

今回は工業材料の分析によく用いるICP発光分光分析装置について紹介します。

ICP発光分光分析の原理は次のとおりです。6000～10000K<sup>1)</sup>のアルゴンプラズマ中に霧状の溶液試料を導入すると、元素固有の発光スペクトルを生じます。これらのスペクトルから定性・定量分析を行います。定性分析には他に簡便な方法があるので、当センターでは定量分析を中心に行っています。

1) 10000K(ケルビン)は10273.15℃

ICP発光分光分析を行う際は、前処理として試料を溶液化(なるべく酸性水溶液)する必要があります。望ましいのは、硝酸・塩酸及びその混酸による溶液化です。試料の性状に応じて過塩素酸や硫酸を使用することもあります。硫酸は粘性が高く密度も大きいので、できる限り使用量を抑えたいところです。硫酸は後述の物理干渉の原因にもなります。

定量分析を行うには検量線の作成が必要です。水系試料であれば、標準溶液を適当な濃度に希釈して一定濃度の硝酸または塩酸酸性とします。金属材料の場合は、マトリックスとして主成分である鉄や銅、アルミニウム、ニッケル等の高純度金属を溶解したものを準備します。これを実試料と同じ濃度になるように調製したものに、目的元素の標準溶液を段階的に加え、検量線用溶液とします。これをマトリックスマッチングといいます。

分析における問題点としては各種干渉が挙げられます。分光干渉・物理干渉・イオン化干渉などがあり、実試料の分析の際には次のような対応をしています。

分光干渉は、目的元素の分析線に他の元素や分子の発光スペクトルが重なったり、ベースラインが変動したりする現象で



ICP発光分光分析装置



アルゴンプラズマ

す。分光干渉の影響の少ない分析線を選択したり、マトリックスマッチングをすることで補正が可能です。

物理干渉は、試料溶液の粘性・密度・表面張力などの物理的性質によりプラズマへの導入効率に変化する現象のことです。イオン化干渉は、試料溶液中にアルカリ金属などのイオン化されやすい元素が多く含まれたときに、プラズマ内の原子密度とイオン密度のバランスが崩れる現象のことです。物理干渉、イオン化干渉ともに軽減するには、マトリックスマッチングまたは標準添加法が有効です。

試料が樹脂や塗膜の場合は金属材料よりも溶液化が困難です。硫酸による湿式分解、試料を灰化して酸に溶解、マイクロ波加熱分解装置による分解などの方法がありますが、時間と手間がかかる上、熟練が必要です。有機溶媒溶液を装置に導入するとプラズマが不安定になるので、基本的には使用できません。

ICP発光分光分析は、前処理が煩雑で時間がかかりますが、検量線溶液を自分で調製できるので、既存の標準試料がなくても正確な定量分析が可能です。貴金属や希土類も含め非常に多くの元素が測定可能です。真空紫外域に分析線をもつリンや塩素も測定できますので、一般的な工業材料のほか医薬品・食品、鉱物や岩石、生体試料など種々の分野で利用されています。

当センターでの工業材料の分析には、いろいろな装置が用いられます。どの装置を用いるかは、材料の種類・形状や分析の目的によって異なります。

- 納入先を変更した際に、規格から外れていないかをチェックしておきたい。
- 部品に不具合が生じ、成分が原因とは思えないがとりあえず材質を確認したい。

などの場合には、概略分析値が迅速に得られる蛍光X線分析が適しています。

それに対して材料の性質に大きく影響を与える合金元素や不純物元素の数値を正確に定量したいという場合は、ICP発光分光分析による定量を行うこととなります。

それぞれの分析法の長所や短所を把握した上で、適切な方法を選ぶことが大切です。本装置は貸付対象ではなく依頼試験での対応となります。化学・環境担当までご相談ください。

銅合金



鉄鋼



金属試料とそれぞれ溶解した試料