

高感度グロー放電質量分析 (GD-MS) による軽金属材料中の極微量成分の迅速定量

○山田 健太郎^{*1)}、上本 道久^{*1)}

■キーワード グロー放電質量分析、微量成分分析、アルミニウム、マグネシウム

1. 新しい高感度・高分解能 GD-MS による、極微量成分の固体ままでの迅速定量方法の確立
2. アルミニウム及びマグネシウムなどの軽金属材料中の不純物・極微量成分の定量
3. 従来型装置と異なる大きな放電電流 (約 70mA) 下での相対感度係数 (RSF) の実験的検討

■研究の目的

近年、新しい二重収束型の高感度・高分解能 GD-MS が開発され、先端材料の迅速な不純物・極微量成分の評価法の一つとして期待されている。本研究では、検出されるイオン強度比を分析元素濃度に変換するための係数である相対感度係数 (以下、RSF という) を、アルミニウム及びマグネシウム合金の標準物質を用いて実験的に求め、変化挙動を明らかにし、極微量成分の定量性向上を目的とする。

■研究内容

10 種類のアルミニウム合金及び 7 種類のマグネシウム合金標準物質を用い、それぞれ 26 及び 19 元素について実験的に RSF を求めた。使用装置は ELEMENT GD (サーモフィッシャーサイエンティフィック製) である。

RSF 値の測定結果は、RSD が低く (約 15% 以下)、安定している元素 (図 1 に $RSF_{Zn/Al}$ の例を示す。アルミニウム中では Si、Fe、Cu、Mn、Mg、Cr、Ni、Zn、V など、マグネシウム中では Al、Si、Ti、Mn、Fe、Ni、Cu、Ni、Zn、Ag、Cd など) と RSD が高く (約 15% 以上)、ばらつく元素 (図 2 に $RSF_{Pb/Al}$ の例を示す。アルミニウム中では Ti、Pb、Sn、Zr など、マグネシウム中では Y、Sn、La、Ce、Nd、Hg、Pb など) に大きく分かれる。また、Si 含有量の多いアルミニウム合金では、総じて RSF 値が低くなる傾向が見られた (図中に○で囲み示した)。

各合金で共通の RSF を算出し、用いた測定では、認証値とよく一致し、偏りの少ない分析値が得られた。しかしながら、上述した RSF 値の変動が大きい元素に関しては、測定される分析元素の濃度値の RSD も大きくなってしまふ。

この変動の要因としては、測定するスポット位置を変えて測定することから、偏析による試料中の元素の局在化の寄与が大きいと考えられる。また、各元素の放電によるイオン収率そのものの変動も要因となっていると考えられるため、偏析の大きな元素について実験的に RSF を求める場合は、偏析と他の要因による影響を分離し、偏析の影響を取り除いて RSF 値を評価する必要がある。

■研究の新規性・優位性

溶解操作を伴う高純度金属材料の不純物評価は測定が多元素にわたるため容易ではなく、新しい高感度型 GD-MS による迅速分析は、今後の先端金属材料評価の先駆となる。欧米では研究例が近年急速に増加しているものの、国内では研究例や公的研究機関への装置導入例はほとんどない。

■産業への展開・提案

- ① 高純度金属を用いた高機能金属製品の開発支援 (白色 LED のターゲット材など)
- ② 次世代軽金属材料 (航空機用マグネシウム・生体用チタンなど) の微量成分評価による先端金属材料開発・加工分野の製品開発支援
- ③ 軽金属材料の履歴評価による水平リサイクルの推進

本研究の内容は日本分析化学会第 63 年会で発表した。

*1) 城南支所

H25.4 ~ H26.3【基盤研究】GD-MS による高純度軽金属材料中の極微量成分定量法の確立による材料評価

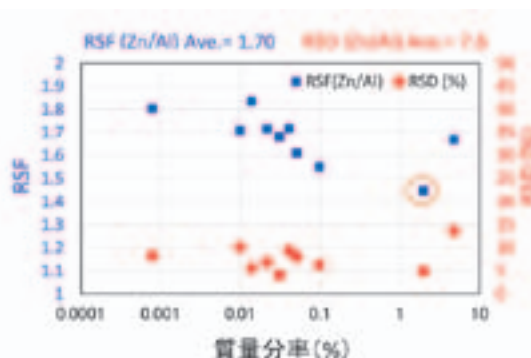


図 1. アルミニウム中の Zn の RSF 値及び RSD と質量分率との関係 (変動が小さい元素の例)

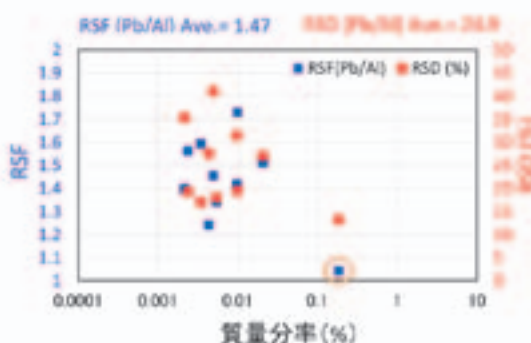


図 2. アルミニウム中の Pb の RSF 値及び RSD と質量分率との関係 (変動が大きい元素の例)