

ヘリウムスパーク放電発光分光分析法を用いた マグネシウム合金分析法の開発

林 英男^{*1)} 上本 道久^{*2)}

Analytical Method Development for Mg-Alloy Using Helium-spark-discharge Atomic Emission Spectrometry

Hideo Hayashi^{*1)}, Michihisa Uemoto^{*2)}

キーワード：定量分析，マグネシウム合金

Keywords : Quantitative analysis, Mg-alloy

1. はじめに

マグネシウム合金は、優れた機械的特性を有するため、携帯電話・ノート PC などの筐体に使われている。マグネシウム合金は、合金構成元素の種類と濃度によって機械的特性が変化するため、品質管理・規格判別のために成分分析が必要不可欠である。現在、マグネシウム合金のための成分分析法としては、試料を酸溶解して測定する分析法が一般的であり、測定結果を得るまでに時間と手間を要することが問題となっている。

一方、鉄鋼やアルミニウム合金の分析では、迅速・簡便な分析法として、スパーク放電発光分光分析法が用いられる。この分析法は、アルゴン雰囲気中で試料と対電極との間に放電を発生させ、生じた発光スペクトルを観測することで、金属試料中に含まれる合金構成元素や微量に含まれる不純物を同時に分析する方法である。一回の測定に要する時間は数十秒程度であり、多元素の同時定量ができることから、低コストで迅速な金属試料の分析法として品質管理などに活用されている。マグネシウム合金分析の迅速・簡便化を目的として、スパーク放電発光分析法を利用した分析が佐々木らによって検討されたが⁽¹⁾、合金構成元素によって最適な条件が大きく異なり、多元素同時分析が困難であることが問題となった。

そこで、本研究では放電ガスとしてヘリウムを用いたヘリウムスパーク放電発光分光分析法について検討し、マグネシウム合金分析の迅速・簡便化を試みた。

2. 実験方法

スパーク放電発光分光分析装置には、島津製作所製 GVM-1015S を用いた。マグネシウム合金標準物質には、

MBH Analytical 社製の円筒状試料 (45 mm φ×20 mm) を使用した。試料は使用の都度旋盤で切削し、平滑な新しい表面を測定面とした。この試料を放電台に取り付け、ヘリウムガスを流し (流速 6 L/min)、タングステン製対電極との間にスパーク放電 (電圧 300 V, 周波数 330 Hz) を発生させ、各元素の発光を測定した。なお、発光信号の測定にはパルス度数分布法を用い、マグネシウムの発光線を内標準線に用いた。表 1 に測定元素とその測光波長を示す。

表 1. 測定元素及び波長

Al	394.4 nm
Zn	334.5 nm
Mn	293.3 nm
Cu	224.2 nm
Si	251.6 nm
Mg (内標準)	278.2 nm

3. 結果及び考察

まず、通常アルゴンガスを放電ガスに用いて、マグネシウム合金標準試料を測定した。その結果、重要な合金構成成分である Zn の信号が非常に不安定であった。図 1a に Zn を 0.706% 含む試料を測定して得られた Zn の信号強度と頻度との関係を示す。放電によって得られた信号は、非常に幅広く分布し、発光強度が安定していないことを示している。Zn の第一イオン化エネルギーは 9.4 eV であり、他の元素 (Al: 6.0, Mn: 7.4, Mg: 7.6, Cu: 7.7, Si: 8.2 eV) に比べ高い値を有する。そのため、放電による励起が安定せず、発光信号強度が幅広い分布になったと考えられる。

一方、ヘリウムガスを放電ガスに用いて同じ試料を測定した場合、Zn の信号強度-頻度の分布は非常に狭く、鋭いピーク状の結果が得られた (図 1b)。ヘリウムの第一イオン化

^{*1)}材料グループ

^{*2)}経営企画室

表 2. 標準試料の定量結果

	定量値,%(mass)				
	Al	Zn	Mn	Cu	Si
65NH A31-T-91	3.06±0.03	1.04±0.02	0.26±0.02	0.025±0.001	0.12±0.006
保証値	3.06	1.098	0.256	0.0355	0.151
65NH A91-T-00	8.77±0.26	0.76±0.01	0.20±0.00	<0.01	0.01±0.00
保証値	9.06	0.76	0.203	0.0012	0.0095

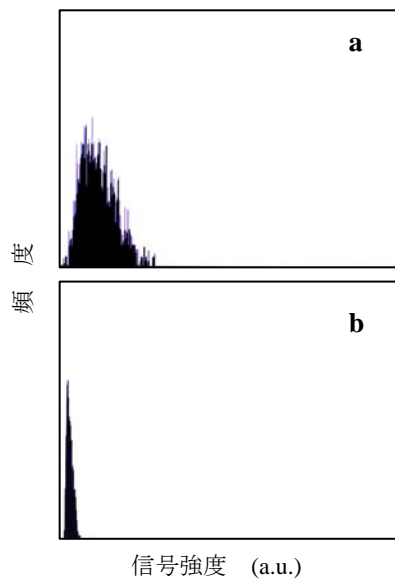


図 1. Zn の信号強度－頻度の関係
 a. アルゴンスパーク放電
 b. ヘリウムスパーク放電

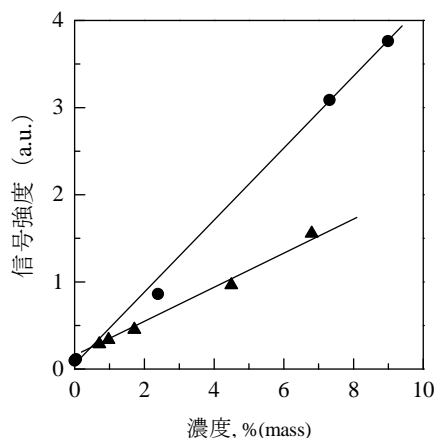


図 2. ヘリウムスパーク放電発光分光分析法による検量線 ●Al, ▲Zn

エネルギーは 24.5 eV であり、アルゴン (15.8 eV) に比べ非常に高い。またヘリウムは、熱伝導率もアルゴンに比べ桁高く、熱を伝えやすい性質を持つ。そのため、ヘリウムを放電ガスとして使用することにより、高い励起能力を有する放電が生じたものと考えられる。なお、測定するマグネシウム合金中の Zn 濃度が高くなるにつれて、信号強度－頻度の分布は右に移動し、濃度と頻度が最大となる信号強度との間には直線関係があった。また、Zn 以外の元素についても同様の結果が得られ、マグネシウム合金中の元素分析が可能であった。本分析法によって得られた Zn と Al の検量線の一例を図 2 に示す。

ヘリウムスパーク放電発光分析法の精確性について評価するため、2 種類の標準試料を測定した。その結果を表 2 に示す。いずれの元素についても安定した信号が得られ、多元素の同時分析が可能となった。表 2 にマグネシウム合金標準物質の測定結果を示す。いずれの元素についても、測定値は保障値とよく一致した結果が得られ、本分析法の有用性が示された。

(平成 20 年 7 月 7 日受付, 平成 20 年 8 月 18 日再受付)

文 献

- (1) 佐々木幸夫, 石田直洋, 佐藤健二:「光電測光式発光分析法を利用したマグネシウム合金分析法の開発」, 東京都立産業技術研究所研究報告, No. 7, pp. 33-36 (2004)