

ICP 発光分析法による希土類元素分析のテクニック (その2)

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ことは、「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)」で解説をした。ここでは、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における測定条件の最適化について解説する。

2. 実験

2.2. シースガス流量の違いによる感度(SBR比)の比較

弊社オリジナルのシースガス機構(図1および図2参照)は、アルゴンガスをプラズマの中心部へ局所的に送り込み低温部を形成することができる機構である。アルカリ金属測定に有利な低温部を形成することで、原子密度を増加させることにより高感度化することが可能となる。この機構を応用して、プラズマを低温化することにより主成分由来の発光(バックグラウンド発光)を低減させ、結果として、測定対象スペクトル線の感度(SBR: シグナルバックグラウンド比)を向上させることを試みた。シースガス流量 0.2L/min および 0.4L/min の異なる2つの条件で、ユーロピウムを主成分(1%酸化ユーロピウム溶液)とする試料溶液中の各希土類元素を測定したプロファイル結果を図3及び図4に示す。試料溶液中に含まれる各元素濃度は、それぞれ、0, 0.1, 0.5, 1mg/Lである。

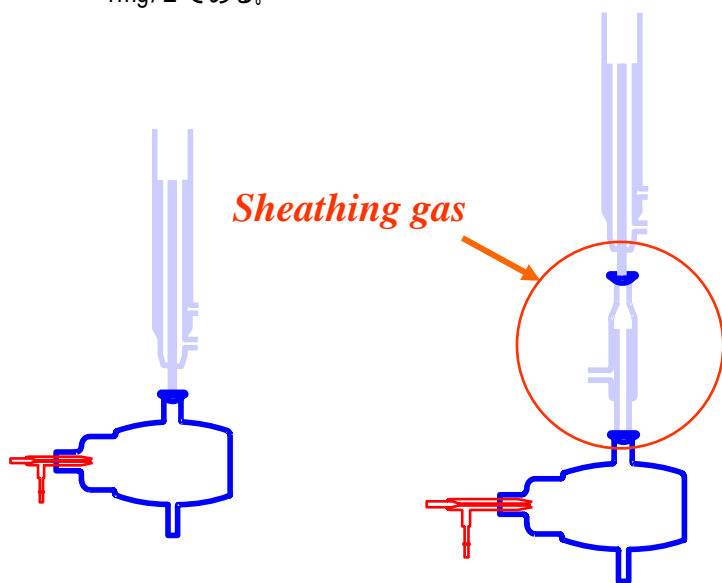


図1. 試料導入システム

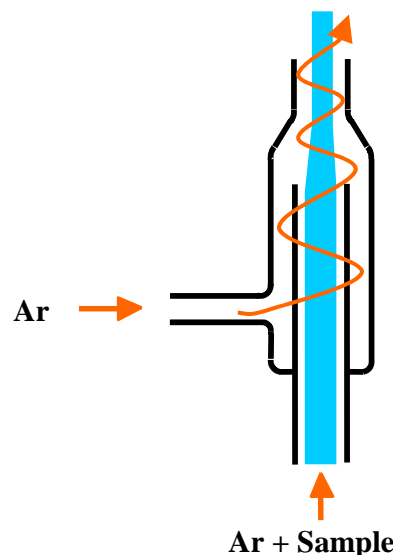


図2. シースガス機構

シーケンシャル型 ICP 発光分析装置(ULTIMA2)測定条件

出力	1200W
プラズマガス	12L/min
シースガス	0.2L/min 0.4L/min (ガス流量を切り替えて測定)
補助ガス	0L/min
ネブライザーガス	0.75L/min(2.5bar)
回折格子	4320G/mm(1次光) 110 ~ 450nm 2400G/mm(1次光) 450 ~ 800nm
分光器	100cm
観測方向	ラジアル
RF 発振周波数	40.68MHz
ポンプ回転数	20 回転/min(サンプル送液ライン)
導入系	同軸ネブライザー/サイクロンチャンバー

ICP 発光分析法による希土類元素分析のテクニック (その2)

