

ICP 発光分析法による希土類元素分析のテクニック (その1)

Application Flash

1. 緒言

ICP 発光分析法による希土類元素の分析では、300～450nm 付近に多数の発光スペクトル線が存在する。そのため、分光干渉がなく精度の良い測定をするためには、300～450nm 付近を高分解能に測定できる分光器が必要である。特に希土類元素を主成分とする試料中の微量希土類元素の測定は難しく、測定条件の最適化が非常に重要である。そこで、本報では、高分解能シーケンシャル型 ICP 発光分析装置 ULTIMA2 を用いて、微量の希土類元素を精度良く測定するためのテクニックを紹介する。

2. 実験

2.1. 回折格子の違いによる分解能の比較 (プロフィール確認)

< 分解能とは? >

分光器の性能は、一般的に分解能で表現される。分解能は、半値幅もしくは逆線分散により評価される。半値幅とは、プロフィール測定により得られたスペクトルピークの強度が半分になった時の波長幅を言う。半値幅は小さいほどスペクトルがシャープになり他のスペクトル線と分離できるため、分解能が良いと言える。一方、逆線分散とは、出射スリット上(出口側スリット)で波長がどれくらい分散しているかを示すもので、値が小さい程、分解能が良いことを意味する。以下の式(1)により、逆線分散は求まる。

$$\frac{\lambda}{d \cdot \cos \theta} = \frac{m \cdot f}{m} \quad \dots (1)$$

λ : 逆線分散
 d : グレーティングの溝間隔
 θ : 出射角
 m : 回折次数
 f : モノクロメーターの焦点距離

式(1)から分解能の良い分光器(逆線分散が小さい)は、回折格子の溝間隔が小さく(溝数が多い)、焦点距離が長い程良いことになる。また、高次線程、分解能が良くなる。しかしながら、分解能が良くなっても感度が悪くなる場合がある。焦点距離が長くなるにつれて分光器が暗くなるため感度は低下する。また、高次光の波長を使用しても光強度が弱くなり感度が悪くなることもあるため、分解能、感度のバランスで分光器を選択することが必要である。

< プロフィール確認 >

仕様の異なる 2 種類の分光器(表 1 参照)を使用して、ネオジウム及びセリウムを主成分とする試料溶液中のサマリウムを測定したスペクトルプロフィールを図 1 及び図 2 に示す。

		表 1. 分光器の仕様	
		デュアルグレーティングモード	シングルグレーティングモード
回折格子 1	(G/mm)	4320(1 次光) 120～450nm	2400(2 次光) 120～310nm 2400(1 次光) 310～800nm
回折格子 2	(G/mm)	2400(1 次光) 450～800nm	-
焦点距離	(cm)	100	100
スリット(入口)	(μ m)	20(10 に可変可能)	20(10 に可変可能)
スリット(出口)	(μ m)	15(80 に可変可能)	15(80 に可変可能)
観測方向		ラテラル	ラテラル

ICP 発光分析法による希土類元素分析のテクニック (その1)

