

- 11) 沢村, 盛: 鉄と鋼, 43 (1957), p. 31~38  
 12) 沢村, 盛: 鉄と鋼, 41 (1955), p. 1082~1090  
 13) R. P. SMITH: Trans. Met. Soc., Amer. Inst. Min., Met. & Pet. Eng., 236 (1966), p. 220~221  
 14) D. GRAHAM and D. H. TOMLIN: Phil. Mag. 8 (1963), p. 1581~1585  
 15) F. S. BUFFINGTON, K. HIRANO and M. COHEN: Acta Met. 9 (1961), p. 434~439

## 原子吸光分析法による鉄鋼中のマグネシウム

### および亜鉛の定量\*

神森大彦\*\*・田口 勇\*\*\*・吉川建二\*\*\*

## Determination of Magnesium and Zinc in Iron and Steel by Atomic Absorption Spectrophotometry

Ohiko KAMMORI, Isamu TAGUCHI and Kenzi YOSHIKAWA

### Synopsis:

Trace amounts of magnesium and zinc in iron and steel were separated by an extraction with 2-thenyltrifluoroacetone (TTA) in methylisobutylketone (MIBK) under the existence of ammonium tartrate and determined by atomic absorption spectrophotometry. The recommended procedure is as follows.

Take 0.1g of sample and decompose it with 10 ml of 6N hydrochloric acid by heating. Oxidize the iron with several drops of nitric acid and evaporate the resulting solution to about 2 ml. After cooling, dilute the whole to about 10 ml with water and add 10 ml of 10% ammonium tartrate. Adjust the pH with 7N ammonia water to 8.5 when magnesium is determined or to 8 when zinc is determined. Transfer the solution to a separatory funnel and shake for about 2 min. with 10 ml of 0.01M TTA-MIBK solution when magnesium is determined or with 10 ml of 0.1M TTA-MIBK solution when zinc is determined. Discard the aqueous layer and transfer a part of the organic layer through a dry filter paper to a sample cell. Spray it into acetylene-air flame and measure the absorbance against the blank solution at 285.2 m $\mu$  when magnesium is determined or at 213.8m $\mu$  when zinc is determined.

By this procedure, from 0.0001 to 0.0050% of magnesium and from 0.0001 to 0.0100% of zinc in iron and steel were determined within 30 min. The interference of the co-existing impurities in iron and steel was negligible.

(Received 7 July 1967)

### 1. 緒 言

原子吸光分析法は従来の分析法に比較して共存元素の影響が少なく、かつ高感度の定量も可能なので、最近分析対象が複雑化し、極微量までの定量が要求されるようになった鉄鋼分析においてもつとも有力な分析方法の一つと考えられている。しかし原子吸光分析法に関するこれまでの報告中、直接、鉄鋼を分析対象とした検討はアルミニウム、カドミニウム、コバルト、マグネシウム、マンガ、ン、モリブデン、ニッケル、鉛および亜鉛について行なわれているにすぎない。著者らは鉄鋼分析において

現状の有機呈色試薬などを用いる吸光光度法では分析操作が繁雑で作業性に乏しい場合があつたので原子吸光分析法を適用する検討を行なつた。その第1報として鉄鋼中の極微量のマグネシウムおよび亜鉛の定量法を検討した。鉄鋼中のマグネシウムを対象とした原子吸光分析法のほとんどが鑄鉄<sup>2)</sup>またはステンレス鋼<sup>3)</sup>中の微量のマグネシウムを検討している。すなわち試料 0.5~1 g

\* 昭和42年4月本会講演大会にて発表  
昭和42年7月7日受付(依頼論文)

