



ORIST

# Technical Sheet

No. 10013

## ネオジム磁石の成分分析

キーワード：ネオジム磁石、ランタノイド系希土類金属、蛍光X線分析、ICP-AES、ICP-MS

### はじめに

昨今、ハイブリッド車の普及、エアコンの低電力化などでモーターに使用されるネオジム磁石の重要性が高まっています。この磁石に含まれるネオジムなどのランタノイド系希土類金属は資源確保の問題が生じており、今後、製品の元素濃度の管理、リサイクルなどにおいて高精度な分析が必要となってきます。

しかし、ランタノイド系希土類金属は元素相互の化学的性質が著しく類似し、分析が困難な元素として知られています。

ここでは、ネオジム磁石の成分を取り上げ、構成元素の定性並びに定量分析法の検討結果とポイントを紹介します。

### 定性分析

ネオジム磁石の分析では、含有される成分が多種類にわたることから、構成元素の定性分析が必要です。この方法としては試料を非破壊で簡易迅速測定できる蛍光X線分析が有効です。蛍光X線分析は分析試料にX線を照射し、そこから発生する特性X線により、含有元素を測定する分析法です。この分析では、X線の強度データを、ファンダメンタル・パラメータ法により解析、計算することによって含有成分のおおよその定量値を得ることができます。なお、この分析法ではネオジム磁石の主要成分であるボロンの分析感度が低いという問題点があります。

ネオジム磁石の蛍光X線分析例を図1に示します。検出されるX線ピークが多く、ネオジム磁石には多様な元素が含まれていることが判ります。また、各元素の特性X線のピークの重なりが認められ、特にランタノイド金属である Dy、Tb、Ho、Gd の重要な成分に対して分析精度が低くなることが判りました。最終的にはこれらの元素の有無の確認には誘導

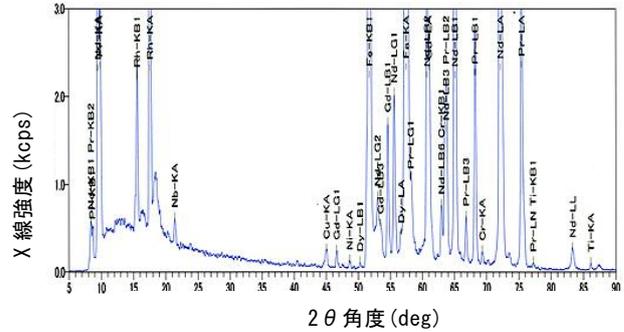


図1 ネオジム磁石の蛍光X線分析例

結合プラズマ発光分析(ICP-AES)等による定性分析が必要と判断されます。

### 定量分析

蛍光X線による定性分析結果を参考にして、磁石の定量分析を進めます。定量分析にはICP-AESを用いました。ICP-AESは溶液化した分析試料を高温のプラズマ中に噴霧し、励起により得られた発光スペクトルにより、元素の種類、含有量を測定する方法です。

ネオジム磁石の溶解には、塩酸：硝酸：水、(1：1：2)の混酸を用い、加熱分解することで試料溶液を得ます。ただし、ボロンの分析ではピアレックスガラスを用いると、ボロンの溶出による汚染が発生するため、テフロンビーカーの使用が必要となります。また、ニオブを含有する場合には、別処理が必要となるなど、分析対象の元素によって、分解法を選択する必要も生じます。

ICP-AESの分析の課題としては、分析波長での他の元素のスペクトルの重なりがあげられます。特にネオジム磁石では主要成分であるネオジムの発光スペクトルが他元素の波長に干渉し、分析精度に大きく影響します。

これを避けるためにはマトリックス・マッチング法を用います。この方法は分析の標準

となる標準溶液の酸の種類と濃度、共存する主成分元素濃度などを分析試料溶液と近似させ、これらの影響を同様にして分析する方法です。

ネオジム磁石の場合はまず、主成分である鉄をマトリックス元素としてネオジムの含有量を分析し、その結果に基づき、鉄、ネオジムの2成分をマトリックス元素とすることで、他の成分についての高精度な分析を行うことができます。

