

遠紫外領域を用いた高マトリックス試料中のリンと硫黄の測定

## Application Flash

## 1. 緒言

190nm 以下の遠紫外領域は、スペクトル線が少なく分光干渉の少ない領域として知られている。遠紫外領域は、比較的スペクトル線が少ないため分光干渉が少なく、複雑なマトリックス試料中に含まれる元素の測定には非常に有効である。しかしながら、この領域は、空気中の酸素による光の吸収があり、また、一般的に使用されているレンズ、窓材が石英で作られているため、190nm 以下の光が吸収されやすく、感度が得られ難い(図. 1 及び図. 2 参照)。そこで本稿では、190 nm より短波長側のスペクトルに対して透過率の高いフッ化マグネシウムを窓材とし、分光器内は酸素による光吸収を抑制するため窒素 5 L min<sup>-1</sup> でパージをおこなうことで、遠紫外領域での高感度測定を試みたので紹介する。試料は鉄と銅を主成分とし、そこに含有するリンと硫黄についてスペクトル干渉の影響をプロファイル測定により確認した。

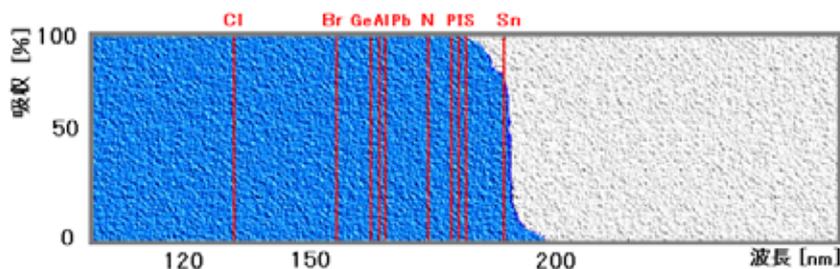


図1. 大気酸素による光(短波長)の吸収

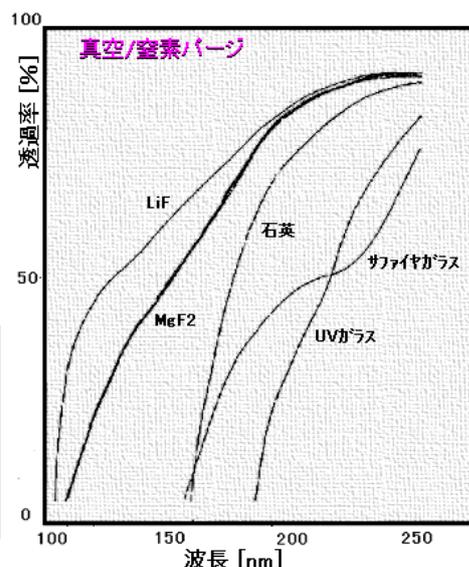


図2. 各レンズにおける光の透過率

## 2. 実験

## 2.1. 試料調製

鉄と銅が各10 g/L含有する溶液に、リン0.5 mg/L及び硫黄 1mg/L を含有するように試料溶液を調製した。これをICP測定用溶液(Sample-Fe, Sample-Cu)とした。

さらにリンと硫黄のピークを確認するために、リン標準液 及び 硫黄標準液1000mg/L (SPEX社製)を純水で希釈して 1mg/Lに調製した。

## 2.2. 装置及び測定条件

ULTIMA2(ICP-OES)測定条件

出力	1200W
プラズマガス	12L/min
シースガス	0.2L/min
補助ガス	0L/min
ネブライザーガス	0.8L/min (2.5bar)
回折格子	4320 G/mm(1 次光) 120 ~ 420nm , 2400 G/mm(1 次光) 420 ~ 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、廃液ライン)
導入系	コニカルネブライザー/サイクロンチャンパー

遠紫外領域を用いた高マトリックス試料中のリンと硫黄の測定

Application Flash

3. 結果と考察

ICP測定用溶液、リン標準液(0.5mg/L)、硫黄標準液(1mg/L)及びブランク液(0mg/L)のプロファイル測定をした。プロファイル測定は3波長で行なった。プロファイル測定結果を図.3に示した。