\*\* 八幡製鉄(株)東京研究所 工博

\*\*\* 八幡製鉄(株)東京研究所

をはかりとり<sup>2)</sup>~<sup>6)</sup>, 酸分解後ストロンチウム溶液<sup>2)</sup>~<sup>6)</sup>またはカルシウム溶液<sup>3)</sup>を添加して共存元素の影響を除去して定量している。極微量のマグネシウムを対象としてメチルイソブチルケトン(以下, MIBKと略称)除鉄法で前処理する方法もある<sup>3)</sup>。またオキシ-**MIBK**を抽出溶媒として感度の向上をはかつた報告<sup>7)</sup>もある。以上の報告に対し, 著者らは新たに2-テノイルトリフルオロアセトン(以下, TTAと略称)-**MIBK**を抽出溶媒として選定し, 種々検討の結果, 鉄鋼0.1g中の極微量(0.0001~0.0050%)のマグネシウムを約30min間で定量できる方法を確立した。原子吸光分析法による鉄鋼中の亜鉛定量法としては電解鉄を対象とした報告<sup>8)</sup>があるにすぎない。この報告では酸分解後, 鉄などをクエン酸塩としてマスクし, ジチゾン-**MIBK**溶液で抽出し, 有機層を炎中に噴霧して定量している。これに対し著者らは上記のマグネシウム定量法と同様にTTA-**MIBK**抽出法によることにし, 種々検討の結果, 同じく鉄鋼0.1g中の極微量(0.0001~0.0100%)の亜鉛を約30min間で定量できる方法を確立した。

## 2. 装置, 試薬など

### 2.1 装置および測定条件

日立-パーキンエルマー製原子吸光分析付属装置139-0420型と日立製卓上記録計 QPD 53 型をつけた日立-パーキンエルマー製分光光度計 139 型を用いた。測定条件などはつぎのとおり。

光源ランプ: 日立製カルシウム-マグネシウム中空陰極管 (HLA-3, 72272), 日立製亜鉛中空陰極管 (HLA-2, 61428)

光源電流値: マグネシウム定量には 15mA, 亜鉛定量には 20mA

測定波長: マグネシウム定量には 285.2nm $\mu$ , 亜鉛定量には 213.8nm $\mu$

スリット幅: マグネシウム定量には 0.05mm, 亜鉛定量には 0.1mm

炎: アセチレン (0.4 l/min)-空気 (5 l/min)

バーナー: 魚尾状 9cm

pH 測定には日立-堀場製 pH 計 M14 型を, 振とうにはイワキ式 KM 型振とう器を用いた。

### 2.2 試薬など

(i) 標準マグネシウム溶液 (1 $\mu$ g Mg/ml): 金属マグネシウム (99.9%, New Metal and Chemical Co. 製) 0.100g をはかりとり, 塩酸 (1+3) 20ml に加熱溶解し, 冷却したのち 100ml のメスフラスコに移し, 水

で標線までうすめた。この溶液を使用時に水で正しく 1000 倍にうすめた。

(ii) 標準亜鉛溶液 (1 $\mu$ g Zn/ml): 金属亜鉛 (99.999%, 三井金属鉱業製) 0.100g をはかりとり, 塩酸 (1+3) 20ml に加熱溶解し, 冷却したのち 100ml のメスフラスコに移し, 水で標線までうすめた。この溶液を使用時に水で正しく 1000 倍にうすめた。

(iii) 0.01M または 0.1 MTTA-**MIBK** 溶液: ドータイト・TTA (同仁薬化製) を 0.01M 調製時には 2.2g, 0.1M 調製時には 22g はかりとつて, **MIBK** (関東化学製, 特級) に溶解し, **MIBK** でうすめて 1000ml とした。

(iv) 酒石酸アンモニウム溶液 (10%): 酒石酸アンモニウム (キシダ化学製, 特級) 50g を水に溶解し, 500ml にうすめた。アンモニア水 (1+1) を添加して溶液の pH を約 8.5 に調節し, 0.1 MTTA-**MIBK** 溶液 100ml を加えて 5min 間振とうして不純物として含まれるマグネシウムおよび亜鉛を除去した。

