

543.422.5.063 : 546.621 : 546.821 : 546.56  
 : 546.77 : 546.41 : 669.15-198

(143) フェロアロイ中の微量アルミニウム、チタン、銅、モリブデン、カルシウムの定量法

70419

八幡製鉄(株) 東京研究所 大槻 孝 ○ 稲本 勇  
 小坂正剛

I 緒言 鋼中の微量元素の混入源を究明する目的で、フェロアロイ中の微量成分の定量を試みた。フェロアロイ分析法は J I S に主要な成分についての分析法が規定されている程度で特殊な微量成分については定められていない。そこでアルミニウム、銅、カルシウムについては近年急速に発達した原子吸光分析法を、チタン・モリブデンについては吸光光度法を検討し、Fe - Si, Fe - Mn, Fe - Cr, Fe - Ni, Fe - Ti, Si - Mn, Ca - Si, Si - Cr, NiO, M - Mn, M - Ni についてこれの元素の定量を試み、好結果を得たので報告する。

II 原子吸光法によるアルミニウム、銅およびカルシウムの定量

1. 測定条件 パーキンエルマー製 303 型を使用し、各元素の測定条件は表 1 に示した。アルミニウムは感度が良い点で、銅は安定性が良い

表 1 各元素の測定条件

	アルミニウム	銅	カルシウム
使用燃料・流量	アセチレン 1.4 l/min	アルミニウムに 同じ	アセチレン 3 l/min
助燃料・流量	亜酸化窒素 1.5 l/min		空気 1.0 l/min
測定波長	3962 Å	5248 Å	4227 Å
ランプ電流値	25 mA	20 mA	15 mA
スリット巾	0.3 mm	アルミニウムに 同じ	1.0 mm
バーナー	プレミックス型空冷 魚尾型 0.4 × 5.0 mm		プレミックス型空冷 魚尾型 0.5 × 10.78 mm
バーナー位置	8 mm		1.2 mm

2. 共存酸の影響 試料溶解後、過塩素酸または硫酸ベースにすることにして、その酸の影響を検討した。過塩素酸による影響はほとんどなく硫酸はやや影響した。

3. 共存元素の影響 フェロアロイの主成分として共存してくる Fe, Mn, Ni, Cr, Ca, Ti について影響を検討した。アルミニウムに対しては吸光率を高くしたが 1000 ppm のナトリウム添加で 0.4 g までの影響を除去することが出来た。銅に対しては 0.1~0.5 g までの共存は元素が違っても一定の吸光率を示した。カルシウムに対しては塩化ストロンチウム 200 mg の添加により影響をおさえることが出来た。

4. 定量方法 以上の検討から定量法を以下のように定めた。試料を塩酸および硝酸で分解後(高い素、高チタン試料は硝酸-ふっ化水素酸)で溶解後過塩素酸 10 ml (高チタン試料は硫酸)を加えて白煙まで加熱し、冷却後アルミニウム定量の場合はピロ硫酸ナトリウム 5.0 g で残渣処理し、カルシウム定量の場合は塩化ストロンチウムを加えて一定量にうすめたのち液の一部を表 1 の測定条件によって吸光率を測定し、併行して作成した検量線より各元素を定量する。

III 吸光光度法によるチタンおよびモリブデンの定量

1. チタンの定量 J I S G 1223 (1968) TOPO 法および H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 法に準じ、フェロアロイの主成分の影響を新たに検討した。その結果 SnCl<sub>4</sub> (20%) 5 ml、抽出時間 10 分で行なえば全く影響がないので、II-4 の操作で溶解白煙処理したのち原法通りの操作で定量できた。H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 法は鉄が影響するのでりん酸を加えることにし、かつ 0.1~0.3 g の間では検量線にほとんど差がないので鉄量をこの範囲内におさめることにした。

2. モリブデンの定量 J I S G 1218.2 備考 4 (1968) のチオンアン酸-スズ(II)-酢酸ブチル抽出法に準じて定量することにし、過塩素酸、鉄量、共存元素量の影響を検討した。過塩素酸 6~10 ml で吸光度は一定で、また鉄は 0.25~0.40 g で検量線が一致するのでこの範囲におさめることにした。その他の共存元素の影響はなかったが、白金は正誤差となるので試料溶解に白金器具を使用してはならない。