衝突励起される際にエネルギーを供給する粒子、すなわち電子や高速原子等のエネルギー分布 (電子温度やガス温度) を反映して変化する。また励起エネルギーがほぼ等しい原子線とイオン線の強度比は、プラズマ内における測定元素のイオン化率に相当する情報を与える。したがって、これらの強度比を観測することにより、有機溶媒の導入時に起こるプラズマ励起特性の変化を追跡できるものと考えられる。

MIBK 抽出操作における各測定元素の検量線作成のためには、それぞれの発光線のなかで最も強度の大きいものを選択した。使用した分析線を Table 4 にまとめて示す。Okamoto-cavity MIP の励起特性として、窒素-酸素混合ガスを使用した場合には一価イオン線の発光強度が弱くなる一方で、中性原子線の発光強度が大きくなることが報告されている¹⁵⁾。本報では、分析線として励起エネルギーの低い中性原子線を選択した。

Table 2. Iron emission lines employed.

Wavelength (nm)	Upper Level (eV)	Lower Level (eV)	Relative Intensity	
Fe I 367.991	3d ⁶ 4s(⁶ D)4p ⁵ F ₄	3d ⁶ 4s ² ⁵ D ₄	0.0000	240
Fe I 370.557	3d ⁶ 4s(⁶ D)4p ⁵ F ₃	3d ⁶ 4s ² ⁵ D ₃	0.0516	410
Fe I 371.993	3d ⁶ 4s(⁶ D)4p ⁵ F ₅	3d ⁶ 4s ² ⁵ D ₄	0.0000	360
Fe I 372.256	3d ⁶ 4s(⁶ D)4p ⁵ F ₂	3d ⁶ 4s ² ⁵ D ₂	0.0873	430
Fe I 373.487	3d ⁷ (⁴ F)4p ⁵ F ₅	3d ⁷ (⁴ F)4s ⁵ F ₅	0.8590	240
Fe I 373.713	3d ⁶ 4s(⁶ D)4p ⁵ F ₄	3d ⁶ 4s ² ⁵ D ₃	0.0516	240
Fe I 374.826	3d ⁶ 4s(⁶ D)4p ⁵ F ₂	3d ⁶ 4s ² ⁵ D ₁	0.1101	80
Fe I 374.948	3d ⁷ (⁴ F)4p ⁵ F ₄	3d ⁷ (⁴ F)4s ⁵ F ₄	0.9146	150
Fe I 375.823	3d ⁷ (⁴ F)4p ⁵ F ₃	3d ⁷ (⁴ F)4s ⁵ F ₃	0.9581	90
Fe I 376.379	3d ⁷ (⁴ F)4p ⁵ F ₂	3d ⁷ (⁴ F)4s ⁵ F ₂	0.9901	50

Table 3. Chromium emission lines employed.

Wavelength (nm)	Upper Level (eV)	Lower Level (eV)	Relative Intensity	
Cr II 285.578	3d ⁴ (⁵ D)4p ⁶ F _{5/2}	3d ⁴ (⁵ D)4s ⁶ D _{3/2}	1.4918	14
Cr II 285.891	3d ⁴ (⁵ D)4p ⁶ F _{9/2}	3d ⁴ (⁵ D)4s ⁶ D _{9/2}	1.5494	13
Cr II 286.093	3d ⁴ (⁵ D)4p ⁶ F _{3/2}	3d ⁴ (⁵ D)4s ⁶ D _{1/2}	1.4831	6
Cr II 286.256	3d ⁴ (⁵ D)4p ⁶ F _{7/2}	3d ⁴ (⁵ D)4s ⁶ D _{7/2}	1.5255	15
Cr I 357.869	3d ⁴ 4s(⁶ D)4p ⁷ P ₄	3d ⁵ (⁶ S)4s ⁷ S ₃	0.0000	3500
Cr I 359.348	3d ⁴ 4s(⁶ D)4p ⁷ P ₃	3d ⁵ (⁶ S)4s ⁷ S ₃	0.0000	3000
Cr I 374.900	3d ⁴ 4s(⁶ D)4p ⁵ G ₄	3d ⁵ (⁶ G)4s ⁵ G ₄	2.5446	4
Cr I 399.284	3d ⁴ 4s(⁴ D)4p ⁵ P ₃	3d ⁵ (⁴ P)4s ⁵ P ₃	2.7079	2
Cr I 425.433	3d ⁵ (⁶ S)4p ⁷ P ₄	3d ⁵ (⁶ S)4s ⁷ S ₃	0.0000	4200
Cr I 427.480	3d ⁵ (⁶ S)4p ⁷ P ₃	3d ⁵ (⁶ S)4s ⁷ S ₃	0.0000	3400
Cr I 428.971	3d ⁵ (⁶ S)4p ⁷ P ₂	3d ⁵ (⁶ S)4s ⁷ S ₃	0.0000	2600

Table 4. Analytical emission lines for calibration curve.

