

# Application News

## No.J113A

ICP 発光分光分析  
Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry

### 亜鉛めっき液中の主成分元素から微量元素の一斉分析：ICPE-9820

Simultaneous Analysis of Major and Trace Elements in Plating Solution by ICPE-9820

#### はじめに

##### Introduction

めっきは、製品の性能を高めるために、素材の表面に金属の薄膜を被膜する技術です。めっきの品質を維持するために、めっき液中の成分の管理はとても重要です。めっき液で管理が必要な金属成分は、主成分だけでなく、添加成分や微量元素があり、濃度は様々です。

これらの金属成分を効率的に分析するには、高感度かつ、広範囲な濃度領域を測定できる分析装置が求められます。ICP 発光分光分析法は、 $\mu\text{g/L}$  から % オーダーまでの広いダイナミックレンジを持ち、このような分析に適した分析方法です。

今回、島津マルチタイプ ICP 発光分光分析装置 ICPE-9820 を用いて、亜鉛めっき中の主成分元素から微量元素について一斉分析を行いました。通常のめっき液中の金属分析では、試料を 1000 倍から 10000 倍希釈し主成分元素を測定し、低希釈倍率試料で微量元素を測定しますが、この場合、希釈倍率の異なる試料が多数必要となり、分析時間が長くなります。ICPE-9820 では、塩が析出しにくいプラズマトーチの縦方向配置と、プラズマの軸 (AX) / 横 (RD) 両方向観測により、一斉分析を行うことができます。

S. Wakasugi

#### 試料

##### Sample

- ・亜鉛めっき液 (2 点：試料 1, 試料 2)

#### 試料の前処理

##### Sample Preparation

各試料を 1 mol/L 塩酸で 10 倍 (vol/vol) 希釈し、測定用試料としました。検量線用試料は、単元素標準溶液 (1000 mg/L) を適宜 1 mol/L 塩酸で希釈し作製しました。Zn の高濃度の標準液は Zn 210 g/L の亜鉛めっき液を、適宜 1 mol/L 塩酸で希釈し作製しました。すべての測定溶液に、Y (試料溶液中濃度：0.5 mg/L) を内標準元素として添加しました。

測定値の妥当性確認のため、高濃度元素について試料 1 を 1 mol/L 塩酸で 100 倍、1000 倍希釈した希釈試験試料を作製しました。微量元素については、試料 1 を測定試料と同様に 10 倍希釈した溶液に、測定元素の標準溶液を添加した添加回収試験試料を作製しました。

#### 装置と測定条件

##### Instrument and Analytical Conditions

測定には、島津マルチタイプ ICP 発光分光分析装置 ICPE-9820 を用いました。測定条件を Table 1 に示します。ICPE-9820 は、主成分の高濃度元素を、低感度波長の使用と横方向

観測で測定を行い、微量元素を高感度の軸方向観測で測定できます。これにより、亜鉛めっき液の主成分元素から微量元素までを、1 回の希釈操作 (10 倍希釈液) で一斉分析できます。

Table 1 測定条件  
Analytical Conditions

|           |                   |
|-----------|-------------------|
| 装置        | : ICPE-9820       |
| 高周波出力     | : 1.2 kW          |
| プラズマガス流量  | : 14 L/min        |
| 補助ガス流量    | : 1.2 L/min       |
| キャリアーガス流量 | : 0.8 L/min       |
| 試料導入      | : ネブライザー10        |
| チャンバー     | : サイクロンチャンバー      |
| プラズマトーチ   | : 高塩用トーチ          |
| 観測方向      | : 軸 (AX) / 横 (RD) |

#### 分析

##### Analysis

検量線法 - 内標準法により、亜鉛めっき液中の亜鉛 (Zn)、カルシウム (Ca)、鉄 (Fe)、マンガン (Mn)、チタン (Ti)、アルミニウム (Al)、カドミニウム (Cd)、銅 (Cu) について分析を行いました。

高濃度の Zn, Ca, Fe, Mn, Ti については希釈試験を、低濃度の Al, Cd, Cu については添加回収試験を行いました。

#### 分析結果

##### Analytical Result

Table 2 に希釈試験結果と添加回収試験結果を示します。Table 3 に分析結果を示します。希釈試験結果、添加回収試験結果は、100 % 近い良好な結果が得られました。主成分の Zn は低感度波長と横方向観測により、21g/L 上限の検量線で良好な結果が得られ、微量元素は軸方向観測で精度良い結果が得られました。

Fig. 1 に Mn, Fe, Ti のスペクトル線プロファイルを示します。Fig. 2 に Zn の検量線と Fig. 3 に Zn のスペクトル線プロファイルを示します。

#### まとめ

##### Conclusion

ICPE-9820 を用い、亜鉛めっき液中の金属元素の分析を、1 回の希釈操作で、主成分元素から微量元素まで一斉分析できました。これにより、前処理時間の削減、分析時間の短縮、ランニングコストの削減効果を得ることができます。

Table 2 亜鉛めっき液の希釈試験と添加回収試験の結果  
Results of Dilution Test and Additive Recovery for Zinc Plating Solution

| 測定液中濃度             | Zn    | Ca    | Fe   | Mn    | Ti    | Al    | Cd    | Cu    |
|--------------------|-------|-------|------|-------|-------|-------|-------|-------|
|                    | mg/L  | mg/L  | mg/L | mg/L  | mg/L  | mg/L  | mg/L  | mg/L  |
| 試料1 (10倍希釈)        | 21400 | 3.95  | 45.6 | 0.760 | 3.51  | 0.220 | 0.013 | 0.022 |
| 希釈試験 試料1 (100倍希釈)  | -     | 0.404 | 4.70 | 0.077 | 0.345 | -     | -     | -     |
| 希釈試験 試料1 (1000倍希釈) | 211   | -     | -    | -     | -     | -     | -     | -     |
| 希釈試験結果 (%)         | 101   | 98    | 97   | 99    | 102   | -     | -     | -     |
| 添加回収試験             |       |       |      |       |       |       |       |       |
| 試料1 (10倍希釈+添加)     | -     | -     | -    | -     | -     | 0.422 | 0.063 | 0.125 |
| 添加濃度               | -     | -     | -    | -     | -     | 0.2   | 0.05  | 0.1   |
| 添加回収率 (%)          | -     | -     | -    | -     | -     | 101   | 99    | 103   |