(v) 鉄溶液 (10mg Fe/ml): CS 定量用純鉄 (キシダ化学製) 1.5g をビーカー (容量 200ml) にはかりとり, 塩酸 (1+1) 20ml で加熱分解したのち少量の硝酸で酸化し, ほぼ乾固した。塩酸 (10+6) 20ml に溶解し, **MIBK** 20ml で約 1min 間振とうして鉄を抽出した。**MIBK** 層を塩酸 (10+6) 約 5ml で 2回洗浄したのち, 水約 30ml で 2min 間振とうして鉄を逆抽出し, 水で約 100ml とした。この一部を用い, 重クロム酸カリウム容量法で力価を定め, 1ml 中に 10mg の鉄を含むように水でうすめた。

(vi) 元素溶液 (100 $\mu$ g/ml): 共存元素の影響の調査時に使用した各種元素の溶液はつぎに大略を示す操作で調製した。アルミニウム溶液 (金属アルミニウムを塩酸に溶解), 砒素溶液 ( $As_2O_3$  を硝酸に溶解), 硼素 ( $H_3BO_3$  を水に溶解), カルシウム溶液 (CaO を塩酸に溶解), セリウム溶液 ( $CeO_2$  を硝酸と過酸化水素水に溶解), コバルト溶液 (金属コバルトを塩酸に溶解), クロム溶液 (金属クロムを塩酸に溶解), 銅溶液 (金属銅を硝酸に溶解), マンガン溶液 (金属マンガンを塩酸に溶解), モリブデン溶液 ( $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$  を水に溶解), ニッケル溶液 (金属ニッケルを塩酸に溶解), ニオブ溶液 ( $Nb_2O_5$  を  $K_2S_2O_7$  に融解), リン溶液 ( $(NH_4)_2HPO_4$  を水に溶解), 鉛溶液 ( $Pb(NO_3)_2$  を水に溶解), 珪素溶液 ( $SiO_2$  を  $Na_2CO_3$  に融解), ほう素溶液 (金属ほう素を塩酸に溶解), タンタル溶液 ( $Ta_2O_5$  を  $K_2S_2O_7$  に融解), チタン溶液 ( $TiO_2$  を  $K_2S_2O_7$  に融解), バナジウム溶液 ( $NH_4VO_3$  を水に溶解), タングステン溶液

( $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  を水に溶解), ジルコニウム溶液 ( $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$  を塩酸に溶解)

### 3. 定量条件の検討

#### 3.1 TTA-MIBK による抽出

著者らは極微量のマグネシウムおよび亜鉛の定量を目的とし, 抽出分離濃縮および有機増感効果による定量感度の向上をはかった. さきに報告した純鉄中の極微量マンガン<sup>9)</sup>の炎光光度法<sup>9)</sup>で, TTA-混合ケトン溶媒を用い, 好結果を得たので TTA-MIBK を抽出溶媒として検討を行なうことにした. TTA-MIBK によるマグネシウムと亜鉛の抽出に関しては亜鉛について関根ら<sup>10)</sup>の報告があるにすぎない. 著者らは次項から抽出時に酒石酸塩を共存させたのでマグネシウムの抽出と同時に亜鉛の抽出についても検討を行なう必要があつた. そこでまずマグネシウムおよび亜鉛を TTA-MIBK 溶液で抽出する場合の溶液の最適 pH を定める検討を行なつた. すなわち両元素の標準溶液を用いてマグネシウムの場合には  $3 \mu\text{g}$ , 亜鉛の場合には  $6 \mu\text{g}$  をはかりとり, 酒石酸アンモニウム溶液 (10%) 10 ml を加え, 水で約 20 ml にうすめたのち, 溶液の pH をアンモニア水 (1+1) でそれぞれ調節し, 分液ろうと (容量 100 ml) に移し, TTA-MIBK 溶液 (マグネシウムの場合には 0.01M, 亜鉛の場合には 0.1M) 10 ml を加えて 1 min 間はげしく振とうし, 静置後, 水層はすて有機層の一部を乾燥ろ紙 5 種 A でろ過しながら原子吸光分析用試料セルにとり, 2.1 の測定条件で吸光度を測定した. 結果を Fig. 1 に示す. Fig. 1 の結果によればマグネシウムの場合には pH 8 から 10.5 まで, 亜鉛の場合には pH 7 から 10

