最新機器分析講座 (第Ⅶ講)

J. Jpn. Soc. Colour Mater., 79 [1], 22-28 (2006)

元素分析法

出口義国*・林 隆行*

1. はじめに

試料中に含まれる元素の定性や定量は、分析化学のみならず化学の基本技術と言えるだろう。元素分析が重量分析や容量分析という手分析を中心に行われていたのはそれほど昔の話ではないが、ほかの技術分野と同様にここ20年余の間に機器が占める割合が格段に高くなった。

現在では多くの元素について実用上十分低い定量下限値で精度の高い分析値を得ることができるようになり、元素分析法そのものを研究する分析化学者は少なくなっている。しかし実用分析の現場では元素分析の重要性は何ら低下することはない、前処理を含めた分析法の正確さ・精度を高める研究は続けられている¹⁻³⁾。一方、最近では他分野の技術者が分析データを求める場面が増えてきている。

本稿では各種元素分析法の原理と使いこなしの実例について述べる。

2. 元素分析法の分類

元素分析法は定量対象が有機元素であるか無機元素であるかによってまず大別される。無機元素分析をさらに分析時の形態によってカチオン／アニオンに分けることも一般的である。試料を分解などの前処理を加えて分析するか、前処理を行わないか簡便な処理だけで分析するかによって分類することもあり、さらに目的元素が試料中にどの程度含有されるかに応じて主成分分析、微量分析、極微量分析と分けることもある。また定性分析に有効数字1桁程度の濃度情報を付加した半定量分析と呼ばれる手法が多元素を対象にしたスクリーニングに用いられる(図-1)。

これらの分類に用いる切り口は、基本的にはそれぞれ独立している。技術の進歩や分析対象の拡大によって分類の線引きが変わったり、旧来の分析法が新しい手法に取って代わられることが繰り返されている。今後もこのような動きは続くと考えられるが、それでも数多くある分析法から最適の分析法を選択する際に分類を意識することは意味があるだろう。

分析対象によって

- 〔有機元素分析〕
- 〔無機元素分析〕
 - 〔カチオン分析〕
 - 〔アニオン分析〕

前処理の有無によって

- 〔非破壊分析〕
- 〔破壊分析〕

目的成分の濃度によって

- 〔主成分分析〕
- 〔微量分析〕
- 〔極微量分析〕

分析結果の質によって

- 〔定性分析〕
- 〔半定量分析〕
- 〔定量分析〕

図-1 元素分析法の分類

3. 有機元素分析法

有機元素分析は文字どおり有機化合物中の元素組成を知るための分析法で、基本的にはC(炭素)、H(水素)、N(窒素)の分析である。合成した有機化合物が狙いどおりにできていることを示すために用いられるが、核磁気共鳴法や質量分析法の著しい発展にともなって構造同定情報としての位置付けはやや薄

〔氏名〕 deguchi よしくに
 〔現職〕 (株)カネカテクノリサーチ 材料分析センター 第3グループリーダー
 〔趣味〕 昼休み園芸
 〔職歴〕 1984年 名古屋工業大学大学院工学研究科工業化学専攻修士課程修了
 同年 鐘淵化学工業(株)(現・(株)カネカ)入社
 1990～92年 マサチューセッツ州立大学高分子学科へ派遣留学
 1998年～ 現職

〔氏名〕 はやし たかゆき
 〔現職〕 (株)カネカテクノリサーチ 材料分析センター 第2グループ研究員
 〔趣味〕 卓球
 〔職歴〕 1989年 京都大学大学院工学研究科工業化学専攻修士課程修了
 同年 鐘淵化学工業(株)(現・(株)カネカ)入社
 1998年～ 現職

平成17.9.15 受理

Elemental Analysis

Yoshikuni DEGUCHI and Takayuki HAYASHI

*株式会社カネカテクノリサーチ

材料分析部 材料分析センター

大阪府摂津市鳥飼西5-1-1 (〒566-0072)