希釈試験結果 (%) = { 10 倍希釈試料分析結果 / (100 倍又は 1000 希釈試料の定量値 × 希釈倍率 / 10) } × 100

添加回収率 (%) = { (添加回収試験用試料分析結果 - 10 倍希釈試料分析結果) / 添加濃度 } × 100

Table 3 亜鉛めっき液の分析結果  
Analytical Results of Zinc Plating Solution

| 原液試料中濃度 | Zn  | Ca   | Fe   | Mn   | Ti   | Al   | Cd   | Cu   |
|---------|-----|------|------|------|------|------|------|------|
|         | g/L | mg/L | mg/L | mg/L | mg/L | mg/L | mg/L | mg/L |
| 試料1     | 214 | 39.5 | 456  | 7.60 | 35.1 | 2.20 | 0.13 | 0.22 |
| 試料2     | 189 | 113  | 23.8 | 2.10 | 3.47 | 0.30 | 0.24 | 0.22 |

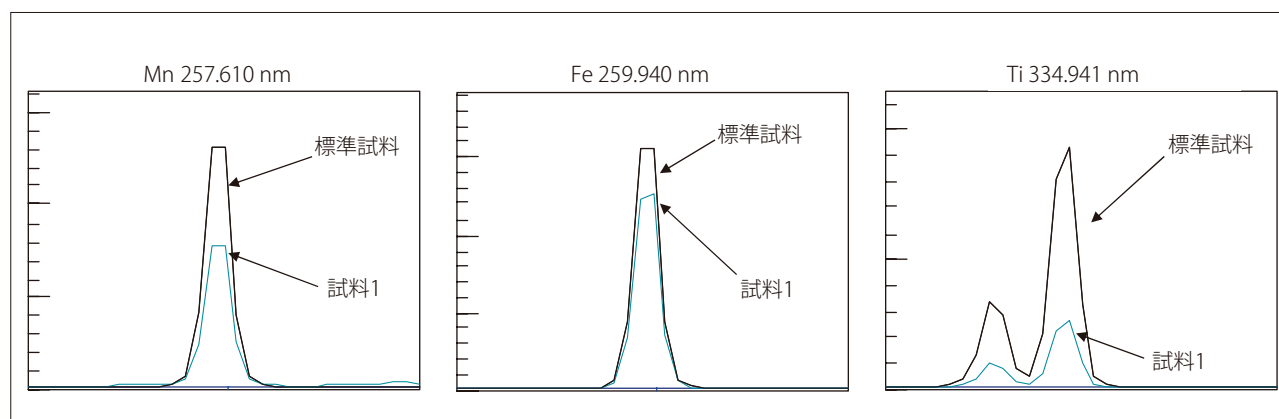


Fig. 1 Mn, Fe, Tiのスペクトル線プロファイル  
Spectral Profiles of Mn, Fe and Ti

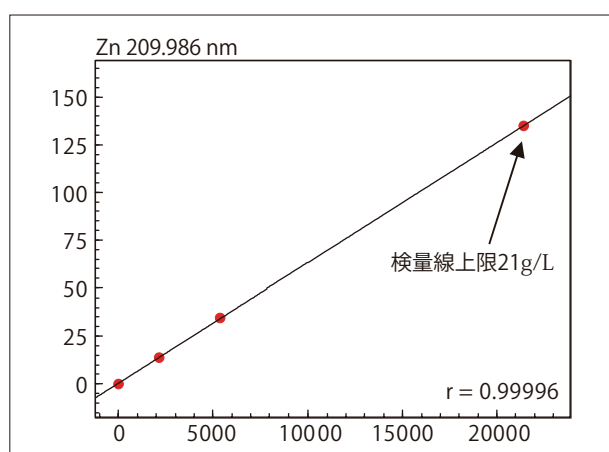


Fig. 2 Znの検量線  
Calibration Curve of Zn

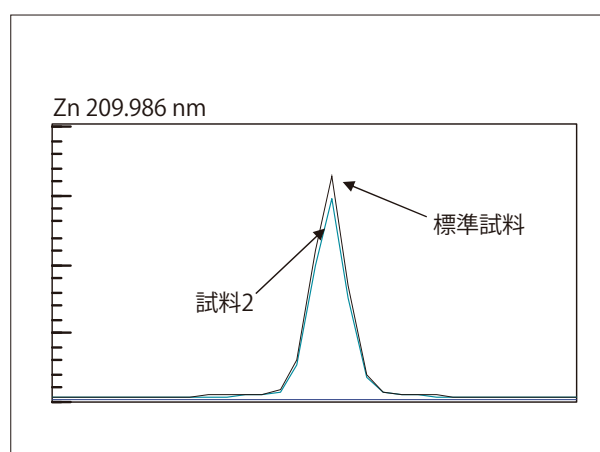


Fig. 3 Znのスペクトル線プロファイル  
Spectral Profiles of Zn

A改訂版発行：2014年10月

初版発行：2014年8月

株式会社 島津製作所 分析計測事業部  
グローバルアプリケーション開発センター

島津コールセンター ☎ 0120-131691  
(075)813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。  
改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。

3100-07401-490-IK  
2014.8