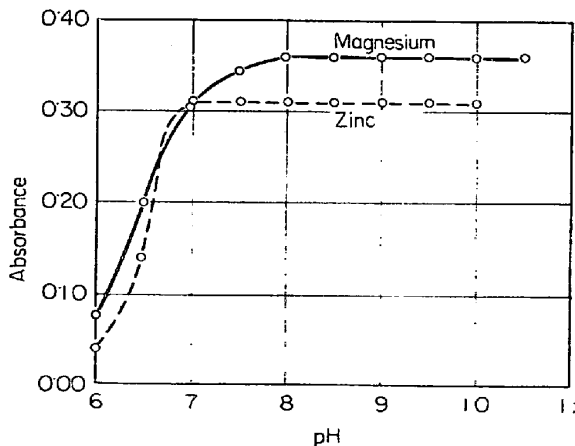


Fig. 1. pH dependence of the extraction of magnesium and zinc with TTA in MIBK. (magnesium :  $3 \mu\text{g}$ , zinc :  $6 \mu\text{g}$ , shaking time : 1 min., organic layer : 10 ml of 0.01(Mg) or 0.1(Zn)M TTA-MIBK)

までほぼ一定した吸光度が得られた. また, 2回目の抽出を行なつた TTA-MIBK 溶液中にはマグネシウムおよび亜鉛は検出されなかつたので1回の抽出で十分であることを認めた. なお, マグネシウムの抽出にはオキシソルホン-MIBK (pH 11 以上<sup>7)</sup>), 亜鉛の抽出にはジチゾン-MIBK (pH 9<sup>8)</sup>) および TTA-MIBK (酒石酸塩が共存しない場合, pH 5 以上<sup>10)</sup>) との報告がある. さらにマグネシウムについてはアセチルアセトン, ベンゾイルアセトンおよびジベンゾイルメタンによる抽出の報告<sup>11)</sup>もあるが抽出 pH 域は高く, かつ抽出速度は遅い. TTA-MIBK 溶液による両元素の抽出速度についてつぎの検討を行なつた. すなわち, Fig. 1と同様の実験で, ただ抽出振とう時間のみを 20sec 間から 5min 間まで変えた. ただし抽出時の溶液の pH はマグネシウムの場合には 8.5, 亜鉛の場合には 8 とした. 結果によれば 20 sec 間から 5min 間でほぼ同一の吸光度を示したが抽出時の振とう時間は安全をみて 2min 間とした.

#### 3.2 鉄共存の影響と除去法

極微量元素を分析する場合には多量に共存する鉄を除去する必要がある. この鉄の除去法として MIBK 抽出除鉄法<sup>9)</sup>などの前処理法が提案されているが操作がふえることになる. そこで著者らは鉄を酒石酸塩としてマスクし, 抽出を行なうことにした. そこで酒石酸塩の添加量を定めるためにつぎの検討を行なつた. すなわち両元素の標準溶液と鉄溶液を用いてマグネシウム  $3 \mu\text{g}$  または亜鉛  $6 \mu\text{g}$  に鉄 100mg を加えた溶液をそれぞれ 6 回分つくり, 煮沸して溶液量を約 5 ml としたのち, 酒石酸アンモニウム溶液 (10%) を 15 ml まで段階的に加え水で約 20 ml にうすめた. アンモニア水 (1+1) を用いて溶液の pH をマグネシウムの場合には 8.5, 亜鉛の場合には 8 に調節したのち, 分液ろうと (容量 100 ml) に移し, TTA-MIBK 溶液 (マグネシウムの場合には 0.01M, 亜鉛の場合には 0.1M) 10 ml を加えて 2 min 間はげしく振とうした. 静置後, 水層はすて有機層を前項と同様に処理して 2.1 の測定条件で吸光度を測定した. 結果を Fig. 2 に示す. Fig. 2 の結果によれば酒石酸アンモニウム溶液添加量が 5~13 ml のとき吸光度はほぼ一定で, 参考として Fig. 2 に併記した鉄も酒石酸アンモニウム溶液も添加しないで抽出した場合の吸光度と一致した. この結果から酒石酸アンモニウム溶液 (10%) 添加量を 10 ml にしたがこの量は鉄 130mg までの共存の影響を除去するに十分な量である.

