

54.3.422.5: 546.41-31: 669.14

S 538

(206)

鋼中のCa化合物の定量方法

70206

神戸製鋼所 中央研究所 ○宮本 醇, 松本 洋,  
成田貴一

## 1 緒言

鋼中の酸化物の抽出定量に際しては、従来おもに $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{FeO}$ ,  $\text{MnO}$ および $\text{Cr}_2\text{O}_3$ 成分などがその対象であったが、最近では酸化物構成成分として $\text{MgO}$ ,  $\text{CaO}$ などもとりあげられるようになり、とくにCa快削鋼などの特殊脱酸鋼においては、これら成分の正確な抽出分離定量法の確立が要望されるようになってきた。

従来、一般によく用いられる鋼中のCaの定量法は、そのほとんどが吸光光度法であり、介在物中のCa成分のように、その含有量がきわめて少ない場合にはかなり問題がある。また共存元素の影響が比較的大きく、分析操作が非常に繁雑でしかもむづかしいという欠点がある。そこで本研究では、共存元素の影響が少なく、しかも分析操作が比較的簡単な原子吸光光度法による微量Caの定量方法について検討をおこなった。なお原子吸光光度法によるCaの定量に関しては、これまでも数多くの研究があるが、鋼中のCaの定量法についてはあまり検討されておらず、問題点も多い。原子吸光光度法においても共存元素の影響がないわけではなく、妨害元素を分離除去したり、あるいはその影響をマスクングして除く必要がある。とくに介在物の場合には融剤の影響なども考慮する必要がある。そこでこれらの影響の比較的少ない方法、すなわちTTA-MIBKによる有機溶媒抽出法をとりあげ、鋼中の化合物型Caの定量法について検討をおこなった。また鋼中に存在する代表的なCa化合物を実験的に合成し、それらの化合物の分析化学的性質を調べ、本実験の参考に供した。

## 2 実験結果

日立製139-0420型および207型原子吸光装置を用い、鋼中の化合物型Caの抽出分離定量法について検討をおこない、(1)試料約5gを $\text{I}_2$ -MeOHで分解して残渣を抽出し、これを白金ルツボに移し、灼熱灰化したのち、炭酸ナトリウムおよびピロ硫酸カリウムを加えて融解する。つぎに融塊を硫酸および温水で抽出し、この1部よりCaをTTA-MIBKで抽出する。抽出した有機溶媒層は、139型では $\text{air}-\text{C}_2\text{H}_2$ 、207型では $\text{air}-\text{C}_2\text{H}_2$ または $\text{N}_2\text{O}-\text{C}_2\text{H}_2$ 炎中に噴霧させて吸光度を測定する。このようにして鋼中の化合物型Caを迅速にしかも正確に定量することを明らかにした。(2)CaのTTAキレートのMIBK抽出による最適水素イオン濃度指数は約9.5以上ではほぼ一定であり、(3)酸および融剤の影響は使用する機種ならびに噴霧させる炎によつて異なるが139型の場合では $\text{HCl}(1+1)$ ,  $\text{HNO}_3(1+1)$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4(1+5)$ は15mlまで、また炭酸ナトリウム、ピロ硫酸カリウムでは約20g/25ml以下であればその存在はほとんど問題にならず、(4)共存元素についても使用する機種によつてことなり139型を使用した場合にはFe, Si, Al, Crはいずれも約2mg/25mlまで、Mn, Mgでは約1mg/25mlまででは、それらの影響はほとんど認められない、(5)有機溶媒抽出をおこなわない場合、原子吸光光度法で $\text{air}-\text{C}_2\text{H}_2$ 炎を使用するかぎり炭酸ナトリウムおよびピロ硫酸カリウムの影響は大きく、とくに139型を使用した場合には致命的な妨害となる。207型では $\text{N}_2\text{O}-\text{C}_2\text{H}_2$ 炎を使用すれば0.05r/ml程度のCaの定量が可能であるが妨害元素の影響は比較的大きい。一方有機溶媒抽出をおこない $\text{N}_2\text{O}-\text{C}_2\text{H}_2$ 炎を用いると、妨害元素の影響が比較的に少なくなり感度も3~4倍向上し0.01r/ml程度のCaの定量が可能である。ただしこの場合検出感度の向上によつて極微量のCa。たとえば試薬、ほこり、人体などからCaが混入するので、この点じゆうぶんに注意する必要がある。とくに使用する試薬にはCa含有量の低いものを選ぶ必要がある。