

金属加工用薬剤中の界面活性剤の定量分析

高周波炉/管状炉切替式炭素・硫黄分析装置は鉄鋼などの炭素及び硫黄を極微量域(数ppm)から数%オーダーまで高精度に分析することができます。試料を燃焼するつばや燃焼ボートに量り取り、酸素気流中の加熱炉で燃焼し、試料中の炭素及び硫黄が酸化されて生成した二酸化炭素及び二酸化硫黄を赤外線検出器により定量します。一般的には金属中の微量炭素・硫黄の定量に使用することが多いですが、有機物等の炭素・硫黄の定量にも利用可能です。

本装置を用いた有機物の分析事例として、金属加工用薬剤中の界面活性剤の定量を紹介します。薬剤は界面活性剤を0.1wt%程度含む水系の無機スラリーであったため、HPLC、UV-Vis、TG-DTA、TOCなどの方法による分析はマトリックスの影響が大きく分析が難しいと考えられます。炭素・硫黄分析装置であれば試料を燃焼し、気体である二酸化炭素を検出する分析装置によりマトリックスの影響が少なく、また、薬剤中の炭素源は界面活性剤のみであったため、分析が可能であると判断しました。まず、界面活性剤のみを分析し、得られた強度をプロットすることで

検量線を作成しました。次に、試薬を用いて薬剤と同じ組成の無機スラリーを作製、分析を行い、検量線から得られた定量値が無機スラリー作製時に添加した界面活性剤量と一致するか確認したところ、1%以下の誤差で分析することがわかりました(表1)。

表1 試薬で作製した無機スラリーの分析結果

無機スラリー中の界面活性剤量(mg)	分析結果(mg)
150.0	150.7

以上の結果から、現場で使用されている薬剤も分析できることがわかり、相談された企業では工程管理でこの分析法を利用しています。

当所ではこのようにJISで決められたような定型の分析法がない場合でも、分析方法の検討が可能ですので、お気軽にご相談ください。

表面技術研究室 松村 大植
TEL (052) 654-9857

分析方法による成分分析結果の違い

固体表面の様々な分析手法の中で、蛍光X線分析(XRF)とX線光電子分光分析(XPS)についてご紹介します。どちらの手法も試料に含まれている成分の種類とおおよその量を調べることができます。また、励起源がX線であるため、導体が絶縁体かに関わらず前処理なしに分析することが可能です。2つの手法で大きく異なる点として分析深さが挙げられます。XRFでは表面からおおよそ数十 μm に対し、XPSでは数 $\sim 10\text{ nm}$ 程度です。

表1にXRF(株リガク製ZSX PrimusIV)およびXPS(株アルバック・ファイ製PHI X-tool)を用いて同一のステンレス鋼SUS304を分析した結果を示します。SUS304はクロム18.0 – 20.0%、ニッケル8.0 – 10.5%を含むオーステナイト系ステンレスであり、最も広く普及するステンレス鋼です。鋼材表面には耐食性に優れたクロムを主成分とした不動態皮膜が形成されています。XRFでは鋼材自体の成分の規定値と良く一致していますが、XPSではクロムの濃度が26.9mass%と高くなっています。

ここで挙げた一例のように、各分析手法にはそれぞれの

特徴があり、目的に応じた手法の選択が必要です。ご興味がございましたらお気軽にお問合せください。

表1 XRFおよびXPSによるSUS304の分析結果

成分	XRF	XPS	成分	XRF	XPS
Fe	70.11	64.6	Mo	0.27	1.8
Cr	19.25	26.9	Co	0.21	ND
Ni	8.00	3.9	V	0.05	ND
Mn	1.15	ND	P	0.03	0.6
Si	0.46	2.1	Nb	0.01	ND
Cu	0.45	ND	S	ND	ND

(単位:mass%)

表面技術研究室 川瀬 聡
TEL (052) 654-9925