

(252) 原子吸光分析法による鉄鋼中のマグネシウム、亜鉛および鉛の定量

八幡製鉄・東研 神森大寿 田口 勇 O吉川建二

鉄鋼中に不純物として含まれるマグネシウム、亜鉛および鉛については感度および選択性のすぐれた定量法が少ない。そこで最近急速に進歩した原子吸光分析法を適用することを検討した。すなわち、鉄鋼中の0.0002~0.01%のマグネシウム、亜鉛および鉛を対象とし、有機溶媒で抽出後に有機層を炎中に噴霧することによって定量感度を向上させ、共存元素とくに鉄の影響とその除去法を検討して定量法を確立した。マグネシウム、亜鉛については約30分間で、鉛については約60分間で定量できた。定量法の大略および検量線の一例はつぎのとおりである。なお、装置としては日立-パーキンエルマー分光光度計139型に原子吸光分析付属装置139-0420型を付属して用い、光源にはそれぞれの中空陰極管を用いた。フレイムはプロパン-空気炎とした。

マグネシウムおよび亜鉛の定量操作(亜鉛の場合には()内に読み替える) 試料0.1gを100mlのビーカーにはかりとり、1:1の硝酸10mlを加え、加熱分解したのち、さらに加熱をつづけ約2mlまで濃縮する。冷却後、水を加えて約10mlとし、10%の酒石酸アンモニウム溶液10mlを加え、1:1アンモニア水で溶液のpHを8.5(8)に合わせる。100mlの分液ろうとに移し、0.01(0.1)MTTA-MIBK溶液10mlを正確に加え、2(1)分間よく振とうする。有機層を5Aのろ紙でろ過しながら測定用セルに入れる。波長285.2(213.8)mμにおける吸収を測定する。

鉛の定量操作 試料0.5gを100mlのビーカーにはかりとり、1:1の硝酸10mlと過塩素酸5mlを加え、加熱分解したのち、さらに加熱をつづけて濃厚白煙を十分に発生させる。放冷後、10+6の塩酸30mlで100mlの分液ろうとに移し、MIBK30mlを加えて約1分間はげしく振りまぜ静置後下層をもとのビーカーに移し、洗液を加える。少量の硝酸を加え白煙を発生させ、液量を約2mlとする。放冷後水を加えて約10mlとし、10%の酒石酸アンモニウム溶液10mlと10%のDHEG溶液5mlを加え、BTBを指示薬とし1:1のアンモニア水で中和し、青変後さらに1ml加える。100mlの分液ろうとに移し、0.006Mジチゾン-MIBK溶液5mlを加え、約2分間はげしく振りまぜる。有機層を5Aのろ紙でろ過しながら測定用セルに入れる。波長216.9mμにおける吸収を測定する。

