

各種材料の分析評価技術の調査研究

西川 奈緒美*

Research of the Assay of Various Materials

Naomi NISHIKAWA

1. はじめに

近年、材料、電子、医療など幅広い産業分野で、機器分析が発展し、分析技術拡充が進められている。機器分析としては、質量分析、X線分析、分光分析、クロマトグラフィーなどがあり、これらの原理を利用した分析機器が多数ある。当所でも昨年度、新規に当該機器（プラズマ質量分析装置（ICP-MS）、原子吸光光度計（AAS）、波長分散型蛍光 X 線分析装置（XRF）、赤外分光光度計（FT-IR）、X 線回折装置（XRD）、走査型電子顕微鏡（FE-SEM/EDX））の導入が進み、分析体制を整備してきた。これら機器を使用した分析は、品質管理や製品開発で発生する課題を解決するために必要不可欠である。

本報では、新規に導入された機器を用いて、企業ニーズに合った分析を可能にすることと、分析技術の向上を目的とし、県内業種別の機器分析に関する現状と他機関での依頼試験などの現状を調査し、整理を試みた。また、当所に対するニーズを調査し、それらの特徴をまとめ、今後技術相談、依頼試験に役立てられるよう整理した。さらに、これらの調査結果をもとに、分析対象物質を選択し、対象物質についての前処理方法を検討し、導入された機器を用いて機器分析を行った。

2. 分析に関する現状調査

2.1 調査方法

さまざまな産業分野の分析に関する現状を、他機関での依頼試験などの動向についてヒアリング

を行った。また、当所に対するニーズを技術相談内容から調査し、それらの特徴をまとめた。

2.2 調査の結果

2.2.1 ヒアリング調査

当所の金属研究室（桑名市）、窯業研究室（四日市市）、その他近隣公設試等を訪問し、分析に関する現状をヒアリング調査した結果は次のとおりである。

(1) 金属研究室

依頼試験の測定試料は主に鋳物である。その他にはんだ、ワイヤー、フェロシリコン、スラグ、アルマイト電解二次着色液等がある。

分析には主に、誘導結合プラズマ分析装置を利用している。

測定実施元素は主に Mg、Mn、P、Cu であり、その他に Mg、Al、Si、P、Ca、Ti、V、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、Zn、Cd、Sn、Mo、Ag、Ba、W がある。

鋳物中の炭素、硫黄の分析は専用の測定装置（炭素硫黄同時分析装置）を用い、ケイ素の分析は重量法で行っている。

(2) 窯業研究室

依頼試験には定性分析と定量分析を行っており、定性分析には蛍光 X 線分析装置、X 線回折装置を用いている。定量分析には原子吸光分析装置、蛍光 X 線分析装置を用いている。

定性分析の測定試料は、原料から製品まで多種多様のセラミックスおよび粘土などの無機物質である。定量分析の測定試料は、陶磁器原料、耐熱陶磁器素地などである。

(3) 近隣公設試

依頼試験では、定性分析および定量分析を行っ

* ものづくり研究課

ている。測定試料は鉄鋼、非鉄金属（銅、アルミ、亜鉛、はんだなど）、セラミックス、排水である。金属やセラミックスなどの定性分析は蛍光 X 線分析装置を用いることが多い。

定量分析には誘導結合プラズマ発光分析装置を用い、Cu の分析は電解重量法で行っている。その他、陰イオン分析には、イオンクロマトグラフを使用している。

(4)その他

鉄鋼を多く分析する民間分析機関でも調査を行った。非鉄金属を含む金属材料の定量分析には、主に、蛍光 X 線分析装置、原子吸光分析装置、誘導結合プラズマ発光分析装置を用いている。蛍光 X 線分析装置で定量分析を行う際には、検量線作成用標準物質が必要となる。その標準物質を多数所有しており、各種材料に対応できるようにしている。

また、大気分析や水質検査などの環境分析も行っている。

2.2.2 ニーズ調査

当所の技術相談内容からニーズを調査した。ニーズは、次のようなものがあげられる。

- ・製品中の異物成分の定性分析。

対象物の種類は有機材料、無機材料である。対象物は、金属製品、自動車部品、フィルム、食品、オイルなどである。

- ・自社で開発した材料（試料）の組成確認
- ・飲料水などの水溶液に含まれる元素の分析
- ・金属材料中の定性分析および定量分析

異物元素の定性分析については、FE-SEM/EDX で対応している。しかし、設備等に対応不可能な分析については、これまで他の分析機関の紹介を行ってきた。

3. 分析対象物質の選択と定量分析

3.1 対象物質の選択

訪問および技術相談の内容より、金属材料の定量分析がニーズとしてあるということが分かった。また、金属材料の分析は JIS で規格されていることから、今回は金属材料について検討することとした。分析対象物質には、金属材料の一つである黄銅を選択した。分析に供した黄銅は、元素の存在量が既知である認証標準物質を用いた。

