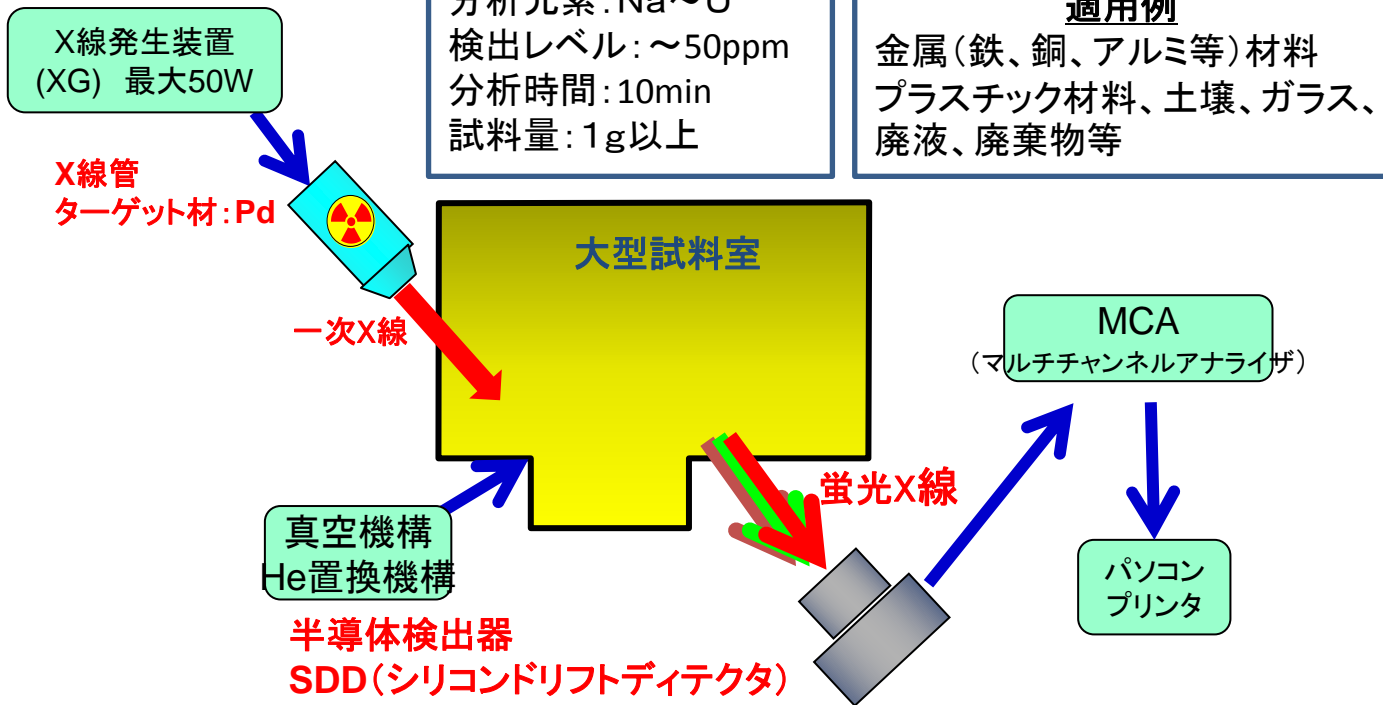


組成分析 (蛍光X線分析)

