

ICP発光分析におけるマトリックスマッチングについて

1. はじめに

材料の定量分析を行なう際に、測定法の有する精度と誤差の要因は何かを把握しておくことは重要です。ここでは、当研究所で行なっている定量分析の一つである ICP 発光分析法における誤差の要因と、測定精度を上げるために行なうマトリックスマッチング(試料の主成分、および前処理に用いた酸、塩類について、種類と濃度を合わせること)の重要性について紹介します。

2. ICP 発光分析法について

ICP 発光分析法では、試料を酸分解して溶液化した後、アルゴンのプラズマに導入し、プラズマ中で励起された原子やイオンの発光により分析を行ないます。励起源であるアルゴンのプラズマが 6000K ~ 8000K と高温であるため、高感度である、自己吸収が少なく検量線の直線性が良い、化学的干渉がほとんど無いなどの特長があります。

ICP 発光分析法で問題となるのは、主に分光干渉と物理干渉です。分光干渉とは、一つの元素が多数の発光線を有するため、溶液中に含まれる元素の発光線同士が重なり、強度に影響を及ぼすことです。分光干渉を小さくするために、ICP 発光分析装置の光学系は精密に作られています。そのため、室温が変化すると、装置の熱膨張により光路長がわずかに変化し、誤差の原因となることがあります。

また、物理干渉とは、異なる調製条件の溶液をアルゴンプラズマに導入する際、溶液中の酸、または塩濃度の差により噴霧効率が変化し、発光強度に影響を及ぼすことです。

これらの干渉による影響を軽減し、精度良く定量分析を行なうためには、溶液調製条件を一致させるマトリックスマッチングが不可欠です。

3. 塩濃度による発光強度の変化

試料溶液に塩化ナトリウムを添加し、Na 濃度の違いが発光強度に与える影響を調べました。発光線は、Fe 259.940 nm、Cu 324.754 nm、および Cu 224.700 nm を選択しました。試料溶液は、いずれも Fe, Cu 1 mg/L、酸濃度については硝酸 0.1 mol/L に調製し、Na 濃度が 0 mg/L のときの発光強度を 1 とした場合の相対強度を求めました。

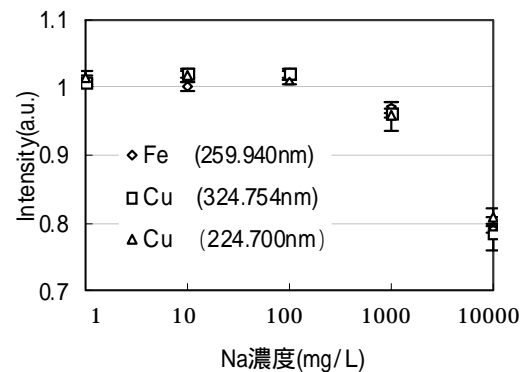
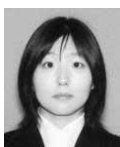


図 塩濃度による発光強度変化

図より、試料溶液中の Na 濃度が 10^3 mg/L 以上では、発光強度が低下することがわかります。この低下の割合は、波長や元素の種類によらずほぼ一定であるため、近接する発光線による分光干渉ではなく、塩濃度の違いによる物理干渉であることが示唆されます。このように、溶液中に分光干渉を起こす元素が含まれていなくても、塩濃度が高い試料ではマトリックスマッチングを行なう必要があります。

4. まとめ

未知試料の定量分析を行なう際、マトリックスマッチングは重要な操作です。一方、定性分析は簡易である反面、定量分析のような補正が出来ないため、分析値の信頼性は低くなります。当研究所では定性・定量分析のどちらにも対応していますのでご利用ください。



工業技術部 材料技術室 藤原 梨斉 (0566-24-1841)
 研究テーマ : 光触媒性能評価における VOC 簡易発生法
 担当分野 : 金属材料分析