(日本化学会誌, 1991, (11), p.1559~1561)

© 1991 The Chemical Society of Japan

メタル炉原子吸光法によるイッテルビウムの定量

(1991 年 5 月 13 日 受 理)

根 岸 章*・大山 敏男・小 柳 昌 健・角 田 昭 夫・鶴 見 近 夫

1 緒 言

近年, 希土類の分析法として, 誘導結合プラズマ発光分光分析法 (以下, ICP-AES と略記する), 蛍光 X 線分析法, 原子吸光分析法などが適用されている。

原子吸光法はフレイム法とグラファイト管を用いたフレールレス法による報告が多数みられる¹⁾²⁾。前者は, あまり感度が大きくなく, 応用分析の際に感度が不足することがある³⁾。後者は前者より感度は大きいものの, 炉材と測定元素との反応, 試料溶液の炉材へのしみ込みなどの問題点がある。一方, メタル炉を用いる方法はこれらの点が解消され, 感度上昇が見込まれる。そこで本実験は, メタル炉によるイッテルビウムの定量法について検討した。さらに, 実試料への応用を図るため, 希土類元素を多量に含む鉱石について硫酸分解法を適用し, イッテルビウムの直接定量の可能性について検討した。

2 実 験

2.1 装置

装置はセイコー電子工業製 SAS-760 型およびメタルフレイムレスアトマイザー SAS-705 V 型を用いた。メタル炉にはタングステン U 型を使用した。また, ICP-AES は同社製多元素高速シーケンシャル型 SPS-1500 を使用した。

2.2 方法

試料はすべて, 0.1 M 塩酸溶液とし, メタルボート上に 10 μ l 注入し, 表 1 の条件で原子吸光測定を行った。

実試料とした鉱石の処理は次のように行った。

鉱石を粉碎し, 150 メッシュを通過した微粉末を 110 $^{\circ}$ C の乾燥器で, 1 時間乾燥した。この試料 0.2~1.00g 精秤し, 濃硫酸を 25 ml 加え, 砂浴上で約 300 $^{\circ}$ C, 2.5 時間加熱した。放冷後, ゆっくりとかきまぜながら, 水 50 ml を加えた。1 時間静置した後, 濾過 (No. 5 C) し, 濾液は 200 ml メスフラスコに受け, 水で標線まで希釈して試料原液とした。測定に際しては, この試料原液を 0.1 M 塩酸溶液で, ゼノタイムは 2000 倍に, その他は 1000 倍に希釈した。

3 結 果 と 考 察

3.1 測定条件の検討

イッテルビウム 100 ppb (0.1 M 塩酸) 溶液を用いて, 機器パ

ラメーターを設定した後, 乾燥, 灰化, 原子化の各段階の温度および時間について検討した。その結果を表 1 に示す。この条件で検量線を作成した結果, 0~80 ppm において良好な直線性が得られた。感度は 7.0×10^{-10} mg/ml/1% であった。

3.2 各種鉱酸の影響

各種鉱酸 (塩酸, 硝酸, 硫酸, 過塩素酸, リン酸) の共存によるイッテルビウムの吸光度に与える影響について検討した結果を図 1 に示す。塩酸は 2.0 M までほぼ一定な吸光度が得られた。他の酸については, 濃度変化による吸光度の変動が大きく, 不安定であった。硝酸および過塩素酸は濃度増加により, メタルボート表面の劣化が見られた。また, 塩酸および硝酸以外の酸は濃度が増加すると, 白煙を生じたり, テーリングといった現象が見られた。よって, 試料溶液の希釈は 0.1 M 塩酸とした。

Table 1 Measurement conditions

Wavelength	: 398.79 nm
	Photometric mode : HEIGHT
Lamp current	: 7 mA
	Gas flow rate (Ar) : 5 l/min
Slitwidth	: 0.27 nm
	Gas flow rate (H ₂) : 1 l/min
Measurement time	: 5 s
	Sample volume : 10 μ l
Response	: 0.03 s
Indicated :	
temperature ($^{\circ}$ C)	250 250 1150 1200 2600
time setting (s)	25 10 15 10 2

Fig. 1 Effect of acid concentration (Yb: 50 ppb)

芝浦工業大学工業化学科 108 東京都港区芝浦 3-9-14

1) D. R. Thmerson, W. J. Price, *Anal. Chem. Acta.*, **72**, 188(1974).

2) A. Mazzucotelli, M. Galli, *Analyst*, **107**, 104(1982).

3) 藤野 治, 松井正和, *分析化学*, **31**, 241(1982).

Fig. 2 Interference of coexisting elements on ytterbium (Yb: 50 ppb)

Table 2 Determination of ytterbium in minerals (wt%)

Sample	This work	ICP-AES ^{a)}	ICP-AES ^{b)}
Xenotime-A	0.550	0.548	0.543
	0.550	0.549	0.575
Xenotime-B	2.91	2.60	2.90
	2.85	2.64	2.96
Monazite	4.08×10^{-2}	4.08×10^{-2}	4.72×10^{-2}
	4.15×10^{-2}	3.87×10^{-2}	4.72×10^{-2}
Bastnaesite	1.39×10^{-3}	1.28×10^{-3}	1.44×10^{-3}
	1.47×10^{-3}	1.24×10^{-3}	1.52×10^{-3}

a) Cal. curve method.

b) Std. add. method.

3.3 共存元素の影響

共存元素の影響は、希土類鉱石中に含まれる元素量を考慮して検討した。その結果を図2に示した。

共存金属元素の影響はそれぞれの元素特有の傾向を示した。この結果より、鉱石を応用分析の対象とする場合、主成分による干渉が明白になったが、ランタン、セリウム、リンについては鉱石

中に含有されると予想される量では、影響する率はほぼ一定であることもわかった。

3.4 実試料の分析

実試料としては、ゼノタイム（オーストラリア産、マレーシア産）、モナザイト（マレーシア産）、バストネサイト（アメリカ産）の4種類の鉱石について測定した。その結果並びに、比較として ICP-AES により分析した結果を表2に示す。

その結果、ICP-AES の値とほぼ一致した値が得られた。

4 結 言

メタルボートを用いたフレイムレオ原子吸光法によりイッテルビウムの定量を行い、次のような結果を得た。

イッテルビウム鉱石中に含有すると予想される共存元素の濃度範囲では、その影響は少ないことを確認した。また、ゼノタイム、モナザイト、バストネサイトの三種の鉱石について、応用分析を試みた結果、ICP-AES による測定値とはほぼ一致した。以上のことから本報により、イッテルビウムは標準添加法による直接定量が可能であった。

—Note—

Determination of Ytterbium by Metal Furnace AAS

Akira NEGISHI, Toshio OYAMA, Masatake KOYANAGI,
Akio KAKUTA and Chikao TSURUMI

*Department of Industrial Chemistry, Shibaura Institute of Technology;
Shibaura 3-9-14, Minato-ku, Tokyo 108 Japan*

A quantitative research on Yb, which is a rare earth element, has been conducted with a metal furnace AAS.

At first, the optical instrumental operating conditions were set for the determination of Yb. The acid, such as HNO_3 , H_2SO_4 , H_3PO_4 and HClO_4 interfered remarkably with the determination of Yb, but HCl did not interfere up to 2 M. The most of the coexistence metal elements were less effective up to 100 times quantity. Proposed method has been applied to the determination of Yb in monazite, bastnaesite and xenotime. This method is very simple, and suitable for the determination of trace amounts Yb in the sample containing rare earth element.