

(264) 鉄鋼およびニッケル基合金中タンタルの定量 (ビクトリアブルー B ペンゼン抽出吸光光度法)

住友金属工業(株)中央技術研究所 ○猪熊康夫 遠藤 丈

1. 緒 言

Taは熱中性子吸収断面積が大きいので、原子炉構造材においてNbに共存するTaが問題となり、その分析が要求される。しかし現行JIS法のピロガロール吸光光度法では精度が悪く、しかも微量の定量は感度不足のためできない。そこで、Nbなど共存元素の影響を受けない定量方法について検討を行い、2 ppmまでのTaを精度良く定量できる方法を確立した。

2. 分析方法の概要

試料を王水で分解したのち、硫酸、りん酸及びふっ化水素酸を添加して硫酸の白煙を発生させる。冷却後、塩類を水で溶解したのち、ふっ化水素酸及びビクトリアブルー B を添加してTaとの錯体を生成させ、これをベンゼンで抽出する。同時に抽出されるNbの錯体は試薬濃度が試料溶液と同一の洗浄液にて洗浄除去したのち、630 nmにおける吸光度を測定してTaを定量する。

3. 実験及び結果

3.1 呈色及び抽出条件の検討 Ta-ビクトリアブルー B 錯体生成時の硫酸及びふっ化水素酸の濃度については、3~4 Nならびに0.6~1 Nにおいて一定の吸光度が得られる。りん酸は3 ml/50 mlまでは影響しない。ビクトリアブルー B は0.1%溶液を10 ml/50 ml以上添加すればよい。錯体はベンゼン、トルエン及びキシレンで抽出可能であるが、感度の点でベンゼンが最大であり、抽出振とう時間は30秒で十分である。抽出した錯体はポリエチレン分液漏斗中では安定であるが、吸収セル中では吸光度が低下するので、吸光度測定前にベンゼン相で十分に洗浄して吸光度の安定化をはかる。

3.2 共存元素の影響 Fe 0~1 gの共存は錯体の生成及び抽出には全く影響しない。Cr⁶⁺、V⁵⁺及びWは分相を悪くするが、アスコルビン酸を添加することにより、この問題は解決できる。Bは正の誤差を与えるので、メタノールを添加して揮散させる必要がある。Nb錯体も同時に抽出されるが、硫酸、ふっ化水素酸、りん酸及びビクトリアブルー B の濃度が試料溶液と同一の洗浄液で洗浄することにより除去できる(図1)。図1でNb添加において若干高値を示しているのは、Nb中のTaのためである。Ni及びCrの影響は図2に示すように全く認められない。

4. 分析精度及び実際試料の分析結果

本法の分析精度はTa含有率が0.003~0.02%の試料で、変動係数にして3~5%と良好であった。さらに鉄鋼及びニッケル基合金の実際試料の分析においても良好な結果が得られ、また本法は操作も比較的簡単で、しかも精度も良く、日常作業分析法として十分適用できることが確認できた。

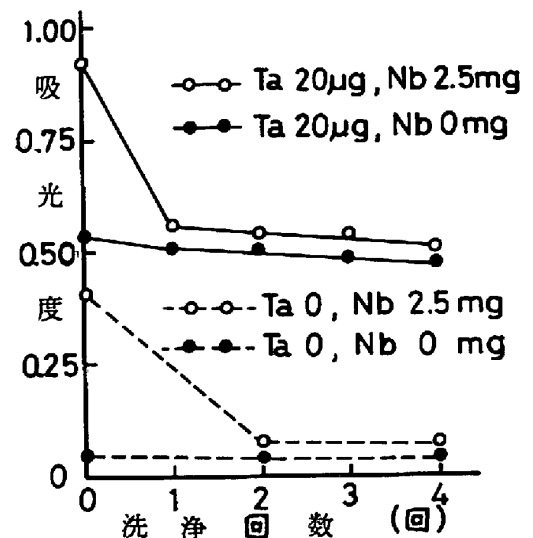


図1. 洗浄によるニオブの除去

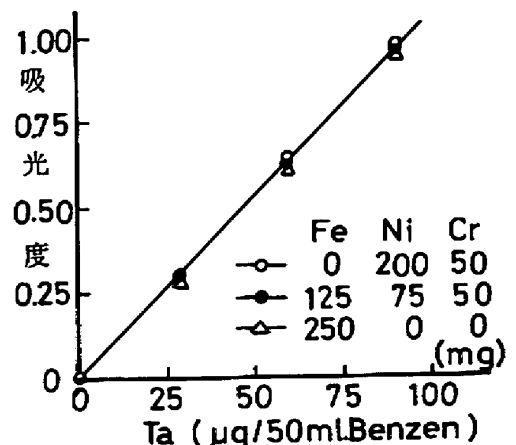


図2. ニッケル、クロム量の影響