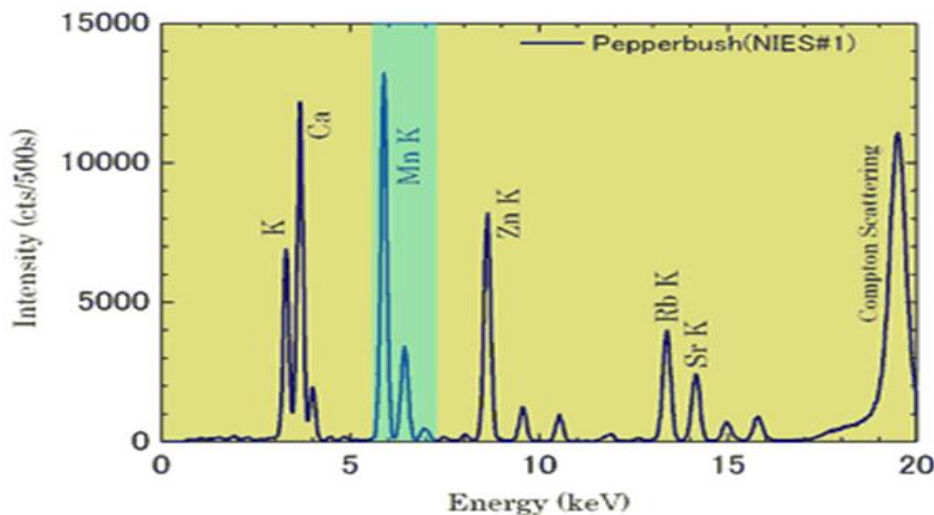
蛍光X線分析

試料カップ(底面にフィルムを張った)に試料(液体、粉末、塊)を入れ、装置内試料室に導入する。一次X線を下面から照射し、試料から発せられる蛍光X線のエネルギーを半導体検出器で検出し、元素の定性分析を行う。

原理/装置構成



土壌標準試料の分析(蛍光X線スペクトル)



組成分析 (蛍光X線分析)

分析例1 検量線法によるブラウン管ガラスの組成分析

項目	単位	試料	
		A	B
Na	wt%	3.2	1.3
K	wt%	4.8	6.0
Si	wt%	25.4	16.4
Pb	wt%	0.03	0.05

標準試料を用いて検量線を作成し、定量分析を行いました。

分析例2 ファンダメンタルパラメーター法による液晶パネルガラスの組成分析

	液晶パネルガラスA	液晶パネルガラスB
Na ₂ O	0.03	<0.01
MgO	0.4	<0.01
Al ₂ O ₃	19	18
SiO ₂	65	64
CaO	9.8	6.8
ZnO	<0.01	0.5
Fe ₂ O ₃	0.02	0.02
SrO	5	5.9
As ₂ O ₃	<0.01	0.9
ZrO ₂	0.02	0.04
BaO	0.6	2.7
SnO ₂	0.2	0.1
Sb ₂ O ₃	0.03	0.5

測定X線強度と理論X線強を対比して含有量を求めるファンダメンタルパラメーター法(FP法)を用いて定量分析を行いました。

単位: wt%

組成分析 (蛍光X線分析)

分析例3 混合標準水溶液(100ppm溶液)

原子吸光分析用標準溶液を希釈調製した混合標準溶液を蛍光X線分析(ファンダメンタルパラメーター法:FP法)を用いて定量分析した。標準値と良く一致した分析値が得られた。

	A l	C r	M n	F e	C u	C d	P b
標準値	100	100	100	100	100	100	100
分析値	107	99.7	95.8	94.2	94.6	118	96.4

単位:mg/L

応用

- ・廃液(酸溶液、アルカリ溶液、有機溶剤、油)中の有害金属成分の分析
- ・液体製品のRoHS物質の分析
- ・重油、灯油中の硫黄分の分析

分析例4 JR-3標準岩石の分析

地球科学(岩石)標準試料のJR-3(流紋岩)を蛍光X線分析(ファンダメンタルパラメーター法:FP法)を用いて定量分析した。標準値と良く一致した分析値が得られた。

	N a ₂ O	M g O	A l ₂ O ₃	F e ₂ O ₃	M n O	P ₂ O ₅	P b
標準値	4.6	0.05	12	5	0.08	0.02	0.003
分析値	3.9	0.04	11	4	0.07	0.04	0.003

単位:wt%

応用

- ・重金属汚染土壌(Pb汚染土壌など)の含有量分析

組成分析 (ICP質量分析)

