

(408) イオンクロマトグラフィーおよび誘導結合プラズマ発光分光分析法による 希土類磁石 (Sm-Co, Nd-Fe-B系) の分析

川崎製鉄(株)技術研究本部 ○藤本京子 岡野輝雄 松村泰治

1. 緒 言

希土類元素は化学的性質が互いに類似しており、個々の元素の分離定量にはイオン交換分離、沈澱分離など煩雑な方法が用いられてきた。そこでイオンクロマトグラフィー (IC) による希土類相互の分離定量法を検討し、希土類磁石に適用して良好な結果を得た。さらにその他の不純物及び主成分分析にはICP分析法を用い、簡便、迅速な分析方法を確立した。

2. 実験結果および考察

2.1 イオンクロマトグラフィーの適用

(1) 希土類検出方法の検討：ICで分離した各希土類元素の検出に吸光度法を用いるために発色試薬¹⁾を検討し、感度、選択性等からアルセナゾⅢを使用した ($\lambda_{max} = 655nm$)。また発色時の pH は 2.5 付近が最適であり、溶離液の濃度、pH に応じて発色試薬の pH を調整した。

(2) 溶離液の検討：溶離液として EDTA、しゅう酸、くえん酸を選択、比較し、各元素の分離状態、発色の感度からしゅう酸とくえん酸を混合 (10mM+7.5mM) して用いることにした。また Dy, Sm, Nd, Pr を早く分離するために溶離液の pH は 4.1 に設定した。本法によるクロマトグラムを Fig. 1 に示す。

(3) マトリックス (Sm, Co, Nd, Fe) の影響：Co は $3000\mu g/ml$ の共存まで影響しない。一方、Fe 量の変動により各元素の溶出時間および波高が変化するが、ピーク面積を測定すればこの影響は消去できる。しかしマトリックスが希土類の場合、高濃度ではカラムが飽和してベースラインの回復に長時間を要した。そのため希土類マトリックス共存量は $500\mu g/ml$ 以下にする必要があった。

2.2 ICP 分析法の適用：IC では溶出の遅い La・Ce、希土類以外の不純物元素および主成分分析について検討した。ここではスペクトルの重なりとバックグラウンド (B. G.) について調査し、マトリックスによる近接線のない分析線を選択した。B. G. はマトリックス組成の変動 (Sm, Nd 30~60%) により変化するが、検量線勾配はほぼ一定であったので検量線を一元化し、同時に分析した主成分量から求められる B. G. 値で補正した。

2.3 希土類磁石への適用：分析結果の一例を Table 1. に示す。主成分については IC と ICP の結果を合わせ示したが、両者はよく一致しており、他の元素についても良好な精度で分析できた。

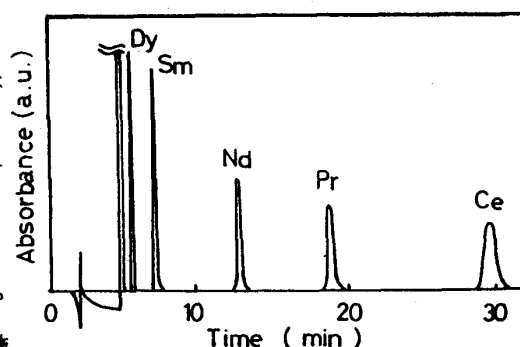


Fig.1 Chromatogram of rare earth metals

3. 結 言

希土類マトリックス中の希土類および不純物を IC と ICP で簡便に定量する方法を確立した。本法を希土類磁石分析に適用した結果、主成分、不純物成分共、精度よく分析できた。

Table 1 Analytical results of rare earth permanent magnet

n = 5 (%)

		Sm		Co *	La *	Ce *	Dy	Nd	Pr	Si *	Ni *	Cr *	Fe *	Cu *
Sm-Co	\bar{X}	35.23	35.18*	64.02	0.116	0.075	<0.03	0.26	0.36	0.015	0.018	0.009	0.080	0.005
	σ	0.35	0.49	0.54	0.002	0.001	—	0.006	0.009	0.002	0.001	0.000	0.003	0.001

*) By ICP

参考文献 1) Hwang, et al.: Analyst, 106, 869 (1981)