

マグネシウム材料中微量元素定量法に関する JIS 及び ISO 標準化

○上本 道久^{*1)}

■キーワード マグネシウム材料、微量成分分析、スズ、ベリリウム、標準化、ICP 発光分析法

1. ICP 発光分析法による、標準化のためのマグネシウム材料中微量元素の定量方法の確立
2. 共同実験による分析プロトコルの最適化と手法としての妥当性確認
3. JIS 提案による新規制定 (4 件) と ISO 提案 (2 件)

■背景

マグネシウム及びマグネシウム合金は、構造用金属材料の中で最も軽量で質量強度比が高く、環境対策省エネルギーが必要とされる輸送機器や携帯機器の分野で活用されている。マグネシウムは、人体に無害で資源としても豊富に存在し、他にも振動吸収性や電磁波遮断性に優れている。このため、用途及び材料開発も盛んで、航空機の分野でも耐熱性や耐食性を高めた新しい合金が採用されている。

この状況の中で、マグネシウム、マグネシウム合金ともに、ISO 及びそれに対応した JIS の標準規格が制定されている。特に純金属では環境対策を反映して、含有する微量元素（スズ、鉛など）の上限濃度について規制が強化されているが、分析方法が標準化されていなかったことから、分析値にばらつきが見られ、材料評価の信頼性に課題があることから、早急な標準化が期待されていた。また、ベリリウムは、合金の難燃性を高めるため微量添加されているものの、毒性が強くその含有量をモニターする必要がある。（一社）日本マグネシウム協会分析委員会委員長として、標記分析法の標準化に取り組んだ成果を報告する。

■標準化活動の内容

●共同実験の実施

本材料を取り扱う関連機関（公的研究機関、材料製造企業他）の間で共同分析を実施し、標準化すべき分析プロトコルの最適化とともに分析法の妥当性を確認した。標準化すべき分析方法としては、以下の考え方に沿った手法を構築する必要がある：

- a. 平易な手法であり、試料処理に分離濃縮などの特別な熟練技術を要さないこと
- b. 使用する装置・器具は、どの地域の分析室でも適用可能なこと（特に ISO の場合）
- c. 分析装置は複数機種用いて比較すること

ここでは、酸溶解-直接噴霧導入による ICP 発光分析法を選択し、マトリックスマッチングを伴う検量線法により測定した。手順として、まず分析プロトコルを作成して実験参加者に配布し、濃度既知の試料（認証標準物質：CRM）を用いた分析を指示することで、分析値の真度（かたより）と精度（ばらつき）を評価した。スズ及び鉛に関する測定結果を表 1 に示す。平均値は CRM が持つ認証値と一致しており、95%信頼区間は不確かさの範囲内あることが分かる。次に装置の測定パラメーターによる分析値の影響を調べ、最適な条件（マトリックス濃度として 2%（質量分率））を見出した。最後に市販の実試料について同様の共同実験を実施して手法の妥当性を確認した^[1]。

確立した分析法は、JIS 原案作成委員会を経て新規提案を行い、JIS 規格として制定された^{[2] [3]}。なお、カドミウムとベリリウムについても同様のプロセスで新規制定に至った^{[4] [5]}。ISO については、スズとベリリウムの分析法について、現在 TC79/SC5 にて Working Draft（作業原案）として審議中である。

表 1. 認証標準物質によるマグネシウム中スズ及び鉛の分析値

実験者番号	C _{Sn} /μg g ⁻¹	C _{Pb} /μg g ⁻¹
1-1	70	55
1-2	74	57
2-1	68	56
2-2	70	52
3-1	81	59
6-1	72	57
平均値	73	56
標準偏差	4.6	2.4
相対標準偏差	6.4	4.2
データ数	6	6
95%信頼区間	4.9	2.5
認証値	73	61
不確かさ	6	7

■今後の展開

審議中の ISO 規格の制定が急務である。また国際的な規制物質となった水銀に関する分析法の提案も必要である。材料における計測手法の標準化を通して、我が国の材料業界の発展に貢献していきたい。

参考文献

- [1] M. Uemoto, M. Nagaoka, and H. Fujinuma, Anal. Sci., Vol.25, pp.717-721 (2009)
- [2] JIS H1342:2008, マグネシウム及びマグネシウム合金中のスズ定量方法（日本規格協会）
- [3] JIS H1343:2008, マグネシウム及びマグネシウム合金中の鉛定量方法（日本規格協会）
- [4] JIS H1339:2010, マグネシウム及びマグネシウム合金中のベリリウム定量方法（日本規格協会）
- [5] JIS H1344:2010, マグネシウム及びマグネシウム合金中のカドミウム定量方法（日本規格協会）

*1) 城南支所