Wavelength (nm)	Upper Level (eV)	Lower Level (eV)	Relative Intensity	
Al I 396.153	3s ² (¹ S)4s ² S _{1/2}	3s ² (¹ S)3p ² P _{3/2}	0.0139	450
Co I 345.351	3d ⁷ 4s(³ F)4p ⁴ G _{11/2}	3d ⁸ (³ F)4s ⁴ F _{9/2}	0.4318	20
Cr I 425.433	3d ⁵ (⁶ S)4p ⁷ P ₄	3d ⁵ (⁶ S)4s ⁷ S ₃	0.0000	120
Cu I 327.396	3d ¹⁰ (¹ S)4p ³ P _{1/2}	3d ¹⁰ (¹ S)4s ³ S _{1/2}	0.0000	100
Fe I 373.713	3d ⁶ 4s(⁶ D)4p ⁵ F ₄	3d ⁶ 4s ² ⁵ D ₃	0.0516	40
Mo I 390.296	4d ⁵ (⁶ S)5p ⁷ P ₂	4d ⁵ (⁶ S)5s ⁷ S ₃	0.0000	40
Ni I 341.476	3d ⁹ (² D)4p ³ F ₄	3d ⁹ (² D)4s ³ D ₃	0.0254	30
Pb I 405.784	6s ² 6p(² P _{1/2})7s ³ P ₁	6s ² 6p ² ³ P ₂	1.3205	6

3・2 観測高さの影響

Okamoto-cavity MIPはトーチ型形状を持ち空間的に不均一なプラズマであるため、発せられるスペクトル線強度は観測部位により変わる。これは、プラズマの部位により測

定対象元素の数密度が変化すると同時に、その励起効率も変わるためであると考えられる。したがって、その分析応用のためには発光線観測位置の最適化が極めて重要である。

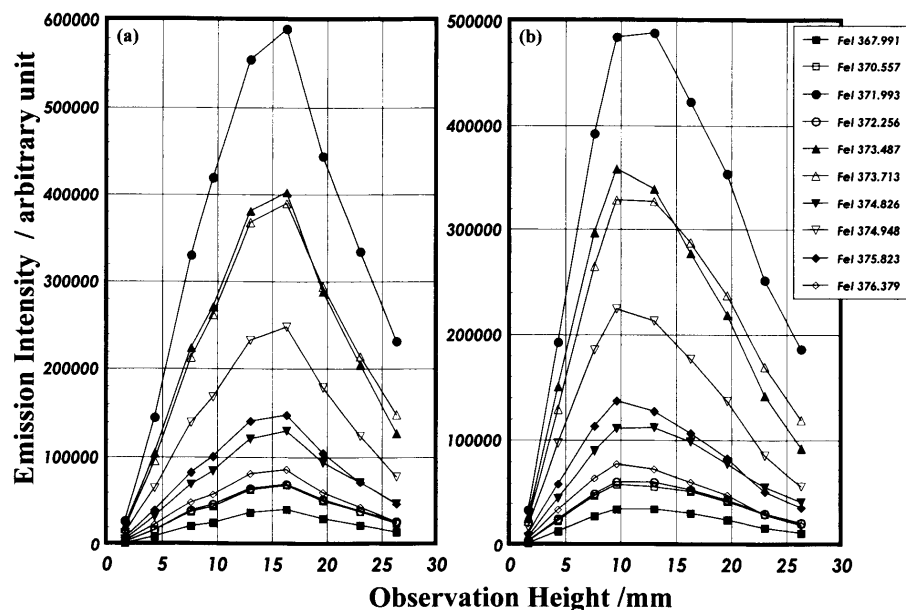


Fig. 1. Variations in the emission intensities of various Fe I lines as a function of the observation height when an aqueous solution (a) and an 50-vol% ethanol solution (b) are employed. Microwave power: 1.0 kW; flow rate of the plasma gas: 14 L/min; composition of the plasma gas: nitrogen–28 vol% oxygen; flow rate of the carrier gas: 0.7 L/min.

