

(223)

原子吸光分析法による鉄鋼中のいおうの间接定量方法

住友金属 中央技術研究所 ○新見敬古
遠藤 丈

1. 緒言 鉄鋼中のいおう定量方法として、活性アルミナにより H_2SO_4 を吸着分離する方法は、*Nydahl* より最初に行なわれた。この方法は Fe , Cr , Ni 等を完全に分離できるので、微量のいおう定量方法に適している。筆者らは H_2SO_4 をこの方法で分離したのち $BaSO_4$ を生成させ、過剰の Ba を原子吸光分析法により測定し、間接的にいおうを定量する正確かつ精度のよい分析方法の確立を図った。

2. 分析方法の概要 試料を HNO_3 , HCl で分解したのち、 $HClO_4$ を加えて白煙を発生させる。塩類を溶解し不溶解残渣をろ別したのち、塩酸ヒドラジンで Cr^{6+} を還元する。この溶液を活性アルミナカラム中を通し H_2SO_4 を吸着させ、洗浄後 H_2SO_4 を NH_4OH で溶離する。溶離液を加熱濃縮したのちメスフラスコに移し入れる。 HCl , Ba 標準溶液を添加し水で一定量としたのち、よく振り混ぜ一夜放置し沈殿を生成させる。上澄液を別のメスフラスコに分取し、 $La-EDTA$ 溶液を添加する。原子吸光分析法により Ba を測定し、同時に作成した検量線よりいおう含有量を間接的に求める。

3. 実験および結果

(1) 原子吸光分析法による Ba の測定; Ba の原子吸光率測定条件, HCl および NH_4OH の影響, 共存元素の影響について検討し, HCl , NH_4OH および Al は Ba の原子吸光率を著しく低下させることがわかった。 Al の影響は $La-EDTA$ 溶液を添加することにより, 完全に除去することができた。

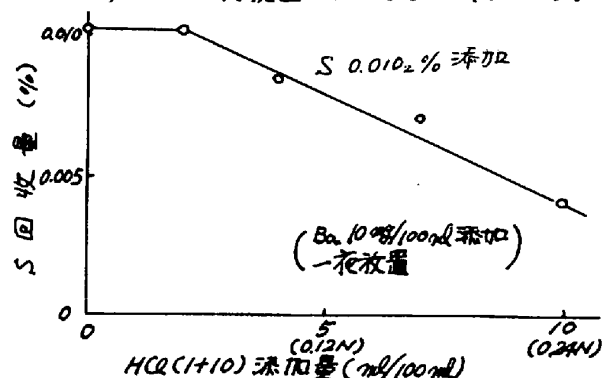


図1. 沈殿生成時の共存塩酸量の影響

(2) $BaSO_4$ 沈殿生成条件; $BaSO_4$ 沈殿生成条件について検討した結果, HCl の共存量は図1に示すように $BaSO_4$ 沈殿生成量に著しい影響をおよぼし, また, Ba 添加量も図2に示すように $10mg/100ml$ 以上添加しなければ $BaSO_4$ は定量的に生成しなかった。 $BaSO_4$ 沈殿の熟成時間は, いおう 0.01% (試料58) の場合には一夜放置で定量的に生成したが, 0.005% (試料58) の場合には二夜放置する必要がある。 Fe , Cr , Ni , Al は $20mg/100ml$ 共存しても Fe の場合を除いて特に影響はなかった。

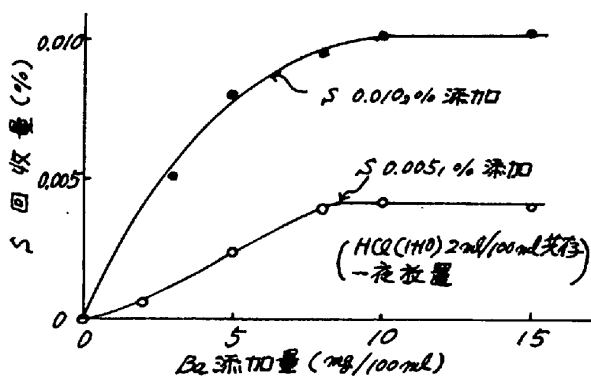


図2. バリウム添加量といおう回収率との関係

(3) H_2SO_4 の吸着および溶離; H_2SO_4 のアルミナへの吸着は試料溶液流量を $10ml/分$ 以下とすれば定量的に行なわれ, また溶離は NH_4OH (1+10) $10ml/分$ 以下の流量であれば完全に行なわれた。 $HClO_4$ $150ml$, 塩酸ヒドラジン (10%/%) $50ml$ が共存しても H_2SO_4 の吸着に影響はなかった。さらに H_2SO_4 吸着時の Fe , Cr , Ni の影響, $La-EDTA$ 添加の効果, 実際試料の分析結果について報告し, また非水溶媒を共存させ $BaSO_4$ 沈殿を生成する方法についても報告する。図3に示したのは水溶液で $BaSO_4$ 沈殿を生成させた場合の検量線の一例である。

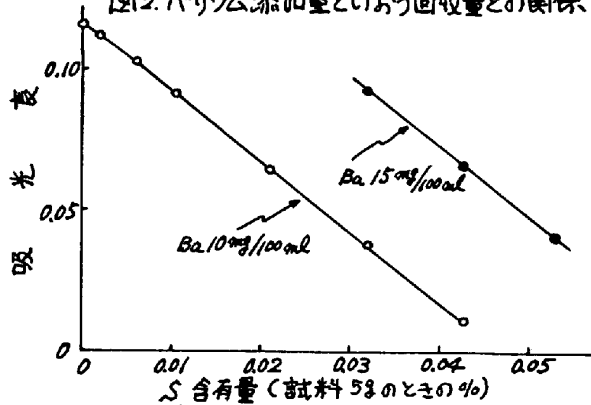


図3. 検量線の一例