れたというのが実情であろう。高分子材料に対する添加剤の配合量や変性割合の決定に使われる場合がある。

有機元素分析はまず酸化炉と呼ばれる第1炉に試料を入れ、酸素を混合したヘリウム気流中で高温に加熱することによって構成元素の炭素を CO_2 、水素を H_2O 、窒素を NO_x に変換する。次にここで発生したガスを還元炉と呼ばれる第2炉に導入し、Cu存在下で加熱することによって NO_x を N_2 に還元する。この CO_2 、 H_2O 、 N_2 を定量することによってCHNの比率を求めるのが基本的な流れである⁴⁻⁶⁾。検出方式には大きく分けて図-2の自己積分方式と図-3のガスクロマトグラフ方式がある。その他、CHNS（硫黄）を定量できる分析装置も市販されている。

有機化合物の重要な構成元素であるO（酸素）はCHN分析では直接求めることができず、簡易的には100%からCHN合計を引いた差分をO含有量とするが、ほかのヘテロ元素が含まれていたり精密分析が必要な場合には別途O分析計による分析を行う。炭素（白金炭素粒）存在下で試料を熱分解して、試料中のOをCOとし、発生ガスからハロゲンやイオウ由来の酸性成分を除去した後、CuOと接触させてCOを CO_2 に酸化する。この CO_2 を定量する。アルカリに吸収させ、吸収前後の熱伝導度差によって定量する方法などがある。

CHN分析、O分析に共通する事項であるが、フッ素化合物や多量の灰分を含有する試料は炉材を傷めてしまう危険性があり、分析にあたっては注意が必要である。

図-2 自己積分方式の流路原理図⁶⁾

図-3 ガスクロマトグラフ方式の原理図⁶⁾

有機元素分析は一般的に定量下限0.3~0.5%程度の分析法で結果を%単位で表記するが、最近では試料量を1g程度まで増やせ0.01%程度まで定量可能な装置も市販されている。また化学発光検出器を用いる微量窒素分析法では10 ppm [mg/kg]程度まで定量可能である。これ以外にS、Clなどの元素が高感度で定量できる専用分析装置も市販されている。

なお本分野の第一人者である穂積が主催するCHNフォーラムがWeb上⁷⁾にあり、関連技術を含めて技術内容の詳細な説明に接することができるのでご一読をお勧めしたい。

4. 蛍光X線分析法 (XRF)⁸⁻¹¹⁾

試料にX線を照射すると、試料構成元素の内殻電子が原子外に放出され、生じた空軌道に外側の殻から電子が遷移しこのとき軌道エネルギー差に相当するエネルギーをX線の形で放出する。このようなX線は蛍光X線と呼ばれ、蛍光X線のエネルギーはこれを放出する元素によって決まっているため特性X線とも呼ばれる。特性X線の種類と強度で試料中の元素を分析するのが蛍光X線分析法で、非破壊型分析法に分類される。標準試料を用いた定量分析のほか、理論計算のファンダメンタルパラメータ法 (FP法)を用いることにより、標準試料なしでも定量分析を実施できることに特徴がある。

X線を波として検出する波長分散型装置 (WDXRF)、粒子として検出するエネルギー分散型装置 (EDXRF) に市販装置は大きく二分される。波長分散型には検出器を多数装備した多元素同時分析型もあり、またエネルギー分散型にはX線の全反射を利用して定量下限を下げる全反射型蛍光X線分析装置¹⁰⁾や、屋外でも手軽に使用できる簡易型の蛍光X線分析装置も市販されている。

波長分散型、エネルギー分散型両方式の特徴を図-4、図-5、

図-4 WDX型蛍光X線分析装置光学系例¹¹⁾

図-5 EDX型蛍光X線分析装置光学系例¹¹⁾

表-1にまとめた。波長分散型は装置が大掛かりであるが感度・精度に優れ、エネルギー分散型は装置が簡易で安価であるが感度・精度に劣る廉価版というイメージがあった。しかしながら半導体検出装置の性能が向上したことに加え、試料形状や材質の補正ができることや微小部位の分析もできる等の機能が評価され、EU有害物質規制に関連したスクリーニング分析にはもっぱらエネルギー分散型が用いられている。EU有害物質規制に関する分析は本稿末尾で概説する。

バックグラウンドを低減することが定量下限値を下げるために必要であるが、メーカー各社はフィルターを使用することで散乱光によるバックグラウンドを下げている(図-6)。検量線法の定量精度を上げるために、照射するX線のコンプトン散乱強度を用いて目的元素の蛍光X線強度を補正する試料形状補正などもメーカー各社で行われている。

