技術レター

ICP 分析の高精度化に関する研究 (マトリックス元素の影響)

皆川　森夫*　五十嵐　宏*

Study on high accuracy in ICP spectrometry
(Influence of a matrix element on analytical quantities)

MINAGAWA Morio* and IKARASHI Hiroshi*

1. 緒　言

ICP 分析(誘導結合プラズマ発光分光分析)は，鉄鋼の分析で一般に使われる分析方法である。しかし ICP 分析には干渉の問題があり，それを緩和させる一つの方法に，マトリックスマッチング(検量線試料に分析試料と同レベルのマトリックス元素を添加すること)がある。

今回，濃度既知であるステンレス鋼標準試料を対象に，マトリックス成分が測定値に及ぼす影響について検討した。

2. 実験方法

2.1 分析試料と対象元素

・分析試料：ステンレス鋼標準試料
（日本鉄鋼認証標準物質 JSS651－12）
・分析対象元素と表示化学成分は表 1 のとおりである。

2.2 使用機器

・プラズマ発光分光分析装置 Vista－MPX
ST アキシャル仕様
（セイコーインスツルメンツ㈱製）

2.3 試料の調製

試料は JIS G 1217 鉄及び鋼－クロム定量方法「5.5.1 試料溶液の調製」を参考に調製した。

表 1　標準試料の表示化学成分(%)

Cr	18.26
Ni	9.03
Mo	0.054

図 1 にその流れを示す。硫酸，りん酸，硝酸は試薬特級を用い，3 試料調製した。

3. 検量線の作成

前項 2.3 で調製した溶液の Cr，Ni，Mo，Fe の濃度を概算すると Cr 18ppm，Ni 9ppm，Mo0.5ppm，Fe 70ppm となる。

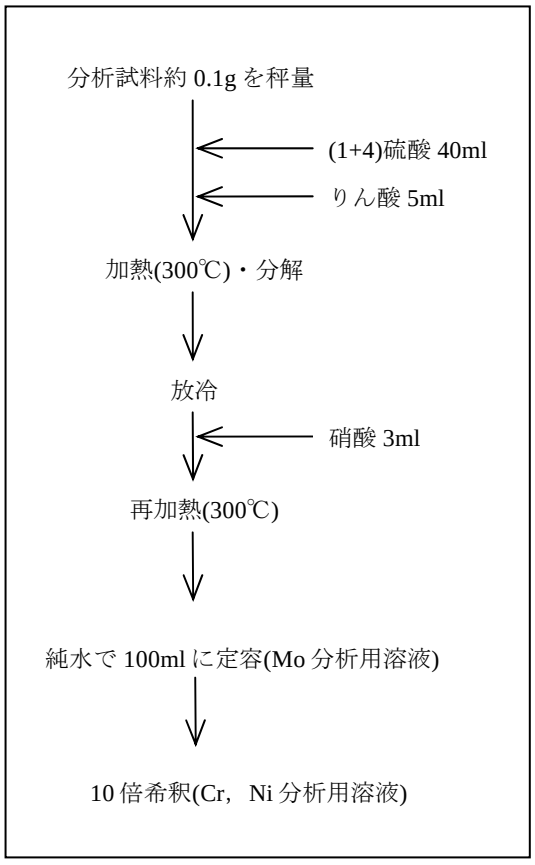

図 1　試料の調製方法

* 上越技術支援センター

これらの元素の濃度を考慮し，検量線に用いる 2 点の濃度を表 2 のように決めた。

検量線を作成するための各元素は，分析用金属標準液を使用した。なお，Fe 成分を入れないものを検量線 A とし，Fe 成分を入れたものを検量線 B とした。

また標準液を調製する際，試料溶液と同様に酸レベルを合わせるために，硝酸 5ml を添加し，100ml に定容した。

表 2　作成した検量線の種類と濃度

	検量線 A (Fe なし)		検量線 B (Fe あり)	
元素	① (ppm)	①/10 (ppm)	① (ppm)	①/10 (ppm)
Fe	－	－	100	10
Cr	20	2	20	2
Ni	10	1	10	1
Mo	5	0.5	5	0.5

表 3　Cr の定量値(%)

	検量線 A (Fe なし)			検量線 B (Fe あり)		
波長 (nm) / 試料	205.560	205.560	206.158	205.560	206.158	267.716
①	18.09	18.09	18.14	18.00	17.92	18.01
②	18.12	18.12	18.22	18.37	18.39	18.16
③	18.34	18.34	18.42	18.29	18.33	18.29

表 4　Ni の定量値(%)

	検量線 A (Fe なし)			検量線 B (Fe あり)		
波長 (nm) / 試料	216.555	221.648	231.604	216.555	221.648	231.604
①	8.98	8.99	8.95	9.00	8.99	8.99
②	8.99	9.04	8.99	9.23	9.24	9.24
③	9.13	9.16	9.08	9.09	9.13	9.13

表 5　Mo の定量値(%)

	検量線 A (Fe なし)			検量線 B (Fe あり)		
波長 (nm) / 試料	202.032	203.846	204.598	202.032	203.846	204.598
①	0.062	0.061	0.062	0.062	0.061	0.061
②	0.060	0.059	0.061	0.059	0.060	0.060
③	0.060	0.059	0.060	0.060	0.060	0.059

表 6　分析結果

		検量線 A (Fe なし)			検量線 B (Fe あり)		
表示化学成分 (%)		分析値 (%)	差(※) (%)	分散 (%^{2})	分析値 (%)	差(※) (%)	分散 (%^{2})
Cr	18.26	18.21	0.05	0.01	18.20	0.06	0.03
Ni	9.03	9.03	0.00	0.00	9.12	0.09	0.01
Mo	0.054	0.060	0.006	0.000	0.060	0.006	0.000

(※) 差=｜分析値－表示化学成分｜

4.　定量操作と結果

Cr，Ni，Mo について，各元素それぞれ 3 本の波長の異なる発光スペクトル線によって定量した。またその際，各元素の発光スペクトル線が分光干渉を受けていないことを確認した。定量結果を表 3，4，5 に示した。

5.　分析結果

前章 4.で得られた 3 試料 9 個の定量値を平均し，分析値とした。各元素の標準試料の表示化学成分と検量線 A，B より得られた分析値，その差および分散を表 6 に示した。

6.　結　　言

Fe マトリックスの有無によって，分析値，分散には差が見られなかった。従って，実際の分析にあたっては，Fe の影響を考慮しなくてよいことがわかった。