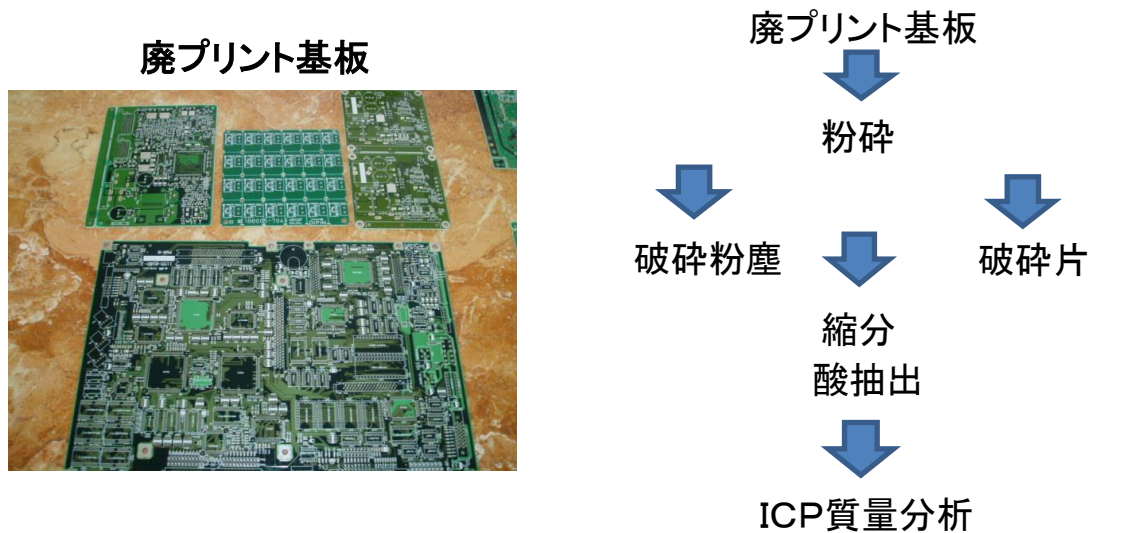
ICP質量分析

ICP-MSは、高感度な多元素分析を高いサンプルスループットで実現する元素分析装置です。プラズマ(ICP)をイオン源として使用し、発生したイオンを質量分析部(MS)で検出します。周期表上のほとんどすべての元素を同時に測定可能であり、測定元素についてサブ ng/L (ppt) の濃度レベルで測定できます。また、定性分析、半定量分析、定量分析を実行でき、質量分析であるため同位体比測定も可能です。

適用

- ・水溶液中の微量元素の定量分析
- ・材料中の不純物(金属元素)分析

分析例 廃プリント基板中のレアメタル、レアアースの半定量分析



単位mg/Kg

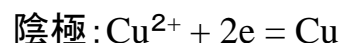
	破碎粉塵	破碎片		破碎粉塵	破碎片
A g	100	100	L a	100	—
A u	20	1	N d	400	—
C d	1000	100	P r	100	—
C o	400	30	E r	4	—
C u	10000	200000	G d	20	0.4
P b	8000	5000	T b	4	—
S n	6000	20	H o	4	—

組成分析 (電解重量分析)

電解重量法

電気分解によって、溶液中の銅イオンを白金ネット上に金属銅として析出させ、その重量を秤量して試料銅材の銅含有量を求める方法です。純度分析に用いられ、JIS H 1051 銅及び銅合金中の銅定量方法、JIS H 1552 りん銅地金分析方法、JIS H 1011 電気銅地金分析方法、JIS M 8125 粗銅地金中の銅定量方法に規格化されています。

