

ICP 発光分光分析法による工業材料中のほう素定量分析

北村 智子 無機分析化学研究部
村田 大輔 営業部門

要旨 ICP 発光分光分析法により各種材料中の無機元素を定量する際の分析値の確からしさは、溶液化方法の妥当性ならびにその出来不出来に依存する。本稿では、ほう素 (B) の定量を実施する場合に特に注意すべき点を紹介する。

1. はじめに

ICP 発光分光分析法 (ICP-OES) は、確度の高い無機元素定量値が得られる手法として、JIS 等の公定法に採用される対象試料も広がりを見せている。一方で ICP-OES によって高精度、高精度な結果を得るためには、目的元素を揮散あるいは沈殿させることなく完全に溶解する技術が必要である。溶液化方法は、分析試料や目的元素に応じて取捨選択する必要があり、さらに元素によってはその存在形態によっても注意すべき点異なる。

ほう素 (B) 化合物には B が炭素 (C) と結合している有機ほう素化合物と、C-B 結合を有しない無機ほう素化合物がある。有機ほう素化合物であるブチルボロン酸、無機ほう素化合物のボロンが有機物のアミノ基に配位している tert-ブチルアミンボロン錯体、無機ほう素化合物として代表的なほう酸を例として図 1 に示した。

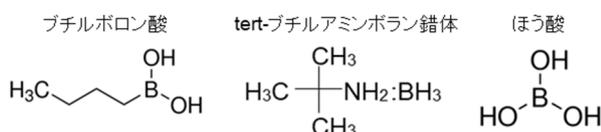


図 1 B を含む化合物の例

一般的に ICP-OES のための試料の溶液化方法として

は、(a) 硝酸や硫酸などを用いた開放系湿式分解法、(b) 有機物試料を灰化して酸に溶解する方法が多用される。筆者らはこれまでに標準試料の分析を通してこれらの溶液化方法の妥当性を検証し、目的元素への適用可否や注意点について検証してきた¹⁾。図 1 に示した化合物を (a) (b) の方法で溶液化し、B を定量した際の回収率を図 2 に示す。

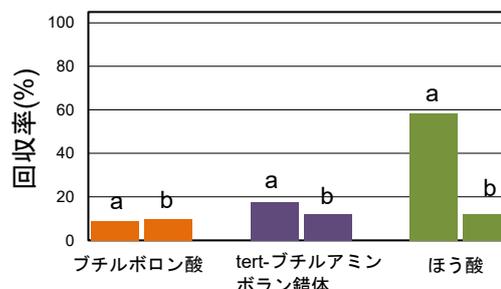


図 2 各溶液化方法による B の回収率
(a) 開放系湿式分解法、(b) 乾式灰化法

B は他の元素とは異なり、(a) (b) のような一般的な溶液化方法では正確な分析値を得られないことがわかる。著者らは既報にて、ふっ化水素酸を用いた開放系湿式分解法でほうけい酸ガラス試料を溶液化すると、B はふっ化物として揮発するため定量値が低値を示すことを紹介した²⁾が、有機ほう素化合物か無機ほう素化合物かに関わらず、ふっ化水素酸を使用しなくても B は揮発することが確認された。本稿では、特に有機ほう素化合物あるいは有機物中の B を正しく定量する方法について紹介する。