ソフトウェアも洗練が進み、分析者は目的元素をクリックするだけで蛍光X線の波長や干渉を意識しなくても結果が得られる仕組みになっている。

5. 原子吸光法 (AAS) ^{12,13)}

2000～3000 Kの高温に置かれた原子は多くが基底電子状態で存在し固有の放射エネルギー線を吸収するという原理を利用するのが原子吸光分析法である。カチオンの分析に用いられる

表-1 波長分散型とエネルギー分散型との比較

	波長分散型 (WDX)	エネルギー分散型 (EDX)
検出原理	・分光結晶で分光し、検出器で強度計測	・半導体検出器でX線エネルギーを検出
特徴	・高分解能 (EDX比) ・微量元素の分析に適	・数十秒～数分でX線スペクトル取得可 ・有機試料のダメージ小
検出元素	・Na～U ・B～Uなど	・Na～U ・C～Uなど
定量下限	・概ね1 ppm程度～ (元素や試料による)	・概ね10 ppm程度～ (元素や試料による)
短所	・前処理必要 (試料サイズ、表面) ・有機試料は熱変性を受ける場合あり	・WDX型に比較してエネルギー分解能悪い ・軽元素の感度悪い

機器分析装置の中では最も歴史が古く、金属分析の現場においてキレート滴定法や有機試薬を用いる吸光光度法にまず取って代わった。

高温状態を作るために空気アセチレンフレームが用いられたが、感度に優れる黒鉛炉による加熱方式 (GF-AAS法あるいはフレームレス法) が開発され、現在はこちらが主流である。水銀の還元・気化されやすい特性を利用した還元気化原子吸光法は、水銀の優れた分析法である。

原子吸光法は後述するICP発光分光分析法とは逆の過程を取り扱うが、両者は原子スペクトル分析として一括りにされることが多い。元素によって達成される定量下限値は異なるが、多くの元素でICP発光分光分析法に比べGF-AAS法のほうが高感度である。原子吸光法の欠点は装置目的元素ごとに中空陰極放電管 (ホロカソードランプ) 光源を準備しなければならない点で、同時多元素分析には向かず定性分析に用いることはできない。

試料は水溶液として導入するのが基本で、水溶液以外の試料は後述する分解・可溶化が必要になる。

6. ICP発光分光分析法 (ICP-AES) ¹⁴⁾

プラズマは高エネルギー条件下で原子核のまわりの電子が原子から離れてカチオンと電子に電離した状態の気体で、分析装置においてはアルゴン気流下で誘導コイルに高周波電流を通じることにより作られる。高周波誘導結合プラズマ (ICP) をエネルギー源とする発光分析法がICP発光分光分析法で、プラズマ中に試料溶液を噴霧し目的元素に相当する発光を測定する。迅速性や精度に優れ、元素ごとにホロカソードランプを準備しなくても済むのが原子吸光法に対する優位点で、同時多元素分析が可能なることから「原子吸光からICP発光分光分析へ」と一時期もてはやされた。ただし原子吸光法も駆逐されたわけではなく、後述のICP質量分析法を含めてそれぞれの特徴を活かして棲み分けが進んでいる。

分光器や検出器には各メーカーの技術的工夫が種々盛り込まれているが、スリット、平面回折格子 (グレーティング)、反射鏡からなる分光器 (モノクロメーター) と光電子増倍管検出器で構成される逐次分析 (シーケンシャル) 型装置、プリズムとエッセル回折格子で光を半導体面検出器上に二次元分散させる同時分析 (マルチ) 型装置がある (図-7)。

シーケンシャル型は波長分解能に優れ近接する発光線の妨害

図-6 CdKα線のバックグラウンド低減例 (a: フィルターなし, b: フィルター有)

図-7 シーケンシャル型および同時多元素分析型ICP発光分光分析装置の構成例¹⁵⁾

が少ないため、マトリクス（夾雑物）の多い試料に向く。同時多元素分析の場合、装置内部では1元素ずつ測定が行われるが測定時間が長いことを除けば分析者が逐次測定を意識することはない。装置構成が比較的簡単で装置価格が安い点も利点である。また検出器を2カ所設けた装置も市販されている。一方を目的元素、他方を内部標準元素の分析に用いることもでき、その場合には同じ発光成分を両方で同時検出するので、データのばらつきが小さくなる。