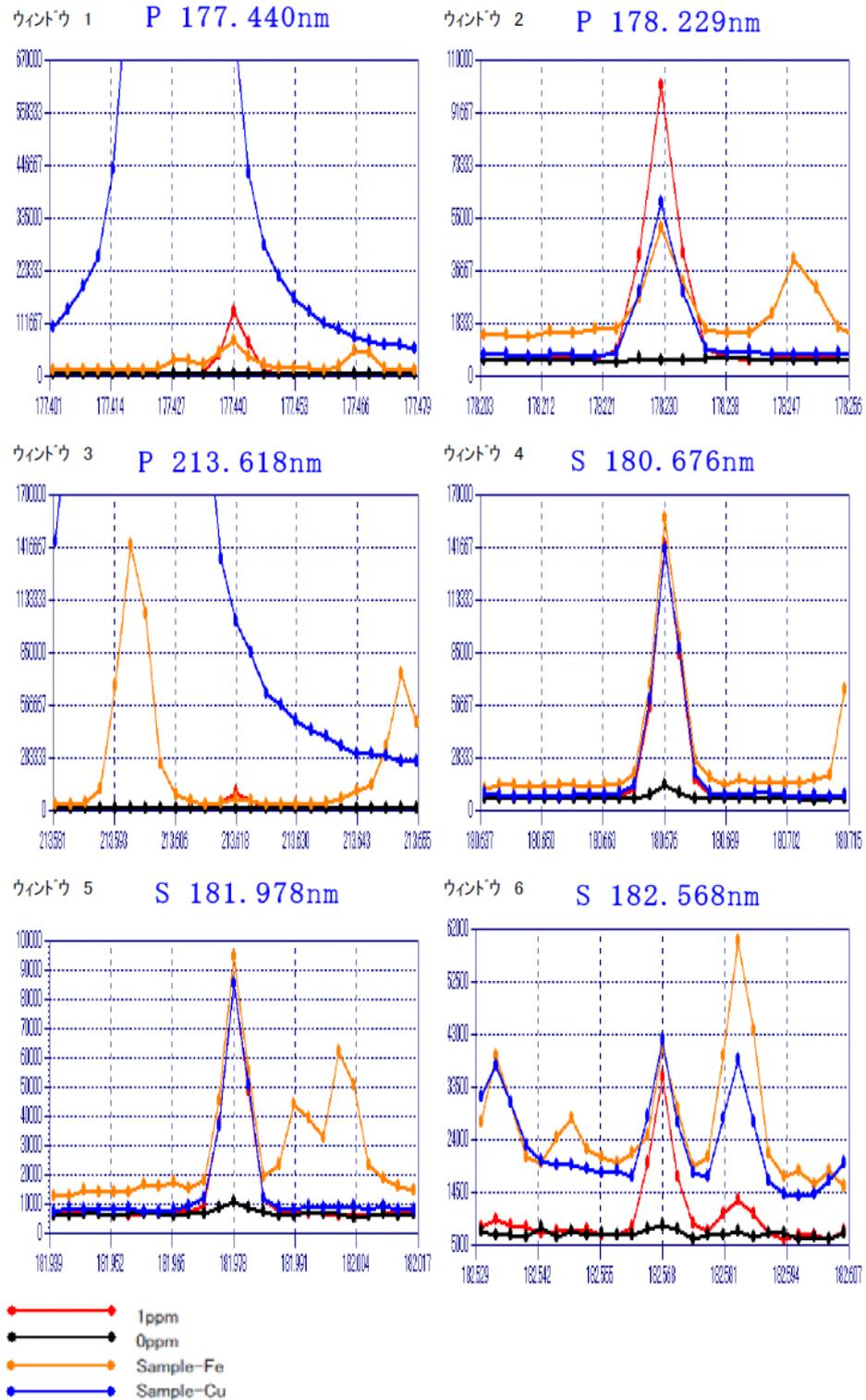


図.3 プロファイル測定結果

遠紫外領域を用いた高マトリックス試料中のリンと硫黄の測定

## Application Flash

プロフィール測定の結果、リン 177.440nm、213.618nm では、銅のスペクトルが重なり、硫黄では 181.978nm、182.568nm で鉄のスペクトルが重なった。リン 178.229nm は、近接するスペクトル線が存在するが、分離して測定できる。硫黄 180.676nm についても鉄の近接スペクトルを分離して測定することができる。また、バックグラウンド強度も小さい。このように、高マトリックス試料に対してシーケンシャル型 ICP 発光分析装置を用いて遠紫外領域での測定を行なうことで、高分解能かつ高感度な測定が可能となる。また、サンプル間のバックグラウンド強度の違いは、バックグラウンド補正を行うことで解決できる。