Fig. 1は観測高さを2 mmから26 mmまで変化させた場合のFe原子線の発光強度の変化を示したものである。(a)は水溶液、(b)は50 vol% エタノール水溶液を導入した場合の結果である。このときのプラズマ生成条件として、プラズマ電力1.0 kW、プラズマガス流量14 L/min、キャリアガス流量0.7 L/min、またプラズマガスとして窒素–28 vol.%酸素を用いた。観測高さはキャビティの前面板からの距離により定義した。水溶液試料を用いた場合には (Fig. 1(a)), Fe 発光線の強度は観測高さ13~16 mmの条件で極大値を取ることがわかる。この現象は対応するプラズマ部位でFeの励起種の数密度が最大となることを示している。この観測位置よりキャビティに近い側では、表面波の電場に近いエネルギー授受が容易であるが、共存する水分子の潜熱や解離にエネルギーを要するためプラズマのガス温度や電子温度が抑制される。一方、観測位置が高い場合には、プラズマの先端部からの情報を受けていることになり、プラズマのガス温度や電子温度が低下し、結果としてFe励起種の数密度の低下をもたらすものと考えられる。これらの議論はICPの観測高さのそれとまったく同様な論拠に基づいている。50%エタノール水溶液を使用した場合には (Fig. 1(b)), 強度最大を示す観測高さは純水溶液に比較して低い側に移動する (10~13 mm)。これは溶媒の物理的・化学的性質の相違によるものであり、エタノールは解離が容易に起こり、しかも燃焼・発熱反応により系外へ除去されることに起因していると考えられる。

Fig. 2はFe I 370.557 nm (3.40 eV) の発光強度を基準とした場合のFe原子線の強度比を算出した結果である。Fig. 2 (b) はFe I 370.557 nmと励起エネルギーがほぼ等しいFe原子線間の強度比とプラズマ観測高さの関係を、水溶液試料

(●, ▲, ■) と50 vol% エタノール溶液試料 (○, △, □) の測定結果をあわせて示したものである。これらの強度比は観測高さを変えてもほぼ一定であり、また溶媒をエタノール溶液としても水溶液の場合の結果と大体同一の値を示す。これは、励起エネルギーが類似した準位に帰属される発光線は同じ励起挙動を取るためであり、また、個々の発光線が自己吸収等の妨害・干渉を受けず、それらの励起準位の数密度を反映した発光強度を示していることの傍証となる。Fig. 2(a)はFe I 370.557 nmと励起エネルギーの異なるFe原子線 (4.2 eV) の間の強度比の変化を示したものである。観測高さが大きくなるに従って強度比の低下 (励起エネルギーが大きい発光線の相対強度の減少) が認められる。プラズマの先端部においては、試料原子に衝突して励起を引き起こす電子やプラズマガスの運動エネルギーの低下 (電子温度やガス温度の低下) が起こるためであると考えられる。Fig. 2(a)における水溶液試料と50 vol% エタノール水溶液試料の測定結果は、強度比の値は完全には同じではないが、観測高さに対してほぼ同一の変化をすることがわかる。これはエタノール溶液を導入した場合でも、プラズマ各部位における励起特性は大きく影響を受けるものではないことを示唆している。

3.3 エタノール含有量の影響

Fig. 3(b) は試料溶液中のエタノール含有量を80 vol%まで増加させた場合のFe原子線の発光強度の変化を示したものである。このときの観測高さは13 mmとし、その他の測定条件はFig. 1と同じである。図から明らかなように、Fe発光強度はエタノール含有量と共に増加する。Fig. 3(a)はFe I 370.557 nm (3.40 eV) の発光強度を基準とした場合のFe原子線の強度比を算出した結果である。励起エネルギー