3.2 定量分析例

3.2.1 分析機器の選択

新規に導入した装置のなかで、金属元素の定量分析が可能な機器は、ICP-MS、AAS、XRF となる。目的にあった機器を選択するために、それぞれの特徴を表 1 に示す。

XRF を用いた定量には、検量線を作成するため、蛍光 X 線用の標準物質が必要であるが、当所では、対応する標準物質を所有していないため、今回の

表 1 元素分析機器の比較

	AAS	ICP-MS	XRF
試料形態	溶液	溶液	固体
測定可能元素数	67 元素	82 元素以上	80 元素
測定濃度範囲	サブ ppm ~ 数十 ppm	ppt ~ 100ppm	ppm ~ %
定量法	検量線法 標準添加法	検量線法 標準添加法 内標準法	検量線法 FP 法(半定量法)
必要試料量	1 ~ 5ml	0.1 ~ 1ml	-
測定方法	単元素毎測定	多元素同時測定	多元素同時測定
分析時間			
ランニングコスト	安価	かなり高価	高価
取扱い			○

(%)

分析では検量線を用いない半定量法(フ表2) 分析例可能濃度は ppb オーダーであるのに対し、金属

元素	認証値	AAS	ICP MS	XRF
Al	0.514±0.0082	0.507	0.558	0.501
Pb	0.218±0.0027	0.214	0.194	0.236
Fe	0.308±0.0059	0.295	0.420	0.331
Mn	1.940±0.0123	1.965	1.999	2.130

ダメンタルパラメータ法(FP法))によって行った。このFP法は、試料からの蛍光X線量を、装置定数(1次X線分布,入射角など)と物理定数(質量吸収係数,蛍光収率など)を用いて計算で算出する方法であり、組成比が求まる。

検量線を使用する定量分析には、AAS および ICP-MS を用いて、分析を行うこととした。

3.2.2 前処理方法と機器分析

前処理方法は JIS や書籍¹⁾²⁾などで調査するとともに、他機関での前処理方法も参考に選択した。

AAS および ICP-MS 用の溶液試料を作製するためのフローチャートを図1に示す。

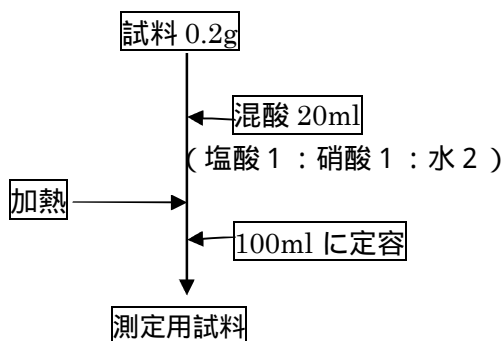


図1 フローチャート

AAS, ICP-MS および XRF を用いて分析を行った。その結果を表2に示す。

XRFには、固体試料を供した。FP法を用いて分析した結果、およそその値を知ることができた。この分析値は計算によって推定された値であり、定量値としては使用できないが、AASやICP-MSの希釈率の算出に応用できる。

表2に示すように、AASを用いて測定した分析値が認証値と近い値を示した。ICP-MSでの測定

材料中の元素含有量は ppm ~ %程度であるため、数回の希釈が必要となる。そのため、希釈による誤差が生じ、認証値から外れた値となったと考えられる。また、検出器に高濃度の元素を導入することは装置への負担が大きくなるため、主成分濃度が高い試料を分析する場合、測定が不可能となる。このようなことから、黄銅のような主成分濃度が高い試料の分析には ICP-MS より AAS が適していることがわかった。

定量分析を行うに当たっては、目的元素の分析が可能であるか、測定可能な濃度範囲をみだしているかなど特徴を理解したうえで方法を選ぶことが必要である。

4. まとめ

訪問でのヒアリング調査および所内相談内容から分析に関するニーズを把握することができた。さらに、それをもとに新規に導入された分析機器を用いて、定量分析を行うことで、定量分析を行うに当たって、目的元素の分析が可能であるか、測定可能な濃度範囲をみだしているかなど特徴を理解したうえで方法を選ぶことが必要であることがわかった。

どの産業分野でも、分析技術に関するニーズは多く、機器分析技術を高めることは重要であると思われる。こうしたことから、得られた調査結果、機器を用いた分析結果をふまえて、分析技術が活かせるよう努めたい。

参考文献

- 1) 平井昭司監修：“現場で役立つ金属分析の基礎”。社団法人日本分析化学会
- 2) 中村洋監修：“分析試料前処理ハンドブック”。丸善株式会社