#### 3.3 鉄以外の元素の影響

亜鉛定量における共存元素の影響はこれまで報告されていないがマグネシウム定量においてはアルミニウム,

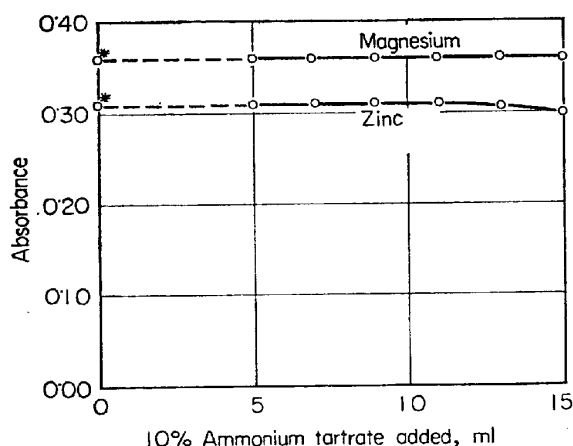


Fig. 2. Effect of ammonium tartrate on absorbance (magnesium : 3  $\mu$ g, zinc : 6  $\mu$ g, iron : 100mg, shaking time : 2 min., organic layer: 10 ml of 0.01 (Mg) or 0.1 (Zn) MTTA-MIBK, pH of the aqueous layer : 8.5(Mg), 8(Zn))

\* absorbance with no iron

りん、クロムなどが影響する<sup>30)</sup>と報告されている。この共存元素の影響を除去する方法としてはストロンチウム溶液<sup>20)</sup>またはカルシウム溶液<sup>3)</sup>を添加する方法などがある。前項までに定めた定量条件および2.1の測定条件によつて鉄鋼中に含まれる可能性がある23元素について共存の影響を調べた。調べた元素はTable 1に示したとおりで、その元素溶液の調製法は2.2の(vi)にしたがつた。マグネシウムおよび亜鉛の標準溶液を用いてマグネシウムについては3  $\mu$ g、亜鉛については6  $\mu$ gを元素の数だけばかりとり、鉄溶液を用いて鉄100mgを加えて、煮沸して約5 mlとしたのち、各元素溶液を用いて各元素100  $\mu$ gを加えた。酒石酸アンモニウム溶液(10%)10 mlを加えて水で約20 mlとし、アンモニア水(1+1)を用いて、溶液のpHをマグネシウムの場合には8.5、亜鉛の場合には8に調節したのち、分液ろうと(容量100 ml)に移し、TTA-MIBK溶液(マグネシウムの場合には0.01M、亜鉛の場合には0.1M)10 mlを加えて2 min 間ばげしく振とうした。静置後、水層はすべて有機層を乾燥ろ紙5種Aでろ過しながら原子吸光分析用試料セルにとり、以下、2.1の測定条件で吸光度を測定し、後掲のFig. 3の検量線によつてマグネシウムまたは亜鉛量を定量して添加量と比較した。結果をTable 1にまとめた。結果によれば調べた23元素100  $\mu$ gはほとんど影響をあたえないことがわかった。この実験から一般の鉄鋼中に含まれる元素の共存の影響は無視しようと思われる。

Table 1. Effect of co-existing elements on determination of magnesium and zinc by atomic absorption spectrophotometry (co-existing element : 100  $\mu$ g, co-existing iron : 100mg)