Application Flash

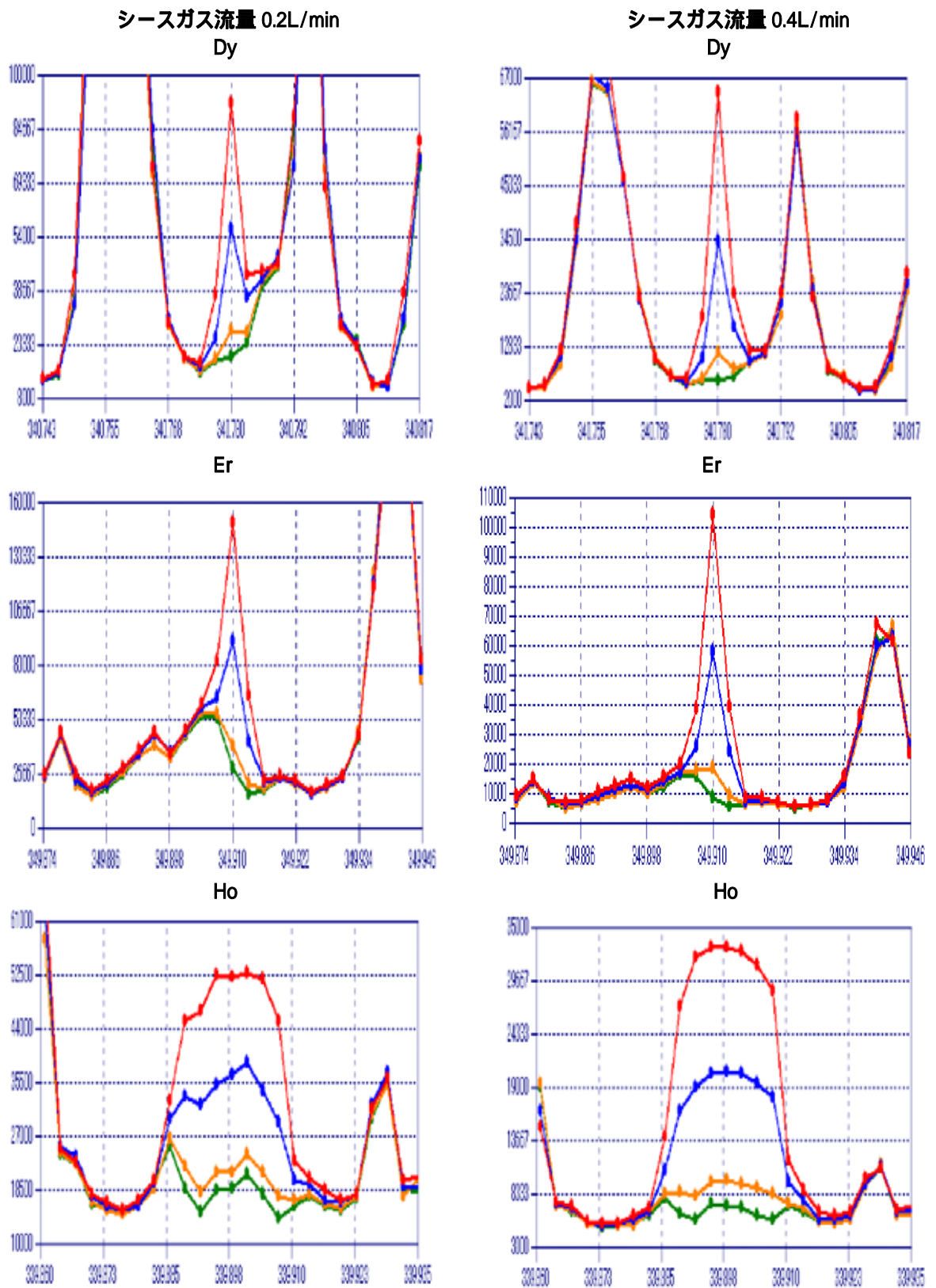


図 3. ユーロピウム溶液中の各希土類元素のプロファイル

ICP 発光分析法による希土類元素分析のテクニック (その2)