電極における反応は以下の通りです。



分析例

リサイクル銅線の純度分析

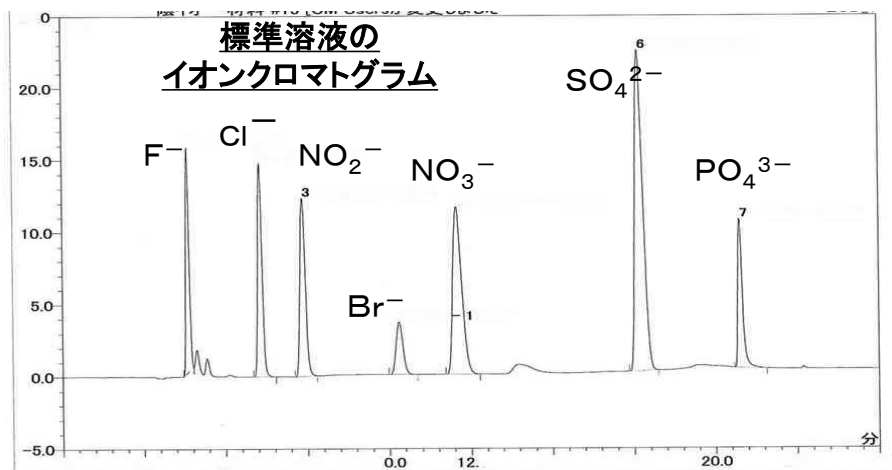
試料／項目		Cu(%)
①電極材銅箔A	n1	99.87
	n2	99.86
②電極材銅箔B	n1	99.95
	n2	99.89
③電極材銅箔C	n1	99.90
	n2	99.87
④電極材銅箔D	n1	99.93
	n2	99.91
⑤電極材銅箔E	n1	99.98
	n2	99.99

電解によって、約100%(残液中のCu量をICP法によって確認)回収できる。

組成分析 (イオンクロマトグラフ分析)

イオンクロマトグラフ分析

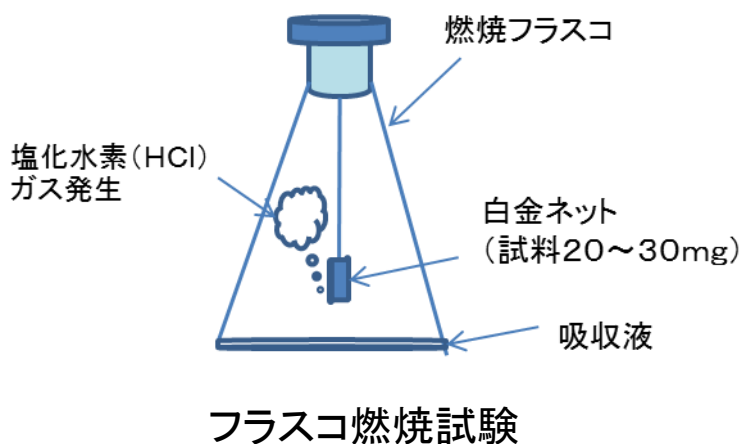
水溶液試料中に含まれる陰イオン(塩化物イオン、硫酸イオンなど)、陽イオン(ナトリウムイオン、カリウムイオン)、有機酸(酢酸、ギ酸など)を分離し、各成分の定性、定量分析を行う。