一方マルチ型は面検出器を用い「真に」同時多元素分析が行われるため、圧倒的に短時間で測定できる点が長所である。また取り込んだデータから当初予定していなかった元素の定量結果を引き出すといった芸当も可能である。どちらの方式も十分実用的な性能を備えており、使用目的に応じて機種選定することが望まれる。

弱点であった感度を向上させるためにプラズマトーチの軸方向に検出器を置くアキシアル法が開発され、軸直交方向に検出器を置くラジアル法に比べおおむね1桁高い感度が達成されている。しかしアキシアル法は水試料のような夾雑物が少ない試料では良好な結果を与えるが、固体試料で酸分解に硫酸を使用した場合や目的元素以外に多量の共存元素が存在する場合には干渉のため測定がうまくできないことがある。また主成分の定量では検出器のリニアレンジを超えスケールオーバーに終わってしまうこともある。試料によってラジアル／アキシアルが使い分けられる装置も市販されており、選択の幅が広がっている。

水質分析などの環境分析用途等で、通常のICP発光分光分析法では法規制の定量下限が得られないAs（ヒ素）、Se（セレン）等を分析する方法としては、水素化物発生装置を用いる方法があり定量下限を1桁程度下げることができる。

その他に定量下限を下げる工夫として、超音波ネブライザーを用いる手法がある。通常のネブライザーに超音波による振動を加味し、噴霧される霧のサイズを小さくすることでより効率的に試料溶液をプラズマに導ける。通常のネブライザーに比べ定量下限を1桁程度下げることができる。

メタノール、酢酸エチル、ヘキサン、トルエン等の有機溶剤に溶かした試料溶液を直接導入する方法も開発されている。アルゴンプラズマの最適条件が水試料とは異なるが、市販されている装置では自動的に調整が行われるものも多い。有機物を分析する際には酸分解を行うのが基本であり、有機溶剤注入法を万能と考えないほうがよいだろう。

ガラスなどSiを含有する試料の分解の際には、HF（フッ化水素酸）を用いることが多い。調製した分解液を通常のガラスや石英ガラス製の装置で分析する場合には、装置由来の成分が夾雑成分となり分析を妨害する。そのため樹脂製の装置を用いるオプションも各社市販されている。

7. ICP質量分析法（ICP-MS）¹⁶⁾

ICP質量分析法は原子吸光法やICP発光分析法が定着してから遅れて開発された無機元素分析法である。分析原理こそ異なるものの同じように溶液試料を対象とする無機元素分析法で、まさに「三匹目のドジョウ」であった。ところがすでに定着した先行分析法を凌ぐ優れた検出感度と、同時多元素測定ができることが評価され、80年代後半から急速に普及が進んだ。

ICP質量分析法のICP部はICP発光分光分析のそれと原理的に同じものである。プラズマ中に試料溶液を噴霧すると多くの元素が高い収率で一価の正電荷を帯びたイオンを生じるという実験事実がICP質量分析の大前提となっており、このカチオンを四重極質量分析計に導くことで目的元素の分析を高感度で行うことができる。溶液の化学では必ず二価を帯びるアルカリ土類金属までが一価に荷電するのが面白いところで、カチオンの定性に用いる質量数／電荷（ m/z ）比が質量数そのものになる点が分析者にとってわかりやすい。

ICP質量分析法の問題点はプラズマ形成に用いられるAr（アルゴン）に関連したイオンや、分子イオンと呼ばれる妨害イオンによる干渉である^{17,18)}。表-2に主な干渉を示すが、実務の立場からは分析ニーズの高いSi、K、Fe、Cr等を苦手にする点が問題となることがある。干渉を減少させるためプラズマ温度を

表-2 ICP-MS法での主な干渉

検出イオン	干渉する分子イオン	主要因
^{39}K	^{38}ArH	Ar (プラズマ源)
^{40}Ca	^{40}Ar	
^{55}Mn	$^{40}\text{Ar}^{14}\text{NH}$	
^{56}Fe	$^{40}\text{Ar}^{16}\text{O}$	
^{28}Si	$^{14}\text{N}^{14}\text{N}$	空気中の N_2
^{52}Cr	$^{36}\text{S}^{16}\text{O}$	
^{64}Zn	$^{32}\text{S}^{16}\text{O}^{16}\text{O}$	硫酸中のS (分解用試薬)
^{80}Se	$^{32}\text{S}^{16}\text{O}^{16}\text{O}^{16}\text{O}$

