研究ノート

四極子型質量分析計を利用した アルミニウムのガス分析装置

前田 浩*・加藤 敏春**・村川 享男*

An apparatus for analyzing gases in aluminum by using mass filter

MAEDA Hiroshi*, KATO Toshiharu** and MURAKAWA Takao*

1. 目 的

アルミニウム中の水素ガスの分析法については加藤¹⁾、今林²⁾らの優れた総説があって、Ransleyの装置を始めとする種々の方法が紹介されている。質量分析を利用してガス分析をすることは、それらの総説にも記載されているように、決して新しい方法ではない。しかし著者らは大型の質量分析装置を用いなくて、安価なマス・フィルタを真空装置に組み込むことによつて、アルミニウム中の水素とその他のガスをじん速にかつ精度よく分析することに成功したので、ここにその概要を述べる。

2. 実験方法と結果

著者らが試作した装置は Fig. 1 に示すごとくである。

分析管として日本真空技術(株)製 4 極子型マス・フィルタ^{注)}を用いた。質量範囲は $M/e = 1 \sim 150$ である。なお質量分析計の測定圧力範囲は 10^{-6} Torr 以下であるから、回転ポンプ・油拡散ポンプ排気系に加えてイオンポンプを使用した。この装置の到達真空度は 2×10^{-8} Torr であった。

測定にさいしてはまず固相抽出あるいは溶融抽出した全ガスをガス溜に溜め、そのときの全ガス量は回転型マクレオド真空計の読みから計算する。つぎにこの抽出ガスをリークバルブを通して分析管に入れる。ここで各ガス成分はイオン化され、分子数に比例したピーク高さを持つ Fig. 2 のような質量スペクトルが得られる。アルミニウムおよびその合金の場合、抽出ガスの成分はほとんどが水素で、他に CH_4 , N_2 , H_2O , Ar , CO_2 , O_2 などが

Fig. 1 Apparatus for analyzing gases in aluminum.

* 昭和電工(株) (東京都) Showa Denko K.K. (Tokyo).

** 兵庫県立工業試験所 (神戸市) Industrial Research Laboratory of Hyogo Prefecture (Kobe).

Fig. 2 Mass-spectrum of gases extracted from aluminum.

検出された。

各分子のイオン生成率は同一ではないから、それぞれのイオンのピーク高さにイオン化確率をかけて補正した上で抽出ガスの成分比を求めなければならない。なお各ガスのイオン化確率は本装置に用いたマス・フィルタに添付されている日本真空技術㈱のデータを利用した。また水素ガス等の量はこのようにして求めた抽出ガスの成分比とさきに測定した全抽出ガス量の値から求めた。実際に純アルミニウムインゴット、6063ビレットなどから切り出した試料について、著者らの質量分析法と従来一般に行なわれている Ransley 法の両者について比較測定したところほぼ等しい値を得た。**Table 1** はあるアルミニウム合金材料について著者らの方法で分析を行なった結果の一例である。なおこれらの数値は真空装置そのも

Table 1 An example of gas analysis in aluminum alloy (melting method).

sample No.	No. 1	No. 2
constituents		
total gas (cc/100g)	0.300	0.308
H ₂ (cc/100g)	0.296	0.304
CH ₄ (cc/100g)	0.001	0.001
N ₂ (cc/100g)	0.003	0.003

のから発生すると考えられるガスおよび残存ガスを除去した値である。

3. ま と め

アルミニウム中のガス分析法として著者らが試作した装置を用いた質量分析法は、従来の Ransley 装置でマクレオドゲージを用いてガス圧を測定するよりもはるかに簡単に、水素およびそれ以外のガスについても定性および定量分析を実施することが可能である。また最近マス・フィルタが安価で入手でき、その性能も向上しているので、このようなガス分析装置を組立てることはむずかしいことではない。

感謝：本装置を試作するにさいして、茨城大学今林守教授の貴重なお助言を得たことを付記し、感謝の意を表す。

注) 4極子型マス・フィルタは**Fig. 3**のように4本の円柱状電極を平行に配置し、その中心軸に沿ってイオンビームを通過させるようになっている。入射されたイオンの中で

$$M/e = \frac{1}{7.219} \cdot \frac{V}{f^2 r}$$

の条件を満たすものだけが電極を通過し、その他のイオンは電極に衝突し、結局上式の質量数をもつイオンだけがイオン電流の測定対象となる。なお M : 質量数, e : 電荷数, V : 印加交流電圧, U : 印加直流電圧, f : 周波数, r : 円筒空間の半径である。

参 考 文 献

- 1) 加藤：軽金属溶接, No. 102, 343; No. 105, 473; No. 106, 545; No. 107, 567; No. 108, 608; No. 114, 271 (1971).
- 2) 今林：軽金属, 23, (1973), 38.

Fig. 3 Schematic structure of four-pole type mass filter.