陰イオン標準溶液のイオンクロマトグラム

分析例

接着剤中の塩素含有量をフラスコ燃焼—イオンクロマトグラフ分析によって求めた例を示す。



		全塩素 (T-Cl)
S-1	n1	110
	n2	120
F-2	n1	330
	n2	330

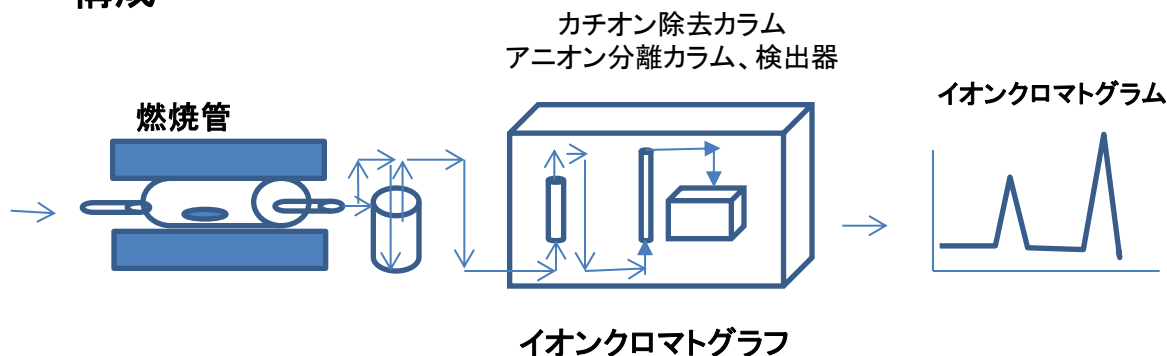
単位: mg/Kg

組成分析 (イオンクロマトグラフ分析)

燃焼 ーイオンクロマトグラフ法

燃焼管に試料(粉末、塊)を挿入し800~1000°Cで試料を燃焼する。吸収液に捕集した分解ガスをイオンクロマトグラフに導入し、塩化物イオン、硫酸イオン、フッ素イオンなどを定量分析することによって、試料中の塩素、硫黄、フッ素などの成分の含有量を求める。

構成



応用

- ・樹脂中のハロゲン成分(フッ素、塩素、臭素など)の分析
- ・金属付着フラックス成分(塩素等)の分析
- ・燃料油中の硫黄分の分析

分析例

銅粉、鉛材付着塩素の分析

		C l (mg/kg)
銅粉	A	180
	B	52
	C	1以下
鉛塊	A	1230
	B	54
	C	1以下

試料量1gで1 μ g/g(ppm)レベルの塩素含有量を分析することができる。

組成分析

(イオンクロマトグラフ分析／ICP発光分光分析／蛍光X線分析)

分析例1

ニッケルめっき廃液の分析(イオンクロマトグラフ分析、ICP発光分光分析)

	次亜リン酸	亜リン酸	硫酸イオン	硝酸イオン	ニッケル	リン
	PO_2^-	PO_3^{2-}	SO_4^{2-}	NO_3^-	Ni	P
ニッケルめっき廃液A	1.1	3.7	1.6	< 0.1	0.42	2.1
ニッケルめっき廃液B	1.6	4.8	2.0	< 0.1	0.42	2.9

次亜リン酸および亜リン酸イオンの分別定量が可能です。

単位: wt%

分析例2

めっき槽内に堆積したスラッジの分析(蛍光X線分析)

試料/元素	Na	Mg	Al	Si	P
めっき槽内スラッジA	1.9	0.06	5.3	12	3.2
めっき槽内スラッジB	3.6	0.5	3.9	11	2.5
試料/元素	Cl	K	Ca	S	Ti
めっき槽内スラッジA	0.1	0.1	1.1	0.6	0.1
めっき槽内スラッジB	0.07	0.7	1.1	0.8	0.3
試料/元素	Cr	Mn	Fe	Co	Ni
めっき槽内スラッジA	0.03	0.005	0.2	0.02	6.5
めっき槽内スラッジB	0.2	0.04	2.1	0.03	5.8
試料/元素	Cu	Zn	Pd	Au	Ag
めっき槽内スラッジA	7.4	0.02	2.7	0.04	0.09
めっき槽内スラッジB	3.9	0.1	0.2	< 0.01	0.03
試料/元素	Sn	Ba	Pb	Tl	バランス
めっき槽内スラッジA	1.8	0.3	< 0.01	0.05	57
めっき槽内スラッジB	0.3	0.1	0.06	< 0.01	63

0.01wt%レベルのAu,Ag,Tlも検出しました。

単位: wt%

組成分析 (赤外分光分析)

赤外分光分析

赤外分光法は、物質に赤外光を照射し、透過または反射した光を測定することで、試料の構造解析や定量を行う分析手法です。赤外光は、電子遷移よりもエネルギーの小さい、分子の振動や回転運動に基づき吸収されます。

