

放射光 XAFS を利用したクロムの状態分析－環境分析への応用

(Valence state of chromium investigated by SR – Application to environmental analysis)

○川合祐三¹、飯坂浩文²、桑原寛文³、小坂悟¹、杉江尚⁴、堂前和彦¹、橋本雅範⁵、村石昭夫⁶、広瀬美治¹
 (株)豊田中央研究所¹、トヨタ自動車(株)²、(株)JTEKT³、(株)豊田自動織機⁴、(株)東海理化⁵、愛三工業(株)⁶

BL19B2

【目的】

6価Crの分析は従来、化学分析により行われている。放射光 XAFS 法による分析を試し、より多種類の試料に対して6価 Cr 濃度の分析を可能にする。

【方法】

- (1) SPring-8 の BL16B2 を用い、Cr を含有する樹脂粉末に対して透過 XAFS 法を実施した。
- (2) BL19B2 を用い、クロメート処理膜、Cr を含有する樹脂成形体に対して多素子 SDD を用いた蛍光 XAFS 法を実施した。入射ビームに対し試料は 45°、検出器は 90° の配置で測定を行った。
- (3) 全 Cr 濃度は XAFS スペクトルを規格化したときの規格化定数に比例するとした。3価、6価の Cr の標準物質として、Cr₂O₃(Cr(III))、K₂CrO₄(Cr(VI))等の透過および蛍光 XAFS を測定した。そのスペクトルを標準スペクトルとして最小2乗法により Cr(VI)の割合を決定した。

【結果】

(1) 化学分析の適用が難しい Cr を含有する樹脂(粉末、成形体)に対し、Cr 濃度が 50ppm 以上の場合、透過 XAFS(粉末)または、蛍光 XAFS(成形体)により、全 Cr 濃度、Cr(VI)/ 全 Cr の分析が可能であった。今回測定した樹脂中の Cr は 99%以上 Cr(VI)であった。ただし、不純物の存在により、定量が困難な場合もあった。

(2) クロメート処理試料に対して、全 Cr 濃度、Cr(VI)/ 全 Cr は化学分析によって得られた結果とよい相関関係を示した(図1, 2)。ただし、全 Cr 濃度が小さいとき、化学分析による Cr(VI)/ 全 Cr と一致させるためには、標準スペクトルの選択に注意を払う必要がある(図3)。

【今後の課題】

XAFS による状態別定量の精度を実用的にどこまであげることができるか実験的に明らかにしたい。

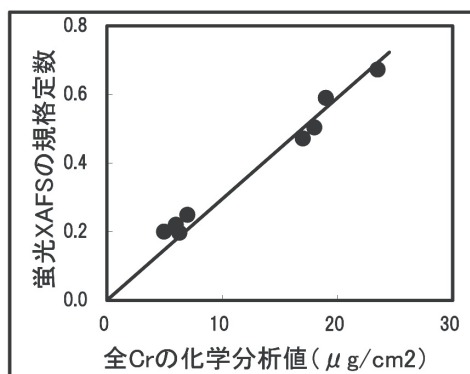


図1 クロメート処理膜における全Cr濃度の比較

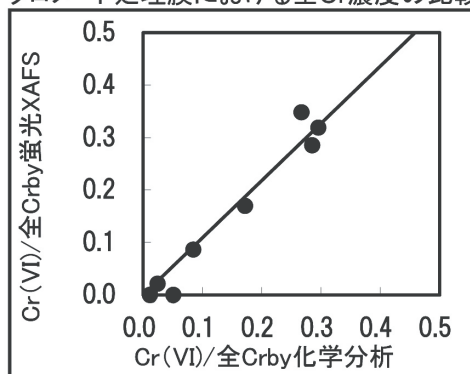


図2 クロメート処理膜におけるCr(VI)/全Crの比較

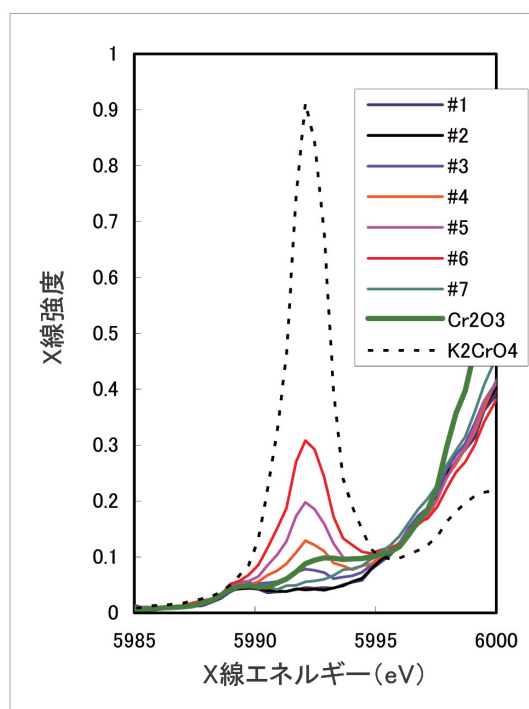


図3 クロメート処理膜の蛍光XAFSスペクトル
 3価の標準スペクトル(Cr₂O₃)の下を這う、#1,#2,#7の6価Cr濃度は0である。