

(345)

鉄鋼中微量希土類元素の定量

住友金属工業株式会社 中央技術研究所 ・猪熊康夫 遠藤 文

1. 緒 言

希土類元素処理鋼中の全希土類元素含有率は、ほとんどの場合、0.1%以下と微量のため、化学分析法では感度の点に問題があった。そこで、感度の良好なふっ化物分離・蛍光X線分析法について検討を行ない、La, Ce, Pr, Nd および Sm の⁵元素を1 ppm まで定量できる分析方法を確立することができた。

2. 分析方法の要旨

試料を塩酸と硝酸で分解し、過塩素酸を添加して白煙を発生させる。大部分のCrは塩化クロミルとして揮散除去し、塩類を水で溶解し、りん酸を加えて再び過塩素酸の白煙を発生させる。冷却後、塩類を水で溶解してポリエチレン製のビーカーに移し、塩酸ヒドラジン溶液を添加してCeなどを還元する。ふっ化水素酸とふっ化アンモニウムの混合溶液を加え、つぎにYを共沈剤として添加したのち、ふっ化物の沈澱を沸騰水浴中で熟成させる。このふっ化物沈澱をメンブランフィルター(0.2 μ)で炉別乾燥したのち、蛍光X線分析法により希土類元素を定量する。

3. 実験および結果

- 3-1 測定条件 理学電機製蛍光X線分析装置1KF-4型を用いて検討を行ない、以下の条件で測定を行なうことにした。X線管球(W), 管電圧(50KV), 管電流(40mA), 分光結晶(LiF)分析線: La(Lα₁), Ce(Lβ₁), Pr(Lβ₁), Nd(Lβ₁), Sm(Lβ₁), なおCe Lβ₁はNd Lα₁の重複補正する。
- 3-2 ふっ化物沈澱分離条件の検討 過塩素酸の共存量はその増加とともに沈澱の回収率を低下させるが、ふっ化アンモニウムを5g添加することにより、その影響を除去することができた。また、Wなどの塩の析出を防止するため添加するりん酸も僅かではあるが、沈澱の回収率を低下させるので、添加量を一定にする必要がある。ふっ化アンモニウム5g共存下では、ふっ化水素酸を2.5ml以上添加することにより、沈澱の回収率は一定となることが認められた。さらに、共沈剤としてYを1~5mg添加することにより、50μg以下の微量域の回収率を一定にすることができた。しかし、それ以上の添加は希釈効果等により低値の傾向を示した。

- 3-3 共存元素の影響 主成分であるFe量は溶液中に2g共存しても希土類元素の回収率には影響を与えないことが認められた。Mn, VおよびSiが共存する場合には、その共存量とともにCeの回収率が低下する傾向が認められたが、塩酸ヒドラジンでCeおよび共存元素を還元することにより、この影響を除去することができた。その他の元素は希土類元素の定量には影響を与えないことが確認できた。

- 3-4 分析精度 本法の定量度は、La, Ce, Pr, Nd および Smとも10μgの水準で、変動係数にして2.9~3.6%, 500μgの水準で1.4~1.8%と非常に良好であった。さらに、実際試料の分析結果においても良好な結果の得られることが確認された。なお、検量線の一例を右図に示す。

また、本法による定量値を標準値とすることにより、固体試料のまま直接定量が可能なることも確認できた。

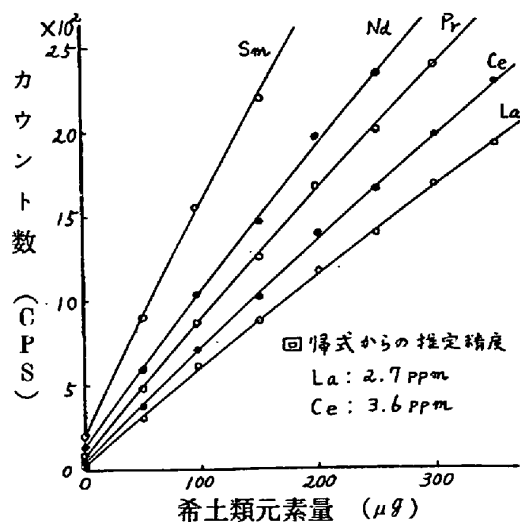


図 検量線の一例