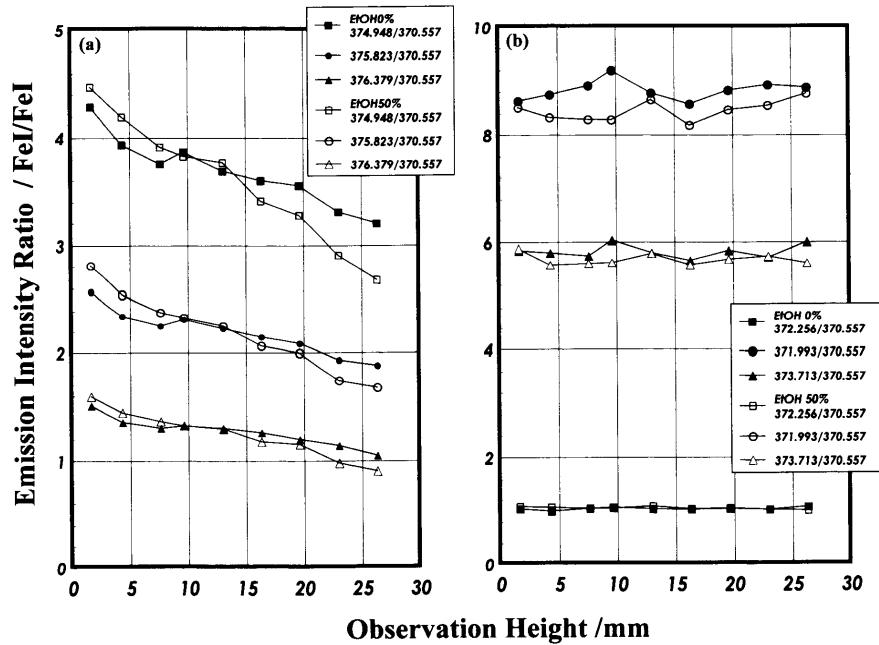


Fig. 2. Variations in the intensity ratio of various Fe I lines to the Fe I 370.557 nm as a function of the observation height when an aqueous solution (filled symbols) and an 50-vol% ethanol solution (open symbols) are employed. The operating conditions are the same as those of Fig. 1.

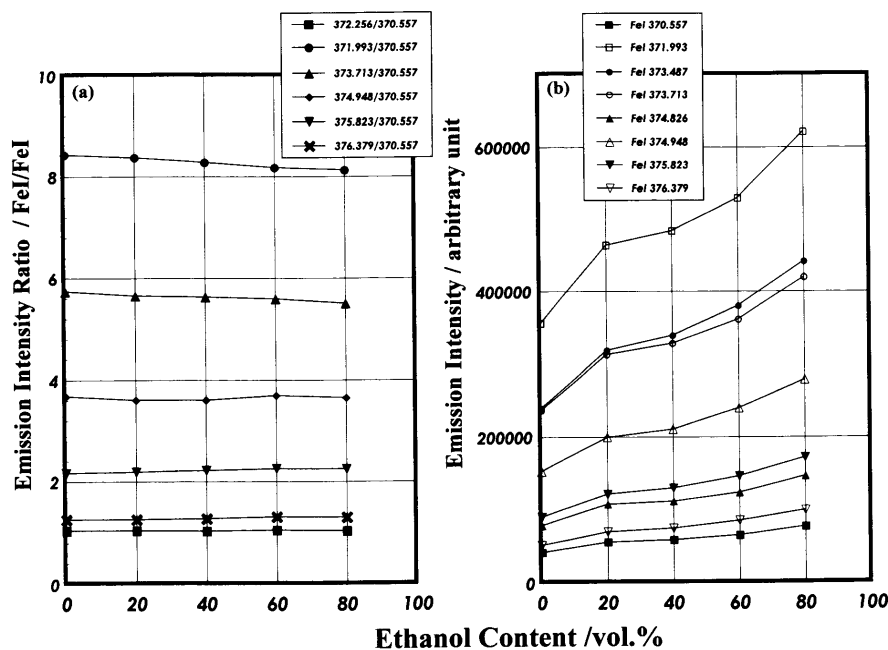


Fig. 3. Variations in the intensity ratio of various Fe I lines to the Fe I 370.557 nm (a) and in their emission intensities (b) as a function of the ethanol content in sample solutions. Microwave power: 1.0 kW; flow rate of the plasma gas: 14 L/min; composition of the plasma gas: nitrogen–28 vol% oxygen; flow rate of the carrier gas: 0.7 L/min; observation height: 13 mm.

