



ORIST

Technical Sheet

No. 01007

発光分光分析法

キーワード：励起、発光、スパーク放電、誘導結合プラズマ(ICP)、金属材料、定量分析

はじめに

各種機械・金属製品にはその用途に応じてさまざまな金属材料が用いられています。そのため、これらの製品が目的とする組成で造られているか品質管理を行う必要があります。特に最近では、海外からの輸入品が多くなってきており、品質管理の重要性はより高まっています。また、製品の使用にあたり、何か予期しない問題(例えば、破損や腐食)が発生した場合、その製品の材質に問題がないかを調べるのが求められます。

これらの製品の組成分析は製造元で行われることが望ましいですが、機器が高価である、人手不足、ノウハウの欠如などの理由により分析が行われないことがあります。当所ではこれらの問題に 대응べく、発光分光分析法を用いた金属材料の組成分析を依頼試験で行っています。ここでは、金属材料の組成分析の代表例として、スパーク放電発光分光分析法と高周波誘導結合プラズマ(ICP)発光分光分析法を紹介します。

発光分光分析法とは？

原子に何らかの方法でエネルギーを与えると、殻外電子があるエネルギー準位からそれより高い準位に上がります。これを励起といいます。この励起状態から再び下のエネルギー準位に戻る際、スペクトル線(波長 λ の光)を放射します。これを発光といいます。以上を模式的に表したものを図1に示します。この発光スペクトルは原子に固有の波長を示すことから、この光を分光器で選別して計測することによって、試料の構成元素の種類と量を知ることができます。

定量分析については、あらかじめ含有量既知の標準試料によるスペクトル線の強度を求めておき、これと未知試料のスペクトル線強度を比較することによって含有量が求められます。

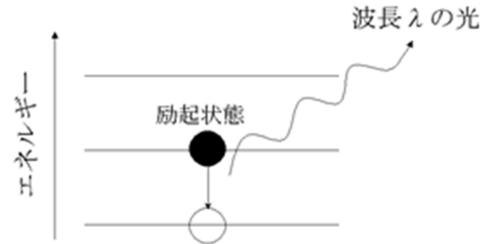


図1 原子の励起と発光

スパーク放電発光分光分析法

この分析法は、分析試料を電極の一端としてスパーク放電を起こさせ、それで得られる発光スペクトルを解析することによって定量分析を行う方法です。当所には外観を図2に示す(株)島津製作所製の発光分析装置 OES-5014 を設置しています。この装置は $\phi 14$ より大きい平面を有する試料であれば試料中の多くの元素を同時にしかも迅速に微量成分から高含有成分まで分析できる大きな特徴を持っています。ところで、スパーク放電発光分光分析法で得られる分析情報は表面から $10 \mu\text{m}$ 程度であるため、表面に汚れ、めっき層、浸炭層、脱炭層などがあると誤った分析値となります。このような場合は表面層を除去する前処理が必要となります。また、分析誤差を招かないために分析試料と合致した標準試料の採用と適正な分析手順が重要です。当所で組成分析を行っている金属材料として、炭素鋼、低合金鋼、ステンレス鋼を代表とする高合金鋼、鋳鉄、アルミニウム合金、亜鉛合金などが挙げられます。特に日本工業規格(JIS)に該当する材質のものについては、その多くを網羅しています。

例として、白銑化鋳鉄中のマグネシウムの定量分析について紹介します。7個の標準試料を用いてマグネシウムの検量線を作成した結果を図3に示します。横軸がマグネシウムの含有量、

縦軸が発光スペクトルの強度を表します。発光スペクトルの強度はマグネシウム量と比例関係にあることがわかります。例えば、ここで分析試料の発光スペクトルの強度が60と得られれば、図3の直線から読み取って分析試料のマグネシウム量は0.043%であることがわかります。このような操作はほとんど付属のコンピューターによって行われます。



図2 スパーク放電発光分光分析装置の外観

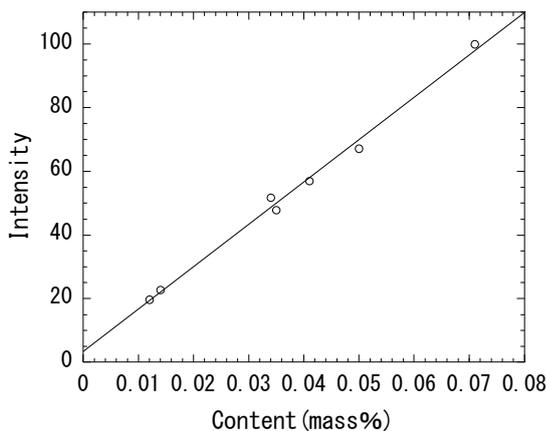


図3 Mgの検量線

高周波誘導結合プラズマ(ICP)発光分光分析法

スパーク放電発光分光分析装置では、薄い試料や線材、小さい試料、形状が複雑で平面が取れない試料などは組成分析を行うことができません。またJISに定められていないような合金系についても、それに対応する標準試料がなければ、組成分析を行うことができません。

これらの問題を抱える分析試料については、ICP発光分光分析装置が適しています。当所で

は外観を図4に示す(株)島津製作所製の高周波プラズマ発光分光分析装置ICPS-2000を設置しています。この方法で測定を行う場合、標準試料および分析試料はともに溶液として準備する必要があります。コイルに高周波をかけて発生させたプラズマトーチ中にこれらの溶液を噴霧し、得られる発光スペクトルを解析することで元素の定量分析を行います。

ICP発光分光分析法の特徴として、高感度であることが挙げられます。通常、金属材料では、ppmオーダーまで分析することが可能です。また、検量線の直線範囲が広いいため、ppmレベルの微量成分から主成分まで分析できます。また、共存元素の影響が少なく高精度の分析方法です。

この分析法では酸などを用いて試料を溶液にするため、分析前処理が煩雑で、また、ノウハウを必要とする場合があります。例えば、溶液にする際に沈殿物や溶け残りなどの残さが生じた場



合、さらに別の方法で残さを溶解しなければなりません。

図4 ICP発光分光分析装置の外観

おわりに

以上に当所で行っている2種類の発光分析法について紹介しましたが、これらの分析法では組成分析できない場合もあります。例えば、全く材質不明の金属材料には簡単に対処することができません。当所ではこのような場合でも他の分析装置を併用しながら依頼試験を行っています。詳しくは、金属分析・表面改質研究室までご相談ください。

発行日 2001年9月28日

作成者 金属表面処理研究部 金属分析・表面改質研究室 岡本 明