図-8 1.5 ppbの ^{55}Mn に対する水素導入効果

低下させて分子イオンを抑制する手法や、水素、メタン、アンモニア等の反応性ガスを導入していったん生成した分子イオンを分解する手法が取られる。Mnの分析にあたって水素ガスを導入してバックグラウンドを低減する事例を示す(図-8)。いくつかの同位体を有する元素の場合には干渉が小さいマイナーな同位体を定量に用いることも併せて行われる。質量分析計を高分解能の二重収束型とした装置も市販されている。

またICP質量分析法で得られる信号強度はマトリクスの影響を受けやすい。マトリクス濃度が高いとプラズマのエネルギーがマトリクスの分解に消費され、目的元素のイオン化率が低下する現象が観察されるが、未知試料がどのようなマトリクスを含むかについての事前情報は多い場合が多い。ICP発光分光分析でも行われるが、検量線作成にあたっては内部標準物質を加え目的元素と内部標準物質の信号強度との比をプロットする内部検量線法により定量を行うことが望ましい。

8. 湿式分析用試料分解法

湿式元素分析では基本的に試料は溶液状態で分析装置に導入されるため、水溶液以外の試料は分解・可溶化を行う必要がある。試料分解方法は①乾式灰化、②湿式分解、③アルカリ融解の三方法に分けられる。乾式灰化では、るつばに試料を入れ、マッフル炉などで灰化する。場合によっては希硫酸を数滴加えることもある。残渣に塩酸や硝酸等を加えて溶解し測定溶液とする。湿式分解は、試料に鉱酸を加えて加熱し分解する方法で鉄鋼試料などに対してよく利用される方法である¹⁹⁾。アルカリ融解では、白金るつばに炭酸アルカリなどのアルカリ塩を加え

図-9 マイクロウェーブ加圧酸分解用ローター例

て電気炉中で加熱し、試料を熱溶融したアルカリと反応させる。融解後、塩酸などを加えて測定溶液とする方法である。乾式灰化、湿式分解では分解できないガラス試料などに対して適用できる²⁰⁾。近年では湿式分解をテフロン製密閉容器内で行い、熱源としてマイクロウェーブを用いるマイクロウェーブ分解装置の利用が広がっている。図-9のようなローターに密閉容器をセットし、マイクロウェーブ分解装置内で加熱分解するのである。マイクロウェーブ分解法は短時間で分解を実施でき、しかも密閉容器内の反応のため、コンタミの少ない測定溶液を調製することができる。

9. イオンクロマトグラフ法(IC)

イオンクロマトグラフ法は高速液体クロマトグラフ法の一つであり、固定相にイオン交換樹脂充填剤、移動相に電解質水溶液を用いる。注入された試料溶液は固定相との相互作用の違いによって成分ごとに分離され、サプレッサーと呼ばれるバックグラウンド低減装置で溶離液に由来するイオンを除去し、電気伝導度検出器に導かれる(図-10)。

多くの分析法を分析目的や試料によって使い分けることができるカチオン分析に比べ、アニオン分析は残念ながらイオンクロマトグラフ法に代わる代替手法が見つからないという状況である。イオンクロマトグラフ法はカラムを選択することにより、アニオン分析のほか、カチオン分析や有機酸分析、糖分析にも用いることができる。

イオンクロマトグラフ法での定量下限値はおおむね試料溶液中数十ppbであるが、試料を予備濃縮して注入する濃縮注入法、濃縮カラム法²²⁾、溶離液を装置内で調製してバックグラウンドを低下させる溶離液ジェネレーターの利用などで、さらに定量下限を下げる事が可能である。

水質分析の場合には試料をろ過、必要に応じて希釈するだけで注入できるが、材料に含まれるハロゲンを分析するような場合には抽出や燃焼分解によって試料溶液を調製する必要がある。燃焼分解にはポンプ法、酸素燃焼フラスコ法、管状炉法等があり、いずれも発生したガスを液捕集するが、ススを発生させずに試料を完全燃焼させることがポイントとなる。コンタミネーションを少なくするため、管状炉とイオンクロマトグラフを直結した装置も上市されている。