ギーの異なる Fe 原子線間の強度比を表したものであるが、これらはエタノール含有量に殆ど依存せず一定の値を持つ。この結果は、Fe 原子の各励起準位の数密度の相対値（数密度の比）は殆ど変化がないことを示しており、励起に関与していると考えられる電子温度等の励起特性はエタノールにより殆ど影響を受けないことを示唆している。Cr を測定対象元素とした場合の中性原子線およびイオン

線の発光強度は、Fe の場合と同様な変化傾向を取り、エタノール含有量と共に増加する。Fig. 4 は Cr I 428.971 nm (2.9 eV) の発光強度を基準とした場合、Cr 原子線および Cr イオン線との間の強度比の変化を示したものである。試料溶液中のエタノール含有量を変えた場合の原子線相互の強度比は、発光線の種類（励起エネルギー）に依らずその変化量は小さい。この結果は Fe 原子の場合と同様である。

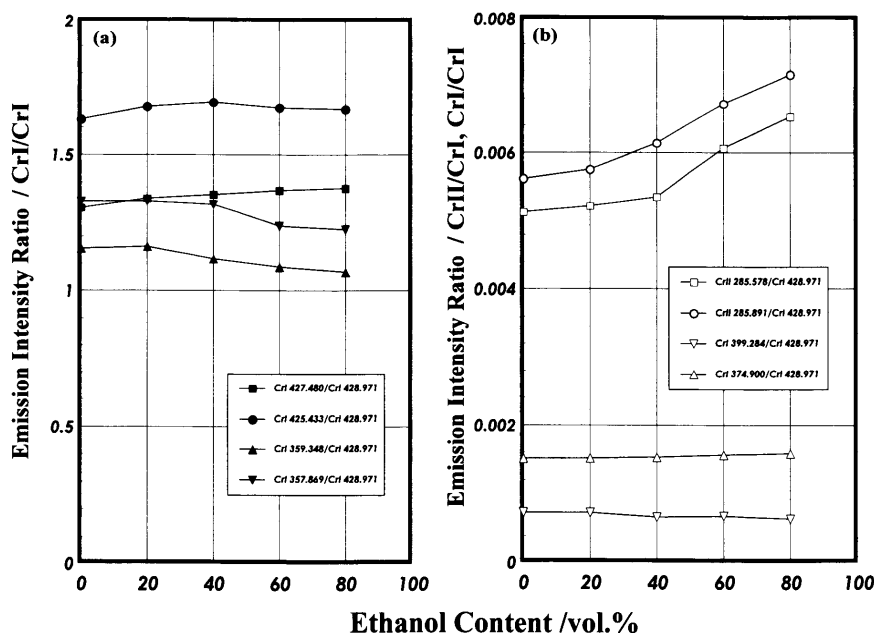


Fig. 4. Variations in the intensity ratio of various CrI and CrII lines to the CrI 428.971 nm as a function of the ethanol content in sample solutions. The operating conditions are the same as those of Fig. 3.

しかしながら、Crイオン線との強度比はエタノール含有量の増加により徐々に大きくなるのがわかる。これはイオン化率の増大を示唆している。このような原子線とイオン線の両方の変化を、局所熱平衡プラズマモデルにより説明することは困難であり、イオン化機構として高速粒子間の衝突励起以外を考慮する必要があると考えられる。発光観測高さの依存性等、プラズマ全体からの情報を詳細に検討して励起機構を解明することが今後の研究課題である。

Fig. 3(b) で示したように、エタノール含有量の増加に従ってFeの発光線強度はほぼ一様な強度増大が認められる。これはエタノール溶液を使用することにより、試料の導入量が増加することが原因と思われる。本研究では試料導入量をポンプ制御を行っておらず、ネブライザの吸込み量により試料導入量が決められるため、試料溶液の粘性等により導入量が変動する。実際、エタノール溶液では試料の吸込み量の増大が認められた。通常の水溶液試料では、通常の水溶液試料を増加しても多量の水も同時に吹き込まれるため、プラズマの熱容量の制約から発光強度の増大には寄与しない場合が多い。しかしながら、エタノール溶液では発光強度の増加が観測されることから、多量の溶媒負荷が可能と考えられる。これは既に述べたように、エタノールは潜熱が小さく分子解離が容易に起こり、しかも酸素との燃焼・発熱反応により系外へ除去されることに起因していると考えられる。エタノール導入時のこのような特性は、分析応用において測定の高感度化に有効に利用できるものと考えられる。本実験では試料を水溶液から調製しているので、エタノール含有量が80%以上のものについては検討していないが、さらに高濃度のエタノール試料の場合でも発光線の強度増大が期待できる。

