

マルチ型 ICP 発光分析装置の有効活用と注意

キーワード：金属材料、ICP 発光分析、ポリクロメータ型、マルチ型、JIS、定量分析、分光干渉

1. はじめに

ICP 発光分析装置は、JIS で数多くの定量分析法が規定されており、金属材料の組成分析において大変有用な装置です。

近年、ICP 発光分析装置において、パッシェンリングマウンティング方式の分光器を内蔵するポリクロメータ搭載型に代わって、エシエル分光器と半導体検出器を搭載したマルチ型による多元素同時分析が主流となってきています。ポリクロメータでは、分光器内に、分析する元素毎に最適な分析波長位置に光電子増倍管が配置されているため、1 元素当たり 1 波長の分析となり、分析元素数は限られます。これに対して、半導体検出器では、広波長域をまとめて受光しており、多波長・多元素を同時分析できる特長があります。

ここでは、マルチ型の特長を活かした ICP 分析事例と注意点を紹介します。

2. マルチ型 ICP による分析適用例

フェライト系ステンレス鋼の組成分析では一般的に Ni や Cu は分析対象としませんが、それらを含有了した類似のステンレス鋼の材種判別も求められることが多く、当所では Ni と Cu も併せて分析を行っています。特に近年では、海外製を含めた材料の調達や材種の多様化もあり、想定外の含有元素についても分析する必要性が高まっています。

一例として、マルチ型の長所を活かし、ステンレス鋼を判別できた事例を紹介します。Ni の分析では一般的に高感度で分光干渉が小さい Ni2316 領域 (Ni の 231.6nm ピーク波長での分析領域を表す、以下、同様に表記) のみを利用しますが、マルチ型の多波長同時分析を応用して想定外の含有元素を探るため、分光干渉が大きい領域についても分析してみました。図 1 は、一般的なフェライト系ス

テンレス鋼として持ち込まれた材料の Ni3619 領域の波長プロファイルです。同図に示すとおり、JIS に規定されるステンレス鋼 (日本鉄鋼標準物質 JSS650-9、Ni:0.39%) では、Ni361.939nm にピークを示します。しかし、当該材料では、全く異なるプロファイルを示しました。この要因を解析してみると、このピークは Nb361.951nm のものであり、通常のフェライト系ステンレス鋼には含有しない Nb を含んでいることがわかりました。さらに、同様に多元素同時分析機能を活用することで、Cu の含有も確認し、本材料はフェライト系ステンレス鋼に Cu と Nb を添加した特殊鋼であることが判明しました。

一般的に材種の確認では、決められた元素のみを対象として分析を行います。試料に分析対象外の元素が含まれている場合、誤った材種と判定してしまう可能性が大きくなりますので、注意が必要です。

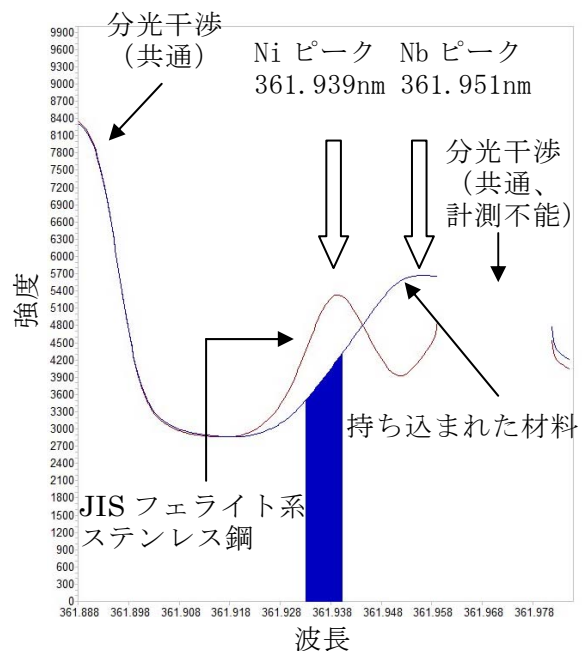


図 1 Ni3619 領域での波長プロファイル

3. マルチ型 ICP に特有の注意点

マルチ型では広い波長を受光するため、分光干渉以外に、半導体検出器内の検出素子配列に起因する特有の妨害（ブルーミング）が生じることがあります。その一例として、炭素鋼や低合金鋼に含まれる微量 Cu の分析事例を紹介します。