図-10 イオンクロマトグラフ装置の構成例²¹⁾

10. FAQ

Q1 定量限界と検出限界の違いを教えてください。

A1 定量限界や検出限界は、分析において最も基本的な事項であるにもかかわらず、いくつもの定義があり用語そのものも公式に統一されていない部分があります。

目的元素の検量線の直線性が成立する範囲内のできるだけ低濃度の試料について繰り返し測定を行い、得られる結果の標準偏差 σ の3倍(3σ)を検出下限、10倍(10σ)を定量下限とするのが一般的な考え方です。

またJIS K0124-1994では「 $S/N=3$ のS値を検出限界(または検出下限)とし、検出限界の3~5倍(たとえば $S/N=10$)を定量限界とするのが好ましい。」とされています。上限があってもよさそうなものですが、実用上問題とされるのはもっぱら下限であるため、定量限界と定量下限は同義で用いられています。

湿式法分析では試料溶液濃度が高くなると検量線プロットが直線からはずれてくるのが一般的ですが、定量上限がいくつという言い方はせぜリニアレンジ(信号応答の直線性が確保される範囲)で述べることが多いようです。

Q2 未知試料に含まれる目的元素について、分析前に定量限界を知ることはできますか？

A2 ICP-AES, ICP-MS等を用いる湿式法元素分析でも、蛍光X線を用いる非破壊元素分析でも、元素によって感度や干渉が異なります。それゆえ同一の装置で測定しても定量限界は元素によって異なります。

さらに、ほとんどの実試料では夾雑物が大きなり小なり定量結果に影響してきます。夾雑物の情報が与えられれば妨害を軽減する対策を講じることはできますが、対策の結果定量限界がどのレベルに落ち着くかは実際に分析を試みなければわかりません。

夾雑物についての情報がない未知試料では、分析前に定量限界を知ることは難しいと言ってよいでしょう。

Q3 前処理の湿式分解において、万能の方法はありますか？

A3 試料材質、目的元素、目標とする定量下限(つまりどの装置で分析するか)により、適切な分解方法を選択する必要があります。

たとえばBS EN1122による樹脂中のカドミウム分析法では硫酸を用いて分解させますが、この分解液を用いて鉛を分析しようとしても、硫酸鉛の沈澱ができるために正しい分

図-11 元素分析の移り変わり

析値を出すことは困難と考えられます。

Q4 蛍光X線分析ではどのような試料でも正しい定量値が得られますか？

A4 蛍光X線分析は非破壊分析でありそのままの状態を試料中の元素を分析することが可能です。

ただし、定量分析においては均一組成の試料を前提としますので、たとえば被覆電線など不均一な構造のものについては、測定値の誤差が大きくなると考えられます。材質ごとに分解し、各々を分析するほうがよいでしょう。

また検量線法においては、可能な限り測定対象試料と同じ材質の標準試料で検量線を作成するほうが測定値の誤差を小さくできると考えられます。

11. おわりに

EUにおける有害物質規制²³⁾を筆頭に進むグリーン調達の流れに呼応して、本来地味な元素分析が企業活動の必須情報として注目を浴びている。メーカーにとっては自社製品が環境規制に適合することを自ら証明しなければ製品の販売ができなくなるという新しい社会環境が形成されつつある(図-11)。

ほかの機器分析と同様に元素分析においても電子機器化、ブラックボックス化が進み、分析者の負担が軽くなると同時に思いもよらない間違いが紛れ込む可能性が隠れている。データ処理装置が打ち出す結果数字だけを鵜呑みにせず、分析の原理や分析試料の特徴に照らして考える習慣が分析者には求められる。

本稿は一端を述べたにすぎないが、少しでも参考になる部分があれば幸いである。

文 献

- 1) 秋山耕一, 中西 正, 大西 亮, 赤木 右: 分析化学(Bunseki Kagaku), **53**, 1229 (2004).
- 2) 福井博章, 藤野 治, 梅谷重夫: 分析化学(Bunseki Kagaku), **53**, 1329 (2004).
- 3) 光亦博志, 森 俊雄, 才本和男: 分析化学(Bunseki Kagaku), **53**, 1355 (2004).
- 4) 日本分析化学会近畿支部編, 三井哲夫編: “第5改稿機器分析実験法(下)”, p.715, 化学同人(1969).