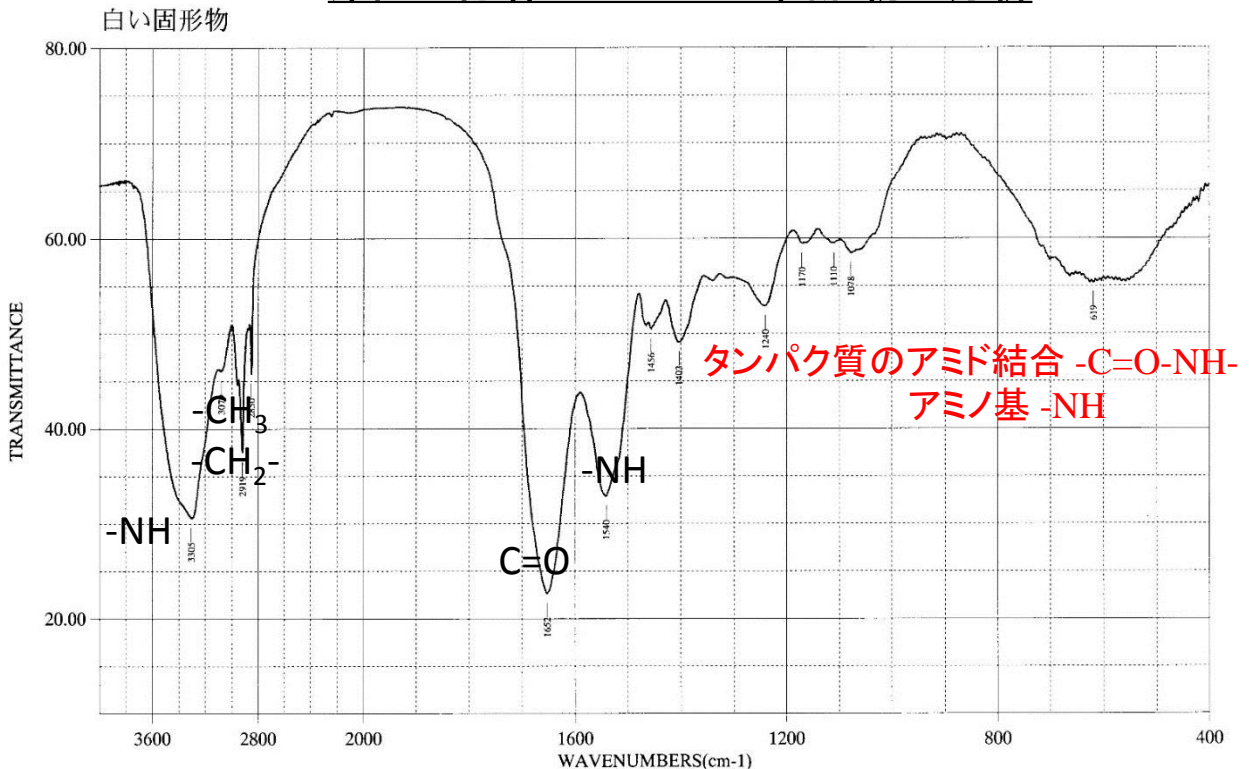
分子の振動や回転の状態を変化させるのに必要なエネルギー(赤外光の波長)は、物質の化学構造によって異なるので、物質に吸収された赤外光を測定することによって化学構造や状態に関する情報を得ます。

適用

- ・高分子化合物(樹脂、ゴム等)の同定
- ・樹脂中の添加剤、安定剤の分析
- ・有機系異物(セルロース、ふけ等)の分析

分析例

床面に付着していた白い固形物の分析



白い固形物はタンパク質であり、人体由来であることを推定

組成分析 (ガスクロマトグラフ-質量分析)

ガスクロマトグラフ-質量分析(GC-MS)