Application Flash

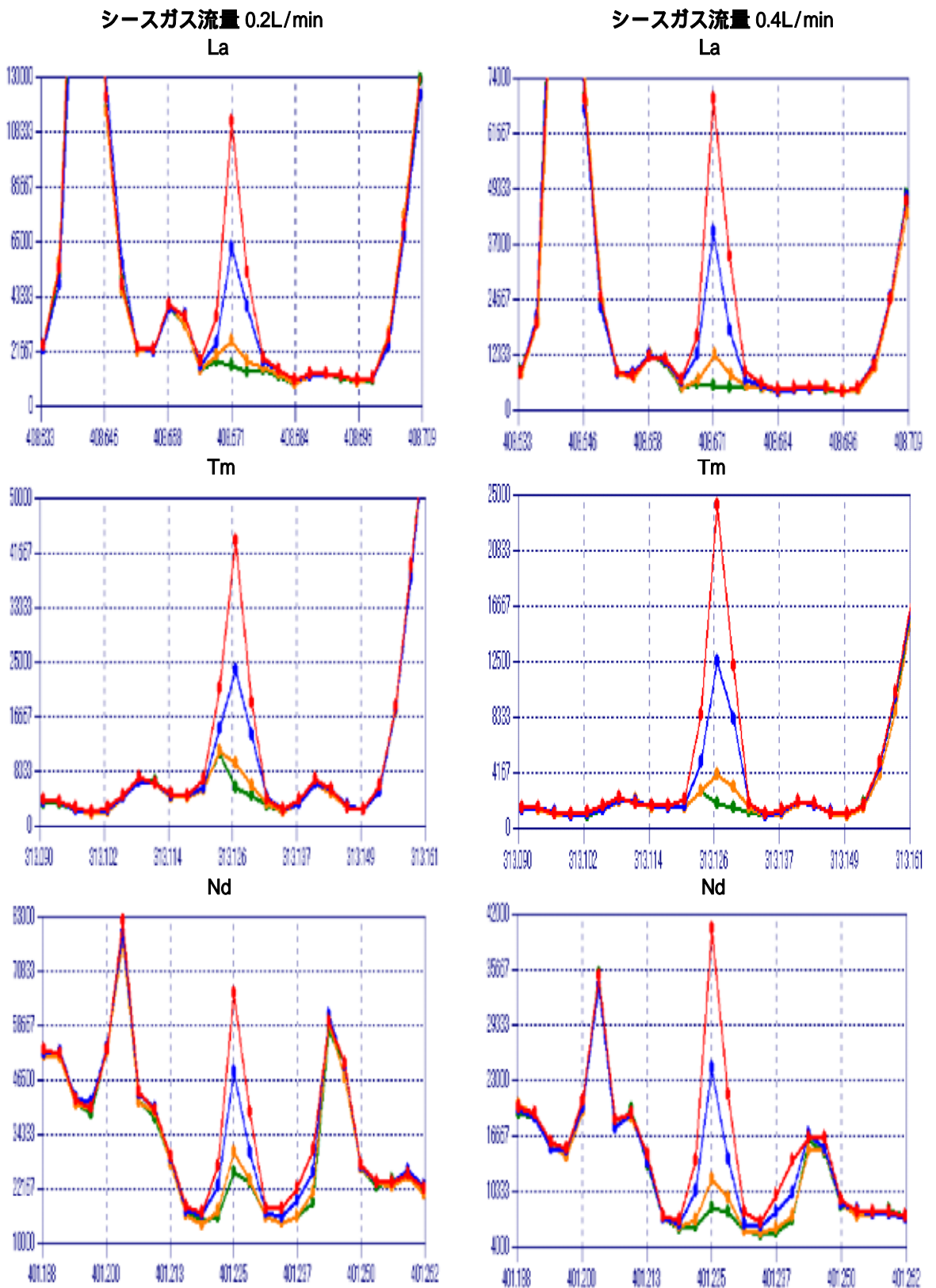


図 4. ユーロピウム溶液中の各希土類元素のプロファイル

ICP 発光分析法による希土類元素分析のテクニック (その2)

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感度良く行うためには、シースガス流量の最適化を行うと良い。主成分由来のバックグラウンド発光強度を抑え、効率良く測定対象元素(波長)を励起できる測定条件を見つける事が重要である。