

## 誘導結合プラズマ発光分光分析計

理学部化学科 榎 崎 久 武

原子分光分析法には原子吸光分析法 (Atomic Absorption Spectrometry)、原子発光分析法 (Atomic Emission Spectrometry) 及び原子ケイ光分析法 (Atomic Fluorescence Spectrometry) の3種類がある。原子吸光分析法 (AAS) は1955年にオーストラリアのA. WalshとオランダのC. T. J. Alkemadeによって創始され、それまでの光電比色計による吸光分析に次第に置換わっていった。原子吸光分析は試料溶液の調製が簡単で、装置も比較的安価であるが、分析しようとする元素ごとに中空陰極ランプを取替えねばならず、定量範囲がランベルト・ベールの法則により限定されるため、濃度の薄い溶液は濃縮し、濃度の濃い溶液は希釈して測定する必要があった。原子発光分析法 (AES) の起源は1860年のドイツのG. R. KirchhofとR. Bunsenのフレイム発光分析の開発にまでさかのぼるが、これまでの発光分析は励起方法に問題があり、定量の再現性に難点があった。1965年にアメリカのV. A. FasselとイギリスのS. Greenfieldは高周波でアルゴンを励起させて、高温で安定なプラズマ光源により、分析しようとする原子をイオン化して発光させることに成功した。原子発光分析の特徴は原子吸光分析より定量範囲 (dynamic range) が広く (ppbから0.1%ぐらいまで)、原子吸光分析では耐火性酸化物を生成して測定困難であったホウ素、アルミニウム、チタンなども陽イオンとして同時に定量できることである。誘導結合プラズマ発光分光分析の欠点は原子吸光光度計に比較して装置が高価なことから、多量のアルゴン・ガスを冷却ガス (coolant)、補助ガス (auxiliary gas) 及びキャリアー・ガスとして使用することである。

平成6年に分析センターに設置されたLeeman Labs社(日本電子輸入販売株式会社・取扱い)のJICP-PSW1000UV誘導結合プラズマ発光分光分析計は測定波長範囲が180~800nmで、分解能は波長200nmで0.0075nm、400nmで0.012nm、600nmで0.018nm、800nmで0.024nmであり、高周波発信器の出力は0.7から2.0kWまで可変で、通常は1kWであり、周波数40.68MHzの高周波でアルゴン・プラズマを生成する。国産の誘導結合プラズマ発光分光分析計は最近発表された日立製作所のP-4000を除き、発信器の周波数はほとんど27.12MHzである。発信器の周波数が高いほどアルゴンの信号に対する

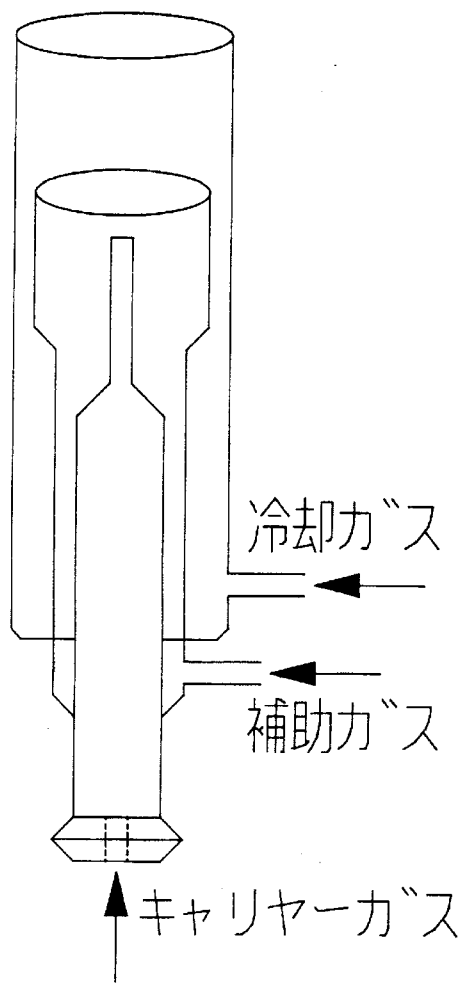


図1 無機用ワンピーストーチの略図

冷却ガス及び補助ガスは右下の側管から螺旋状にトーチの中を舞い上がり、ドーナツ状のプラズマを生成する。

バックグラウンド比 (S/B比) が大きくなり、精度よく定量することができる。実際の操作は14インチのブラウン管を見ながら、キーボードから、すべてコンピュータによって制御される。コンピュータには40メガバイトのハード・ディスクと1.2メガバイトのフロッピー・ディスクが内蔵されている。図1に無機用ワンピース石英トーチを示す。冷却ガス及び補助ガスは図1の右下の2本の側管から螺旋状にトーチの中を舞い上がって、ドーナツ状のプラズマを生成する。試料溶液は0.1から1.5ml/分まで速度可変のペリスタ・ポンプから石英トーチへ垂直にキャリア・ガスとともに噴霧される。光学系は水銀296.73nmの発光線により、20分おきに自動的に最適化される。測定条件、プラズマの点火、分光計の観測位置の調製、プロフィールからのバックグラウンドの位置の調製、検量線の作成及び分析結果はすべてブラウン管の画面に表示され、さらに沖データのMeroline320型高速グラフィック・プリンタに印刷される。付属装置として日本ジャーレル・アッシュの連続法による水素化物発生装置HYD-1があり、ヒ素、セレン、アンチモン等の水素化物生成元素を高感度に定量することができる。またCetac社のU-5000AT超音波ネブライザーによってppbオーダーの高感度定量を行なうこともできる。これまで分析センターの機器には有機化学や物理化学における分子構造や表面解析の機器が多かったが、本装置は同時に設置された誘導結合プラズマ-質量分析計(ICP-MS)とともに無機・分析化学における極微量元素の定量に威力を発揮するものと思われる。