3・4 MIBK抽出操作による水相および有機相の検量線

8種類の測定元素に対して、MIBK抽出後に得られた有機相、水相それぞれを用いて検量線を作成した。その結果をFig. 5(a)–(h)に示す。測定は5回の平均値を示しており、Al, Co 200 ppmの結果のばらつきが大きな値となっているが、これはプラズマの一過性の揺らぎが反映したものと考えられ、分析線や試料の種類に原因があるものではない。

Fe, Moについては、有機相(●)を用いた場合に直線相関のある検量線が得られ、水相(■)を用いた場合にはその発光強度は極めて弱いことがわかる。これはFe, MoがMIBKにより抽出される元素であることに起因している。一方、その他の元素については測定結果はFe, Moとまったく逆であり、水相(■)で測定した場合に直線相関のある検量線が得られ、有機相(●)では発光線が検出されないか(Al, Co, Cr, Ni, Pb)か発光強度が非常に弱い(Cu)ことがわかる。ここで注目すべき点として、Cuに関しては有機相に関しても発光強度は弱い直線相関のある検量線が得られており、Cu原子の一部が定量的に抽出されているものと推定できる。これらの結果は、各元素のMIBK相と水相への分配係数により説明することができる¹⁸⁾。

4. 結言

試料としてエタノール水溶液を用いた場合、測定対象元素の原子線–原子線強度比や原子線–イオン線強度比の値は殆ど変化せず、プラズマの励起特性に対する影響が殆どないことがわかった。これは有機溶媒を使用することによりプラズマ中に導入されると考えられる炭素含有分子やラジカル種による干渉がなく、さらに、これらの燃焼等の化