- 5) 日本分析化学会高分子分析研究懇談会編, 今枝一男, 大沢敬子, 吉村吉博: “新版 高分子分析ハンドブック”, p.264, 紀伊國屋書店 (1995).
- 6) 刊行物作成小委員会編: “分析機器の手引き (第12版)”, p.99, 日本分析機器工業会 (2004).
- 7) <http://www.j-sl.com/chn/index.html>
- 8) 伊藤栄二, 塚野 守: *J. Jpn. Soc. Colour Mater.* (色材), **64**, 100 (1991).
- 9) 理学電機工業編: “蛍光X線分析の手引 第4版”, 理学電機工業 (1982).
- 10) 保母敏行監修, 谷口一雄: “高純度化技術大系 第1巻 分析技術”, p.738, フジ・テクノシステム (1996).
- 11) 刊行物作成小委員会編: “分析機器の手引き (第12版)”, p.39, 日本分析機器工業会 (2004).
- 12) 武者宗一郎, 下村 滋: “原子吸光分析”, 共立出版 (1972).
- 13) 保母敏行監修, 中原武利, 広川吉之助: “高純度化技術大系 第1巻 分析技術”, p.453, フジ・テクノシステム (1996).
- 14) 保母敏行監修, 久保田正明, 高橋 務, 内田 弘: “高純度化技術大系 第1巻 分析技術”, p.487, フジ・テクノシステム (1996).
- 15) 刊行物作成小委員会編: “分析機器の手引き (第12版)”, p.22, 日本分析機器工業会 (2004).
- 16) 保母敏行監修, 河口広司, 野々瀬菜穂子, 川端克彦, 岩崎 廉: “高純度化技術大系 第1巻 分析技術”, p.535, フジ・テクノシステム (1996).
- 17) 原口紘丞, 寺前紀夫, 古田直紀, 猿渡英之共訳: 微量元素分析の実際, p.183, 丸善 (1995). {C. Vandecasteele, C. B. Block, "Modern Methods for Trace Element Determination", John Wiley & Sons Ltd (1993).}
- 18) 河口広司, 中原武利: “日本分光学会測定法シリーズ28 プラズマイオン源質量分析”, p.149, 学会出版センター (1994).
- 19) JIS G 1258:1999
- 20) JIS R 3101:1995
- 21) 刊行物作成小委員会編: “分析機器の手引き (第12版)”, p.74, 日本分析機器工業会 (2004).
- 22) 岡田哲夫, 山本 敦, 井上嘉則: “研究者・技術者のための手引書 クロマトグラフィーによるイオン性化学種の分離分析～イオンクロマトグラフィーの基礎から実践まで～”, p.157, エヌ・ティー・エス (2002).
- 23) <http://europa.eu.int/scadplus/leg/en/s15002.htm>

用語解説

WEEE/RoHS規制

環境問題の先進地EUで施行される有害物質規制の一つ。廃電気電子機器に係る指令 (WEEE指令, 2002/96/EC), 電気電子機器に含まれる特定有害物質使用制限指令 (RoHS指令, 2002/95/EC) の二つが実質的には一つの指令として取り扱われている。重金属4元素 (Cd, Pb, Cr (VI)), 特定臭素系難燃剤2種 (PBB (ポリ臭素化ビフェニル), PBDE (ポリ臭素化ジフェニルエーテル)) が規制対象とされており, 期限を決めてこれらの使用全廃を図る方針が示されている。対象製品のメーカーにとっては環境負荷の少ない樹脂材料の採用やはんだの鉛フリー化が急務になっている。

スクリーニング分析

分析値は湿式分析法で得られたものが正式数値として扱われるが, 試料点数や分析対象元素が多い場合には峻別のために非破壊分析法 (XRF法) による予備的な分析が行われる。スクリーニングにより灰色と判断された試料は第2段階の湿式分析法に回され, 最終的な可否判断を受ける。在欧日系ビジネス協議会 (JBCE) がEU環境委員会に提出した分析法 (案) が参考になる。
<http://www.jbce.org/files/TestMethod14-11-2003.pdf>
操作が簡便で前処理を必要としない点がXRF法の長所であるが, 測定値の正確さ・精度・有効数字は常に意識しておくことが望まれる。