

(221) イオン選択電極を用いた製鋼スラグ、メッキ液中のフッ素の定量

日本鋼管 技術研究所 ○石井照明 鈴木好道
平井建夫 工博 井樋田 陸

1 緒言

フッ素の定量法としては、現在水蒸気蒸留-硝酸トリウム滴定法、Zr-アリザリンS吸光光度法が用いられているが、前者は終点判定に熟練を要し、後者は分析に長時間を要する欠点がある。最近イオン電極法により水溶液中のフッ素の定量が試みられているが、これを製鋼スラグ、メッキ液中のフッ素の定量に適用するため検討を行なった。

2 方法

購入したフッ素イオン電極を用い、まず NaF より調製した各濃度のフッ素標準液について、フッ素量と起電力との関係を求め、つぎに各フッ素濃度における pH、共存イオン量の影響等を調べた。これらの検討より、製鋼スラグ、メッキ液中のフッ素の定量を試みた。

3 結果

フッ素イオン濃度と起電力との関係を図1に示す。この方法は、吸光光度法に比し著しく測定範囲が広く、かつ低濃度域において感度が良好である。

定量値に影響する要因は、測定液の pH が最も大きく図2に示すように、酸性側では起電力が正に偏るために真値より低く示し、アルカリ側ではその逆になる。したがって、起電力を測定するときの溶液の pH は 5~10 の範囲に調節する必要がある。

正確な定量値を得るには共存イオンの影響も考慮しなければならない。図3は NaCl の共存量と起電力との関係を示すものである。すなわち、共存する NaCl の増加とともに起電力は直線的に増加する。

測定液の温度は一定に保つ方が好ましいが、 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 変化しても実用上影響はない。また、電極の応答速度は、試料溶液の濃度および共存イオン量が類似しているときは、数秒で平衡に達するが、異なるときは時間を要するようになる。

一例として、製鋼スラグの場合は、試料 0.2 g を採取し、 Na_2O_2 5g を用いて熔融した後、250 ml の水に溶かして 25 ml を分取し、緩衝液と塩酸により PH を 7 附近にして測定する。この方法によれば、Zr-アリザリンS 吸光光度法と比較して、分析時間は短く、定量結果はよく一致した。

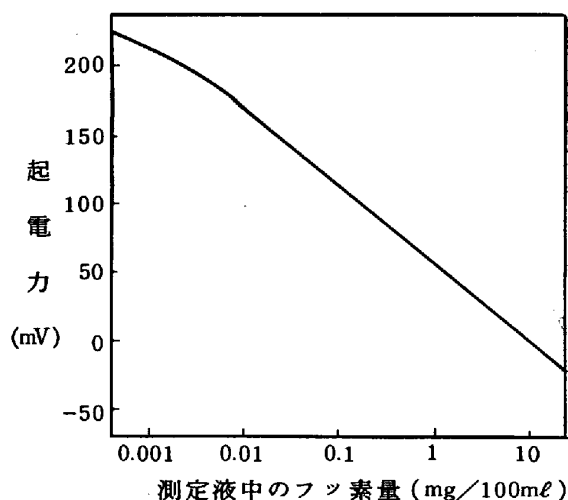


図1 検量線

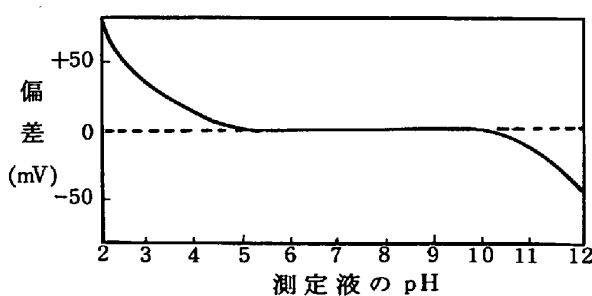


図2 起電力におよぼす測定液のPHの影響

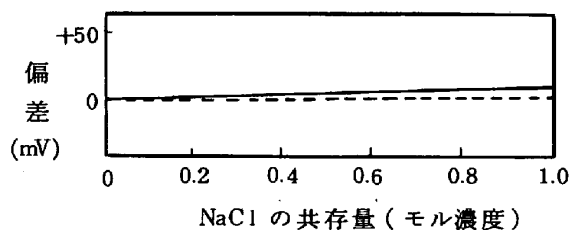


図3 起電力におよぼす塩化ナトリウム量の影響