Co-existing element	Effect on determination of magnesium		Effect on determination of zinc	
	Magnesium added ( $\mu$ g)	Magnesium found ( $\mu$ g)	Zinc added ( $\mu$ g)	Zinc found ( $\mu$ g)
Al	3.0	3.1	6.0	6.0
As	3.0	3.0	6.0	6.0
B	3.0	3.0	6.0	6.0
Ca	3.0	3.0	6.0	5.9
Ce	3.0	2.9	6.0	6.0
Co	3.0	3.0	6.0	6.0
Cr	3.0	3.0	6.0	6.0
Cu	3.0	3.0	6.0	6.0
Mg	—	—	6.0	6.1
Mn	3.0	3.0	6.0	6.0
Mo	3.0	3.0	6.0	6.0
Nb	3.0	3.0	6.0	6.0
Ni	3.0	3.1	6.0	6.0
P	3.0	3.0	6.0	6.0
Pb	3.0	3.0	6.0	5.9
Si	3.0	3.0	6.0	6.0
Sn	3.0	3.0	6.0	6.0
Ta	3.0	2.9	6.0	6.0
Ti	3.0	3.1	6.0	6.1
V	3.0	3.0	6.0	6.0
W	3.0	3.0	6.0	6.0
Zn	3.0	3.0	—	—
Zr	3.0	3.0	6.0	5.9

### 3.4 その他

TTA-MIBK 溶液に抽出して噴霧した場合の感度と、水溶液のまま噴霧した場合の感度を比較した。すなわち両元素の標準溶液を用いてマグネシウムの場合には5  $\mu$ g 亜鉛の場合には10  $\mu$ g までをそれぞればかりとり、水で10 mlにうすめたのち、2.1の測定条件によつて炎中に噴霧して吸光度を測定した。ただし、アセチレン流量は水溶液の噴霧で最高の吸光度が得られるように0.4 l/min から1.3 l/min に変えた。その結果を後掲のFig. 3と比較した結果は有機溶媒で抽出した場合の方がマグネシウム、亜鉛のいずれについても約3~4倍の感度向上が認められた。これまでの検討はすべてアセチレン-空気炎で行なつたが比較のため低温度炎が得られるフロハン-空気炎でTTA-MIBK 溶液に抽出した両元素の吸光度を測定した。フロハン流量0.1 l/min、空気流量4 l/minの条件がもつとも安定し、最高の吸光度が得られた。この条件で感度を比較した結果によればフロハン-空気炎を用いるとマグネシウムの場合には約3割、亜鉛の場合には約1割低くなることがわかった。この原因はフロハン-空気炎では空気流量があがらず、したがつて試料溶液すい込み量が減少するためとも考えられる。

4. 定 量 法

以上から原子吸光分析法による鉄鋼中のマグネシウムおよび亜鉛の定量と検量線作成の操作をつぎのように定めた。

4.1 定量操作

試料 0.100 g をビーカー (容量 100 ml) にはかりとり、塩酸 (1 + 1) 10 ml を加えて加熱分解したのち、硝酸数滴を加える。さらに加熱をつづけて約 2 ml まで濃縮する。放冷後、水を加えて約 10 ml とし、酒石酸アンモニウム溶液 (10%) 10 ml を加え、pH メーターを用いてアンモニア水 (1 + 1) で溶液の pH を、マグネシウム定量時には 8.5、亜鉛定量時には 8 に調節する(注1)。全体を分液ろうと (容量 100 ml) に移し、TTA-MIBK 溶液 (マグネシウム定量時には 0.01M、亜鉛定量時には 0.1M) 10 ml を正確に加え、2 min 間はげしく振とうする。水層はすて有機層を乾燥ろ紙 5 種 A でろ過しながら原子吸光分析用試料セルに入れ、2.1 に示した測定条件で空試験液を対照液として吸光度を測定する。マグネシウムおよび亜鉛の定量はあらかじめ作成してある検量線を用いて行なう。