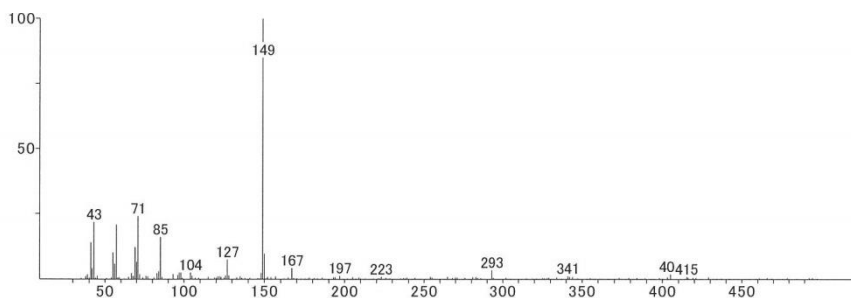
ガスクロマトグラフ(GC)注入口から入った試料ガスはカラムで分離され、高真空(10⁻⁶Torr)に保たれたイオン化室に導入し、電子線照射などによってイオン化する。このイオンの流れを分析管に導き、磁気的あるいは電場的な方法でm/z(m:質量数、z:電荷)に応じて分離、検出し、得られる質量スペクトルから有機物の構造や成分を定性する。また、標準物質を用いて作成した検量線によって定量分析を行う。

適用

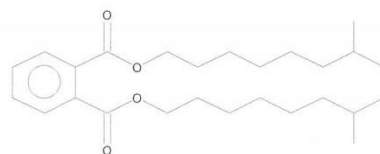
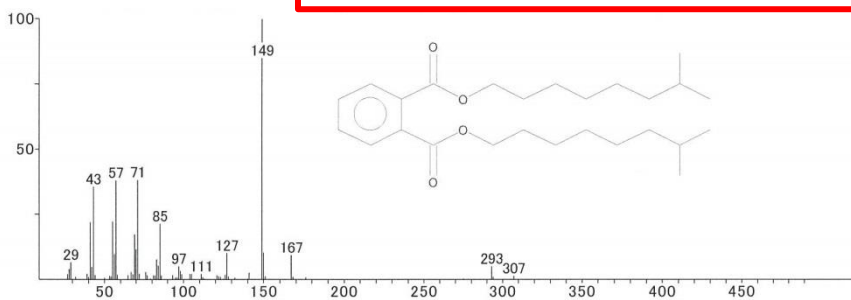
- ・臭気成分や揮発性有機化合物(VOC)等の発生ガス、分解ガスの分析
- ・可塑剤(フタル酸エステル等)、難燃剤(臭素系難燃剤:PBB, PBDE)の分析

分析例

塩化ビニル樹脂(PVC)中の可塑剤の分析



**DINP:フタル酸エステル系可塑剤
フタル酸ジイソノニル**



組成分析 (熱分析)

熱分析

熱分析には熱重量測定(TG)、示差熱分析(DTA)、示差走査熱量計(DSC)、熱機械分析(TMA)があります。TGは加熱時の試料の重量変化を測定します。樹脂中の無機充填材の含有率の測定などを行います。DTAは2試料(基準物質と実試料)の昇降温時の温度差を測定することにより、融解温度、転移温度などを求めます。DSCは転移熱を測定します。TMAは試料に一定の引っ張りや圧縮応力をかけた状態での昇降温時の試料の寸法変化などを測定します。また、材料の線膨張係数や軟化点などの測定も行います。

適用

- ・高分子材料の耐熱性評価
- ・結晶性化合物の熱特性評価

分析例

塩化ナトリウムのTG-DTA曲線

モジュール: TG/DTA
データ名: 141127-2
測定日付: 2014/11/28
サンプル名: 塩化ナトリウム
サンプル質量: 20.770 mg
リファレンス名: 7664
リファレンス質量: 20.500 mg

温度プログラム:
Cel Cel Cel/min min s
1* 30 1200 10 0 0.5

コメント:
窒素: 200mL/min