Application Flash

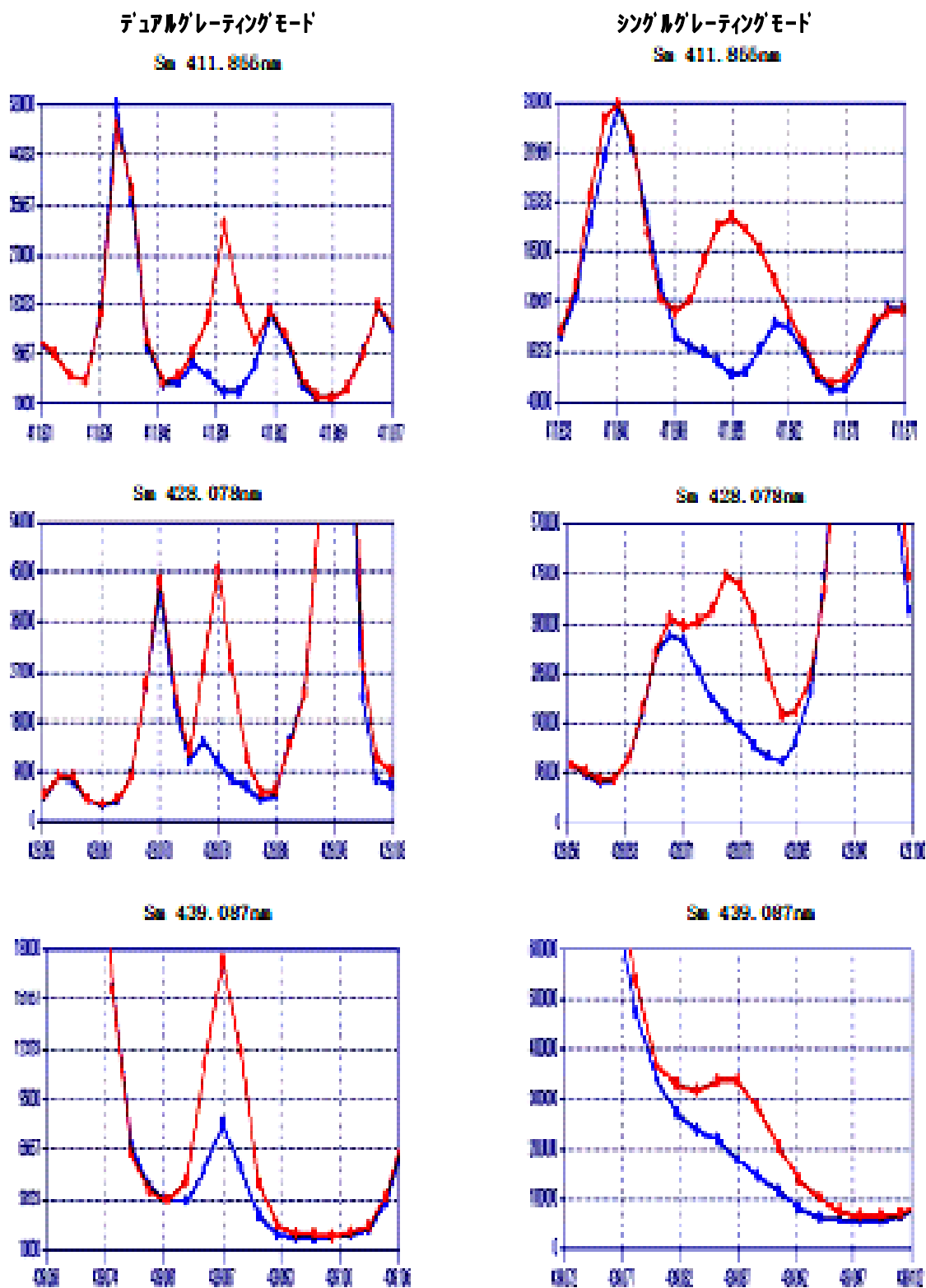


図1. ネオジウム溶液中のサマリウムのプロファイル

ICP 発光分析法による希土類元素分析のテクニック (その1)