4.2 検量線作成操作

標準溶液 (1 μg/ml) をマグネシウムの場合には 5 ml まで、亜鉛の場合には 10 ml まで段階的にビーカー (容

(注1) 迅速を要する場合、溶液の pH の調節はつぎのように行なつてもよい。酒石酸アンモニウム溶液 (10%) 10 ml を加えたのち、ブロムチモールブルー指示薬 2 滴を加え、アンモニア水 (1 + 1) を青変するまで加え、さらに 2 滴過剰に加える。

量 100 ml) にはかりとり、水を加えて約 10 ml とし、以下、4.1 の定量操作にしたがつて TTA-MIBK 溶液による抽出を行なつたのち、有機層を噴霧して吸光度を測定する。元素量と吸光度との関係線を作成して検量線とする。

なお、上記にしたがつて作成したマグネシウムおよび亜鉛の検量線の一例を Fig. 3 に示す。Fig. 3 によればマグネシウムの場合には吸光度 0.6 ぐらいまで良好な直線性を示したが亜鉛の場合には直線性はわるかつた。

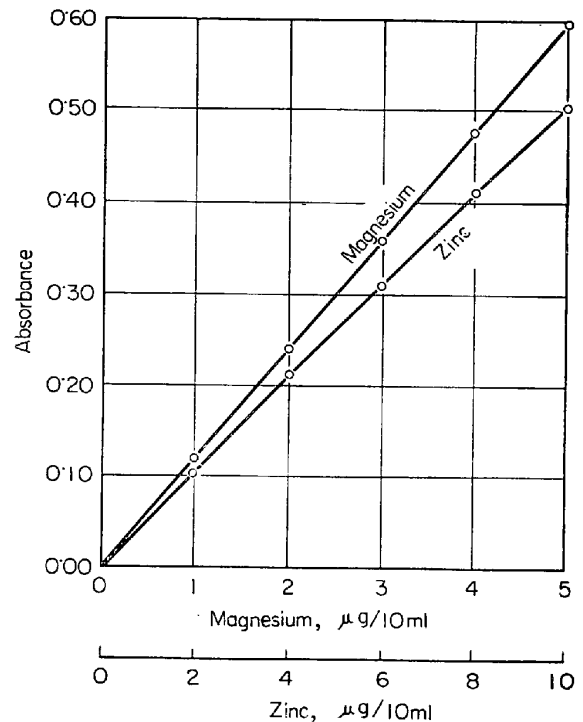


Fig. 3. Calibration curves.

Table 2. Analytical results of magnesium and zinc in iron and steel.

Sample	Magnesium found (%)	Zinc found (%)
Carbon steel No. 1	0.0002, 0.0001, 0.0002	0.0004, 0.0004, 0.0005
Carbon steel No. 2	0.0002, 0.0002, 0.0002	0.0007, 0.0006, 0.0006
Carbon steel No. 3	0.0003, 0.0003, 0.0002	0.0028, 0.0028, 0.0027
Carbon steel No. 4	0.0002, 0.0002, 0.0003	0.0005, 0.0005, 0.0005
Pure iron No. 1	0.0004, 0.0004, 0.0003	0.0001, 0.0002, 0.0002
Pure iron No. 2	0.0006, 0.0006, 0.0006	<0.0001, <0.0001, <0.0001

Carbon steel No. 1 : C 0.07%, Si 0.08%, Mn 0.17%, P 0.087%, S 0.097%, Cu 0.14%, Ni 0.023%, Cr 0.022%  
 Carbon steel No. 2 : C 0.14%, Si 0.06%, Mn 0.41%, P 0.118%, S 0.050%, Cu 0.19%, Ni 0.025%, Cr 0.030%  
 Carbon steel No. 3 : C 0.18%, Si 0.24%, Mn 0.59%, P 0.015%, S 0.008%, Cu 0.18%, Ni 0.029%, Cr 0.11%  
 Carbon steel No. 4 : C 0.21%, Si 0.11%, Mn 0.51%, P 0.014%, S 0.020%, Cu 0.19%  
 Pure iron No. 1 (Johnson Matthey, England) : C 0.0008%, Si 0.0009%, Mn 0.0006%, P <0.0002%, S 0.0011%, Cu 0.0004%, Ni 0.0014%, Cr 0.0004%  
 Pure iron No. 2 (Light, England) : C 0.0011, Si 0.0010%, Mn 0.0010%, P <0.002%, S 0.0002%, Cu 0.0003%, Ni 0.0026%, Cr 0.0019%