しかし、この方法を用いても干渉が多く、ピーク形状が良好ではない元素が存在します。ランタノイド金属ではTb、Pr、Hoなどが相当します。このため、誘導結合プラズマ質量分析(ICP-MS)による分析を検討しました。

ICP-MS分析は試料溶液のプラズマ導入まではICP-AESと同じですが、元素の検出方法が質量分析となっている分析法であり、非常に高感度であることが特徴です。質量分析では溶液中の含有成分をイオン化して質量分析計に導入するため、溶液の濃度が高いと、分析計の汚染が生じます。したがって、ICP-AESと同濃度の試料溶液では濃すぎることから、分析元素の濃度を考慮して、これを適切に希釈する必要があります。

図2にPrの検量線の例を示します。ICP-AESで分析精度が低かったPr、Hoに関して、良好な検量線が得られ、高精度な分析が行えることがわかりました。

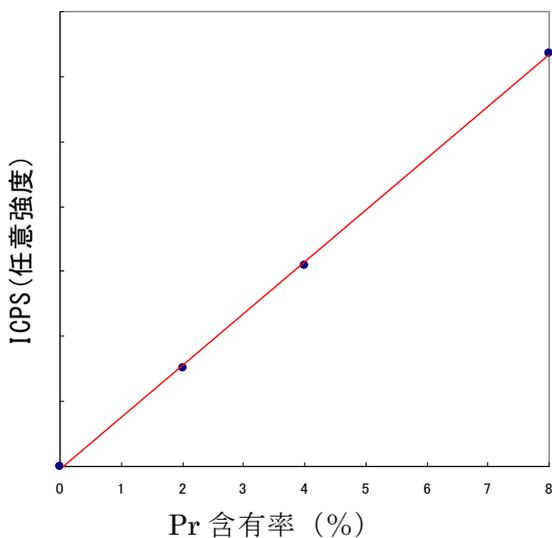


図2 ICP質量分析のPrの検量線の例

ICP-MSではICP-AESで生じた様な波長干渉はありませんが、複合イオンによる質量干渉が生じます。特にNdは多くの同位体が存在しており、その酸化物イオンが他の希土類元素の質量に重なります。

ICP-MSの場合、ある程度マトリックス・マッチング法で対応できましたが、質量干渉の影響が大きかったTbでは、十分な補正ができず検量線の精度が低い結果となりました。

ICP-MSで分析が困難なTbに関しては、ICP-AESでも、他の希土類の波長干渉を大きく受けまます。そのため、ICP-AESでのTbの分析を進めるに当たって、主成分のFeに加え、干渉元素であるNd、Dy、Pr、Hoの全てをマッチングさせる方法を試み、図3の様に標準試料の濃度に比例した発光強度が得られました。その結果、良好な検量線が得られ、精度の高い分析が可能となりました。

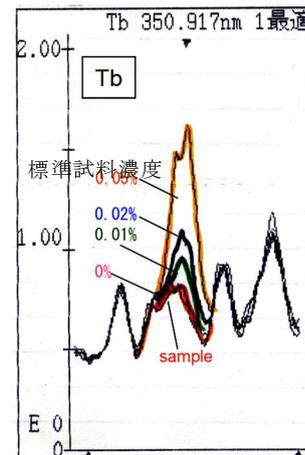


図3 Nd、Dy、Pr、HoをマッチングさせたTbのピーク例

### おわりに

多元素から構成されるネオジム磁石の分析にあたっては、蛍光X線による定性分析を活用し、構成元素を特定して、これに基づいてICP-AES、ICP-MSを組み合わせ、定量分析を行うことにより、高精度の分析が可能でした。この場合、元素間の干渉を把握し、それに対応した分析法を活用する必要があります。