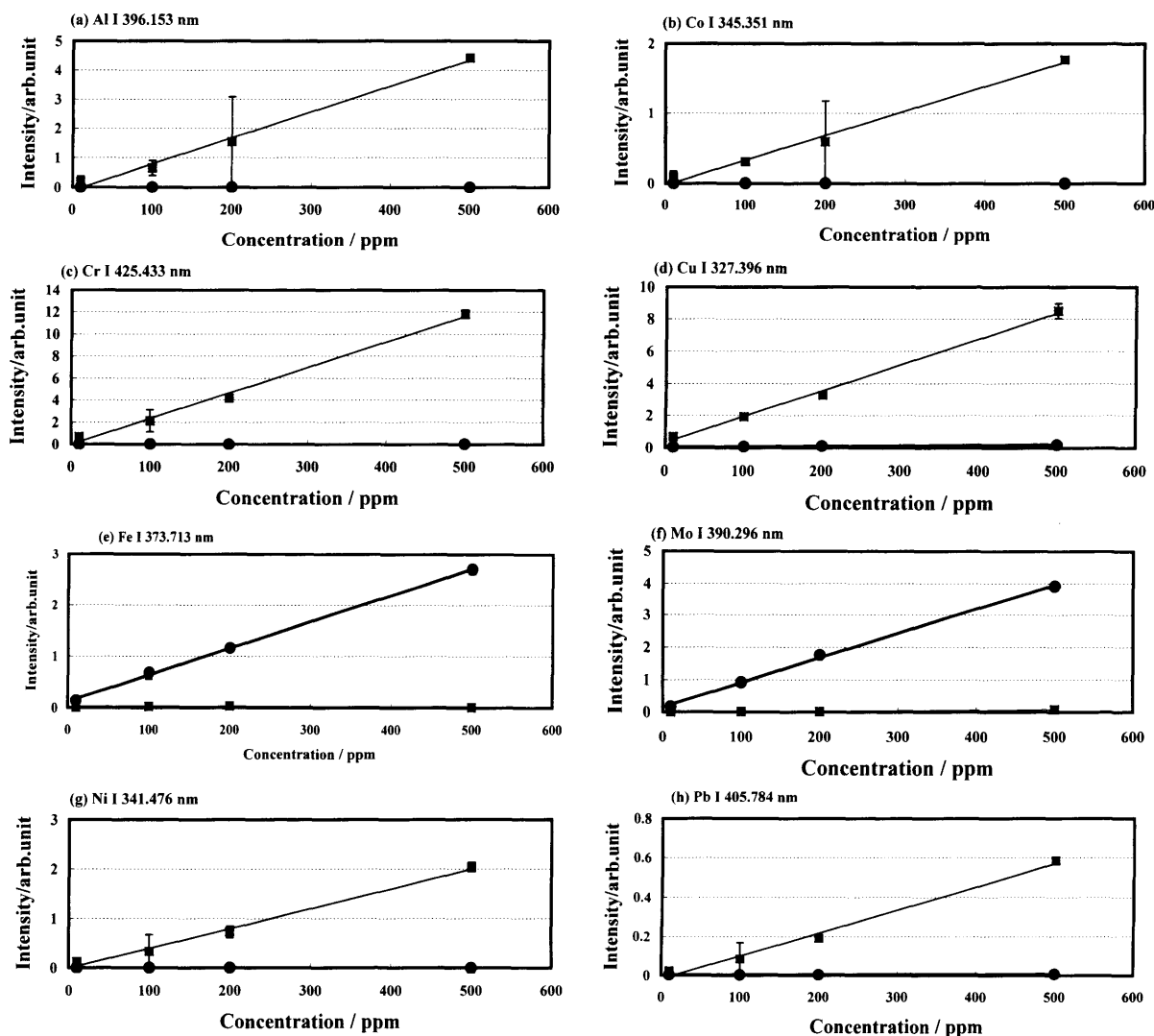


Fig. 5. Calibration curves for several analyte elements when introducing the aqueous phase (■) and the organic phase (●) after MIBK extraction. Microwave power: 1.0 kW; flow rate of the plasma gas: 14 L/min; composition of the plasma gas: nitrogen-28 vol% oxygen; flow rate of the carrier gas: 0.7 L/min; observation height: 13 mm.

学反応もプラズマの励起特性に影響があるものではないことを示している。このような測定結果は、有機溶媒の酸化による除去が速やかに起こり、発光線を観察しているプラズマ部位では有機溶媒起源の化学種が残留していないためであると推定される。これは C_2 やCN等の分子スペクトルの観察結果¹⁷⁾とも合致する。

4-methyl-2-pentanone (MIBK) を抽出溶媒とし鉄マトリックス試料に対して抽出操作を行ったところ、測定元素それぞれの分配挙動に従って、有機相あるいは水相のどちらかにおいて直線相関のある検量線が得られた。本法は、有機溶媒直接導入においても定量分析に適用できると判断される。

本研究に使用したMIPプラズマ励起源およびその電源部は、(株)日立サイエンスシステムズのご厚意により提供を受けたものである。本研究は、日本鉄鋼協会・学会部門研究会「次世代鉄鋼迅速オンサイト分析法の実用化」における研究費を受けて行われたものである。

文 献

- 1) 佐伯正夫：鉄鋼の迅速分析，日本鉄鋼協会（監修），地人書館，(1998)。
- 2) 石橋耀一：第40回白石記念講座，日本鉄鋼協会，(1999)，21。
- 3) 齋藤公児：第55回白石記念講座，日本鉄鋼協会，(2004)，35。
- 4) 今北 毅：第55回白石記念講座，日本鉄鋼協会，(2004)，105。
- 5) J.A.C.Broekaert: Analytical Atomic Spectrometry with Flames and Plasmas, Wiley-VCH Verlag, Weinheim, (2001)。
- 6) A.T.Zander and G.M.Hieftje: *Appl. Spectrosc.*, **35** (1981), 357。
- 7) K.Niemax, A.Zybin, C.Schnurer-Patschan and H. Groll: *Anal. Chem.*, **68** (1996), 351A。
- 8) C.I.M.Beenakker: *Spectrochim. Acta B*, **31B** (1976), 483。
- 9) Y.Okamoto: *Anal. Sci.*, **7** (1991), 283。
- 10) Y.Okamoto, M.Yasuda and S.Murayama: *Jpn. J. Appl. Phys.*, **29** (1990), L670。
- 11) H.Yamada and Y.Okamoto: *Appl. Spectrosc.*, **55** (2001), 114。
- 12) Y.Okamoto: *J. Anal. At. Spectrom.*, **9** (1994), 745。
- 13) M.Ohata and N.Furuta: *J. Anal. At. Spectrom.*, **13** (1998), 447。
- 14) Z.Zhang and K.Wagatsuma: *J. Anal. At. Spectrom.*, **17** (2002), 699。
- 15) T.Maeda and K.Wagatsuma: *Microchem. J.*, **76** (2004), 53。
- 16) Z.Zhang and K.Wagatsuma: *Spectrosc. Spec. Anal.*, **23** (2003), 361。
- 17) T.Maeda and K.Wagatsuma: *Bioanal. Anal. Chem.*, to be published。
- 18) J.A.Dean: Analytical Chemistry Handbook, McGraw-Hill, New York, (1995)。