## 5. 定 量 例

鉄鋼中の極微量のマグネシウムおよび亜鉛については標準試料が見あたらないので社内試料炭素鋼4種と市販純鉄2種中の両元素を4:1の定量操作にしたがつてそれぞれ独立3回の分析を行なった。結果を Table 2 に示す。Table 2 の結果によれば対象とした炭素鋼中には1~3 ppm のマグネシウムと 4~28 ppm の亜鉛が含まれており、同じく対象とした純鉄 (Johnson Matthey 社 (英), Light 社 (英)) には 3~6 ppm のマグネシウムと 2 ppm までの亜鉛が含まれていることがわかった。定量結果の再現性はほぼ満足しうる程度であった。

## 6. 結 論

(1) 鉄鋼中のマグネシウムおよび亜鉛の定量法として新たに TTA-MIBK 抽出を用いた原子吸光分析法を検討し、方法を確立した。

(2) 試料を酸分解し、酒石酸塩共存下で溶液の pH をマグネシウムの場合には 8.5, 亜鉛の場合には 8 に調節し, TTA-MIBK 溶液でマグネシウムおよび亜鉛を抽出する。有機層をアセチレン-空気炎中に噴霧してマグネシウムの場合には  $285 \cdot 2 \text{ m}\mu$ , 亜鉛の場合には  $213 \cdot 8 \text{ m}\mu$  における吸光度を測定して定量する。

(3) TTA-MIBK 抽出法を用いると両元素の抽出濃縮, 有機増感効果による感度向上を行なうことができ, 鉄をはじめとする共存元素の妨害をさけることができた。

(4) 試料量 0.1 g で 0.0001% から 0.0050% のマグネシウム, 0.0001% から 0.0100% の亜鉛を再現性よく定量することができた。

本文ではふれていないがこの研究の一部はすでに報告した<sup>12)~14)</sup>。

## 文 献

- 1) 神森, 田口: The Hitachi Scientific Instrument News, 9 (1966) 5, p. 9
- 2) C. B. BELCHER and H. M. BRAY: Anal. Chim. Acta, 26 (1962), p. 322
- 3) 鈴木, 武内: 工化, 66 (1963), p. 690  
武内, 鈴木: “原子吸光分光分析法”, 1964, (南江堂), p. 82
- 4) 後藤, 池田, 厚谷: 分析化学, 13 (1964), p. 111  
後藤, 柿田, 厚谷: 学振19委提出資料7079
- 5) 蔭山, 鷲見, 中井, 中原: 学振19委提出資料8293
- 6) 富士崎, 岩本, 清水, 山本: 学振19委提出資料8462
- 7) M. SUZUKI, M. YANAGISAWA, T. TAKEUCHI: Talanta, 12 (1965), p. 989  
鈴木, 柳沢, 武内: 日本化学会第18年会講演要旨集 (1965), 19210
- 8) 厚谷: 日化誌, 88 (1967), p. 179
- 9) 神森, 田口, 香山, 鶴野: 分析化学, 14 (1965), p. 1035
- 10) T. SEKINE and D. DYRSSEN: J. Inorg. Nucl. Chem. 26 (1964), p. 1727
- 11) J. STARÝ: “The Solvent Extraction of Metal Chelates”, 1964, Pergamon Press, p. 70
- 12) 池上, 神森: 第1回応用スペクトロメトリー東京討論会講演要旨集, (1965), p. 103
- 13) 神森: 分析化学, 16 (1967), p. 78
- 14) 神森: 分析化学, 16 (1967), p. 145