Application Flash

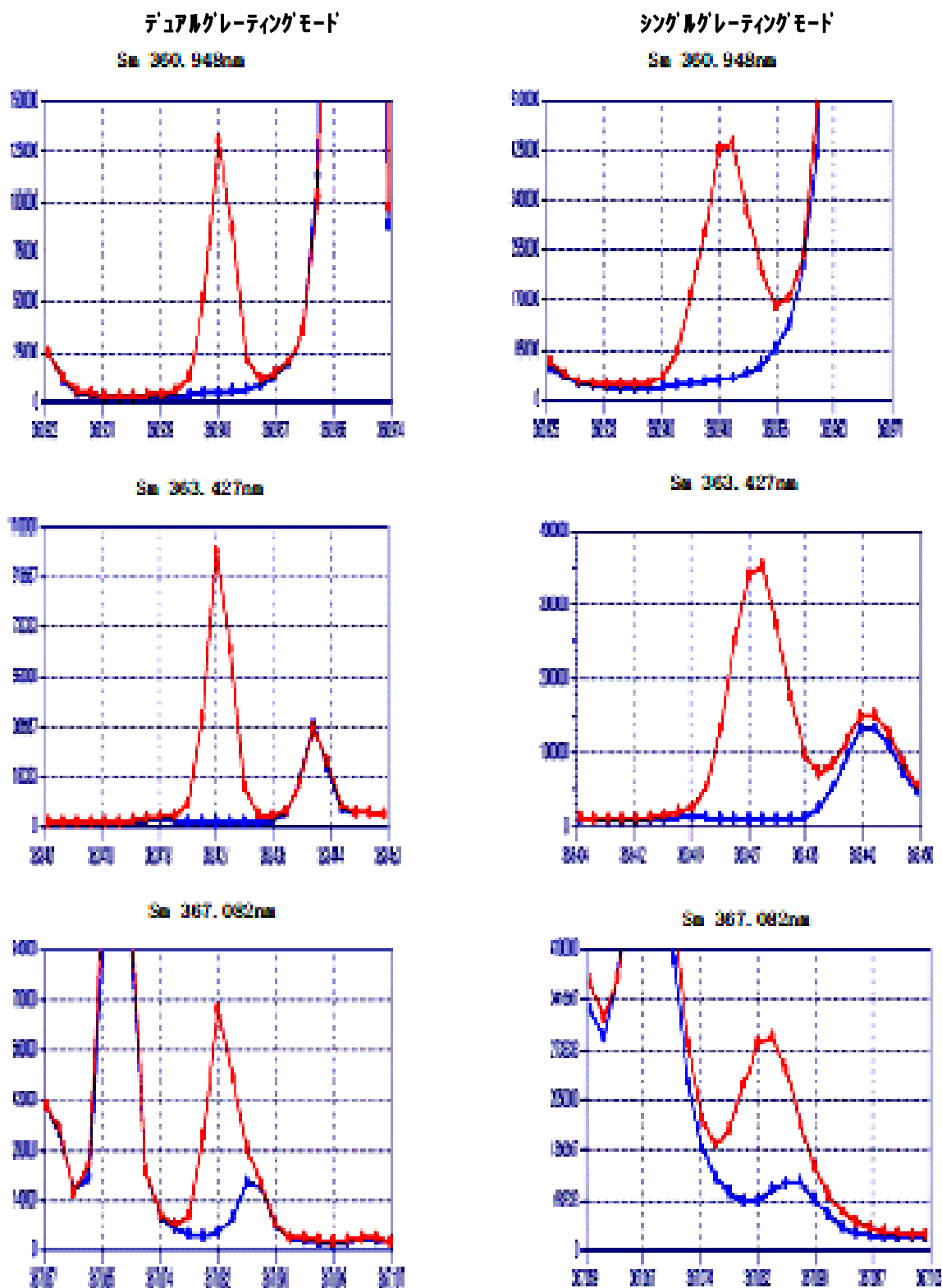


図2 .セリウム溶液中のサマリウムのプロファイル

Bunji Hashimoto, Tokyo, Japan Ikue Takagi, HORIBA, Kyoto, Japan	Date :2009/07/22 ICP-U-010
<u>ICP 発光分析法による希土類元素分析のテクニック (その1)</u> Application Flash	

3. 考察

希土類元素を主成分とする試料中の微量希土類元素の測定を精度良く行うためには、特に高い分解能が得られる分光器を搭載した装置を選択する方が良い。一般的には、エシェル型の CCD 検出器を搭載したマルチタイプではなく、ツェルニターナ型の光電子増倍管を検出器とするシーケンシャルタイプの装置が良い。これは、シーケンシャルタイプの分光器の場合、広い波長範囲で感度の良い光電子増倍管を搭載しているため、焦点距離を長くすることができ、更には分光器の入口側だけでなく出口側にもスリットが設けられているため、バックグラウンド発光の検出を抑えることができるためである。さらには、スリット幅を狭めることで、より分解能を向上させることもできる。これらのメリットを上手く活用し、測定条件を最適化することができれば、一般的に難しいとされる希土類元素の高精度な測定が可能となる。