

ノート

アーク発光分光分析の雰囲気制御による希土類元素の測定

樋口 智寛^{*1)}

Analysis of rare-earth metals by controlling atmosphere on arc optical emission spectroscopy

Tomohiro Higuchi^{*1)}

キーワード：希土類，アーク発光分光分析

Keywords：rare-earth metals, arc optical emission spectroscopy

1. はじめに

希土類元素は磁性・光学材料として用途が広がり，これに伴い，これらを含む異物の発生機会が増加している。異物が発見された場合，発生原因を特定する手段の一つとして，それらの定性分析が行われる。産技研では，試料の酸分解等の前処理を行わず，固体および液体に含まれる主に金属元素の多元素同時定性分析が可能という事から，アーク発光分光分析法を依頼試験に多用している。しかし，大多数の希土類元素のアーク発光線は，大気等に起因する発光線（シアンバンド，約 350-550 nm 付近）と重複し，通常の測定では含有量によらず同定不可能である。そのため，希土類元素の含有が疑われる場合，他手法による分析も必要となるが，異物や付着物は試料量が少ないため分析が不可能な場合も多い。本研究ではアーク発光分光分析による希土類元素の定性が可能となる測定法の開発を試みた。

2. 実験

実験には DC アーク発光分光分析装置（Jarrell-Ash 製，AURORA）を用い，電極間隔 2 mm，励起電流 12 A，励起時間 50 s とした。対極および補助電極には，炭素棒（Carbon of America 製）を，コーンおよびカップ型に成型して用いた。希土類元素の内，一般的に用いられるランタノイド系元素のアーク発光線は 350-500 nm 付近である。今回，この波長領域をほぼ満たす 378，401，411 および 430 nm に主なアーク発光線を有する酸化ネオジム（和光純薬工業製，99.9%）を，炭素粉と混合して濃度を調整し，試料として用いた。

シアンバンドは，炭素と窒素との反応により発生するため，希土類元素の発光波長と重複しない発光線を有するアルゴンに装置発光部を置換した⁽¹⁾。アルゴン流量，置換時間，噴射位置を変更し，シアンバンドの発生挙動を観察し，希土類元素の定性が可能となる条件を得た。

3. 結果および考察

図 1 に酸化ネオジムのアーク発光挙動を示した。矢印（四

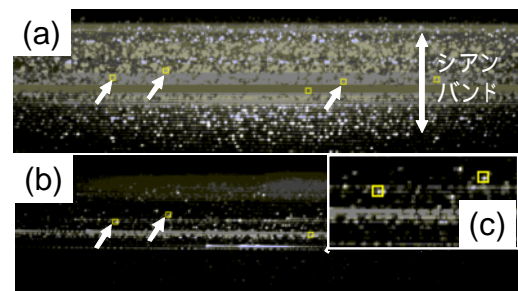


図 1. 測定雰囲気による酸化ネオジムのアーク発光挙動 (a)大気雰囲気，(b)アルゴン雰囲気，(c)(b)のネオジム発光線の拡大像，ネオジム元素濃度：約 7 % (m/m) 矢印（四角枠）によりネオジム発光線が観測される位置を示した。

角枠）により，ネオジムの発光線が観測される位置を示した。本装置はエッセル回折格子により，得られる回折パターン（縦方向：波長，横方向：回折次数）は二次元となる。図 1 (a) は大気中における発光挙動であり，シアンバンドの発光とネオジムの発光が重複し，含有の判定は不可能であった。発光部をアルゴンに置換していくと，シアンバンドの発光が低減していき，電極から約 5 mm の位置へアルゴンを同軸上の二方向からそれぞれ $1.67 \times 10^{-4} \text{ m}^3 \text{ s}^{-1}$ ，600 s 流し，その後，アルゴン流量を保持しながら測定を行うと，図 1 (b) の様にシアンバンドの発光強度が著しく低下した。図 1 (c) に示した図 1 (b) の拡大像において，ネオジムの発光線が明確に確認され，容易に含有の判定が可能となった。また本法による，ネオジムの検出下限は約 0.01 % (m/m) であった。

4. まとめ

アーク発光分光分析による定性分析について，アーク近傍へ同軸上の二方向からのアルゴンの噴射により，シアンバンドを大きく低減させることができた。これらから，ネオジムを初め，希土類元素の含有を容易に判定することが可能となったと推察される。

（平成 21 年 7 月 3 日受付，平成 21 年 10 月 5 日再受付）

文 献

- (1) 佐々木，山崎，鈴木，石田：「アーク発光分光分析による鋼材中の炭素分析方法の開発」東京都立産業技術研究センター研究報告，1，118 (2006)

*1) 材料グループ