

(426)

水酸化ビスマス共沈分離-誘導結合プラズマ発光分光分析法によるバナジウムおよびバナジウム合金中の不純物元素の定量

日本鋼管(株) 中央研究所 ○ 剣持孝子 磯部 健
吉川裕泰 岩田英夫

1. 緒言

新しい金属材料としてチタン, チタン合金等多くの材料が開発されている。これら材料の評価技術の1つである分析手法は, 鉄鋼材料ほど整備されていない。そこで筆者らは, バナジウム, バナジウム合金を例にとり, その不純物元素の定量法を検討したので以下に報告する。

2. 方法の要旨

試料を酸分解し, ビスマス溶液(5 mg Bi/ml) 2 ml 及び過酸化水素水 2 ml 添加後, 15%水酸化ナトリウム溶液でpH12に調整する。目的元素はこのpHで水酸化物をつくるが, これらを水酸化ビスマスの沈澱に共沈させることにより, 完全にマトリックスから分離して捕集することが出来る。一定時間放置後, 沈澱をろ別し, 塩酸(1+1)20mlで溶解, 水で定容とした後, ICP発光分析法により定量する。

3. 試薬及び装置

試薬類は全て特級品を使用した。また, 基礎検討に用いた各種金属溶液は, 99.9%又は99.99%以上の金属を各種酸に溶解して調整した。ICP発光分光分析装置はセイコー電子工業製JY48Pを使用した。

4. 検討結果

(1) 水酸化ビスマス沈澱時におけるバナジウムの共沈を調査した結果, 過酸化水素水を添加することで完全にバナジウムを分離することができた(Fig.1)。

(2) バナジウム 500mgに各元素 50μgを添加した場合の回収率と精度をTable 1に示す。両性元素などを除き, R.S.D. 5%以内と良好な結果が得られた。Cr, Pb, Sn, Alは[Cr(OH)₄]⁻, [Pb(OH)₃]⁻, [Sn(OH)₃]⁻, [Al(OH)₄]⁻としてイオン化し, 共沈しない⁽¹⁾。さらにMo, W等もオキソ酸陰イオンを生成するため, 本法は適用できないと考えられる。

(3) 実試料として金属バナジウム, バナジウム合金(G.f.E.製)中のMg, Mn, Ni, Cu, Ti, Zr, Fe, Coの8元素を定量し, 良好な結果を得た(Table 2)。

参考文献

(1) 高木誠司 定性分析化学(南江堂) 1984

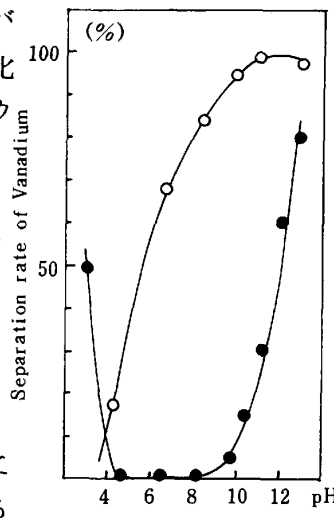


Fig.1 Separation of Vanadium from Bismuth hydroxide (●) without H₂O₂ (○) with H₂O₂

Table 1 Recovery of elements in Vanadium and reproducibility

Element	Added/ μg	Found/ μg	R.S.D (n=4)%	Recovery %
Mg	50.0	48.3	1.5	96.7
Mn	50.0	49.0	1.4	97.7
Ni	50.0	47.4	3.5	94.8
Cu	50.0	46.3	0.9	92.6
Ti	50.0	48.1	3.6	96.1
Zr	50.0	46.9	2.3	93.7
Co	50.0	46.9	4.4	93.8
Fe	50.0	49.5	4.4	99.0
Cr	50.0	27.0	1.8	53.8
Pb	50.0	30.7	10.9	61.2
Sn	50.0	*	—	—
Al	50.0	*	—	—
Ca	50.0	30.8	25.3	61.6

Not detected

Table 2 Analytical results of Vanadium and vanadium alloy(%)

Samples	Mg	Mn	Ni	Cu	Ti	Zr	Fe	Co
Vanadium-1 (\bar{x})	0.008	0.043	0.024	0.003	0.075	0.001	1.4	0.011
(σ)	0.001	0.002	0.0003	0.0003	0.003	0.0002	0.06	0.0004
Vanadium-2 (\bar{x})	0.0003	0.026	0.017	0.003	0.010	*	0.57	0.003
(σ)	0.00005	0.002	0.0003	0.0003	0.001	—	0.03	0.0001
V-Al alloy (\bar{x})	0.0128	0.033	0.004	0.002	0.009	0.0006	0.34	0.001
(σ)	0.0025	0.0007	0.0002	0.0001	0.0004	0.0001	0.004	0.0001

* No detected
** GfE