Cu は一般的に高感度の Cu3247 領域で分析します。図 2 は、高純度 Fe に Cu の添加量を変えた場合 (0, 0.004, 0.01, 0.02%) の Cu3247 領域での波長プロファイルです。Cu324.754nm のピーク位置の右近傍に他元素による妨害ピークが認められ、Cu のみのピーク強度が得られません。このプロファイルについて分光干渉を調べたところ、鉄鋼材料に含まれる元素に由来するものは見当たりませんでした。

分光干渉以外の影響因子を調べるため、半導体検出器のフルフレームイメージ（受光状態）を解析しました。図 3 は、Cu3247 領域付近の素子配列の拡大表示です。CID 素子が基盤目状に配列され、図の左から右に、また下から上に向かって順に低波長から長波長に対応した素子配列となっています。ここでは、受光量の大きい波長領域は黒色で表示されています。図 3 の青く囲んだ Cu3247 領域において、左端と中央下部で受光量が大きくなっており、これらはそれぞれ図 2 のプロファイルの左端の分光干渉と Cu324.754nm ピーク位置の右近傍の妨害として表れ、左端の分光干渉は主成分元素に由来する Fe324.718nm の影響であり、下方の妨害は干渉の抑制のために添加した内標準元素に由来する Y321.6nm の影響であることが判明しました。Cu3247 領域に対する Y321.6nm の妨害は、ポリクロメータ型にはない半導体検出器特有のブルーミングによるものです。このような現象は金属分析において分析溶液中の元素濃度が高く（すなわち含有量が多く）受光量が多くなる場合に生じやすく、注意する必要があります。最終的に本分析では、分光干渉が小さくブルーミングによる妨害もない Cu2112 領域を選択することで明確に分析することができました。

4. おわりに

マルチ型 ICP 発光分析装置は、金属材料の多元素同時分析ができる大変便利なツールです。しかし、その利用にあたっては、分析の原理と装置の特性を正しく理解することが重要です。当所では多種多様な金属材料の分析でのノウハウを有しており、それらを活用して技術相談や依頼分析を行っています。皆様からのお問い合わせ、ご利用をお待ちしております。

参考文献

1) 岡本 明：大阪府立産業技術総合研究所報告、No. 26 (2012) 33.

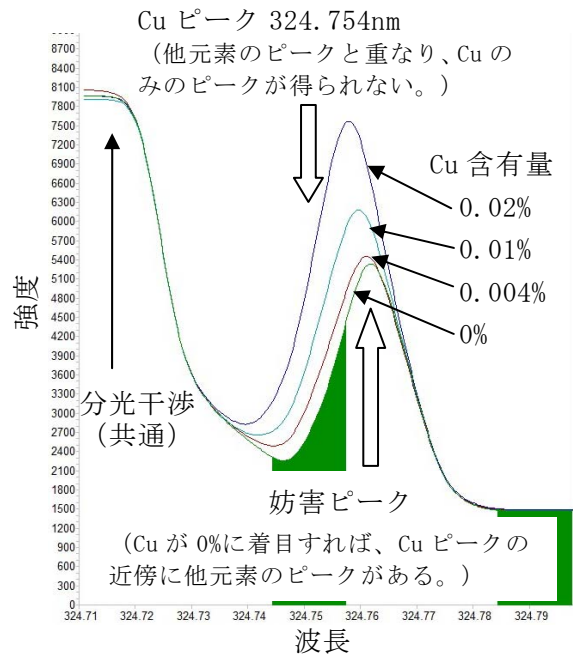


図 2 Cu3247 領域の波長プロファイル

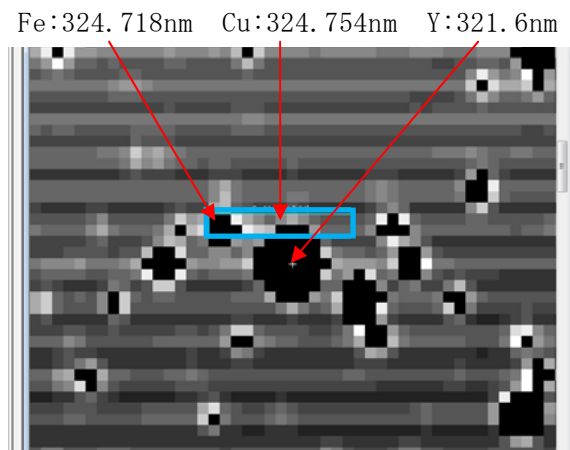


図 3 Cu3247 付近の半導体検出器の素子配列と受光状態