

## (343) 還元分離法による鉄鋼中のセレン，テルルの定量

新日本製鉄(株)基礎研究所

松本龍太郎，大槻孝

浜田広樹，黒沢文夫

## 1. 緒言

一般にセレン，テルルやひ素の分析法として約 0.01 % 以上存在する場合は適当な還元剤により金属状に還元し，ろ紙やグーテルッポなどで捕集した重量法やまた再溶解して容量法，吸光光度法などによつた例が 2～3 報告されている。しかしこれらの方法は ppm オーダーの極微量に適用する場合には析出率回収率さらに還元時間などの多くの問題点があげられる。そこで鉄鋼の広範囲の分析に適した方法確立する目的で，各種還元剤による各元素の還元特性ならびに微量の捕集法として有機質フィルターによる検討などを行ない良好な結果が得られたので報告する。

## 2. 実験方法と結果

セレン，テルルとひ素の種々の還元剤による，析出状態，析出金属の色や大きさ，結晶性などと定量的に分離する条件や有機物フィルターの設定ならびにフィルター上に捕集する条件ならびに鉄鋼への適用を検討する実験を行なった。

各元素の金属状に析出する条件として，各種還元剤による元素の還元特性を表・1にまとめて示した。

また確立した

定量法の一例

を次に示す。

〔鉄鋼中のセ

レン定量方法

の概要〕

試料を王水

で溶解し，過

塩素酸白煙処

理後，6N塩

酸溶液として

硫酸ヒドロ

ン 2～3 g を添加し，10 分間煮沸後残さを有機質フィルター上に捕集し，フィルター上の金属状セレンを硝酸で再溶解後原子吸光法で分析した結果を表・2に示した。さらに No. 8 の試料を 11 回繰返し分析した結果  $\bar{x}=0.2383$ ， $\sigma=0.0019$ ， $CV=0.80\%$  の結果を得た。なおフィルター上に捕集した残さの一例を写真・1に示した。ほかに鉄鋼中の極微量 (0.2 ppm 程度) テルルの定量に適用した結果などを報告する。

表・1 各種還元剤による還元特性

還元剤 \ 元素	テルル (3NHCl)	セレン (6NHCl)	ひ素 (8NHCl)
塩化第一すず	黒，数 10 A の微結晶 析出は速い (10 min)	黒，不安定 反応に再現性がない	茶褐色，数 10 A の微 結晶析出は遅い (30 min)
硫酸ヒドラジン	青～黒，針状 (0.5 μ × 300 A) の結晶，析出 (15 min)	赤～黒，球状 (0.3 μ) 結晶性良，析出 (10 min)	析出せず
次亜リン酸	青，針状 (0.1 μ × 100 A) の結晶，析出 (15 min)	赤～黒，球状 (0.3 μ) 結晶性良，析出 (20 min)	茶褐色，数 10 A の微 結晶析出は遅い (30 min)
亜硫酸水	青～黒，針状 (0.1 μ × 100 A) の結晶，析出 (15 min)	赤～黒，球状 (0.3 μ) 結晶性悪い，析出 (20 min)	析出せず
塩酸ヒドロ キシルアミン	析出せず	赤～黒，球状 (0.3 μ) 結晶性悪い，析出 (20 min)	析出せず

表・2 分析結果

方法 試料	本法	JIS法 G1233	備 考
No. 1	0.008	0.007	特別溶製鋼
2	0.025	0.023	"
3	0.045	0.049	"
4	0.075	0.075	"
5	0.094	0.105	"
6	0.200	0.206	"
7	0.306	0.312	"
8	0.238	0.246	17Cr-9Ni
9	0.248	0.247	17Cr-9Ni (NBS339)



写真・1 有機質フィルター上に捕集した金属状セレン  
(左から 0, 5, 15, 25, 50 ppm Se)