

(357) 543.7: 669.1: 669.781: 543.062: 537.525.1  
 プラズマトーチによる鉄鋼中微量ホウ素の定量法

日本鋼管(株)技術研究所 ○塚本 多香子 秋吉 孝則 井樋田 睦

1. 緒言

鋼中のホウ素は極めて微量(5~1ppm)でも鋼質に影響を及ぼす。従来の分析方法としては、蒸留分離によるクルクミン吸光光度法やメチレンブルー・ジクロロエタン抽出法があるが、操作に熟練を要し精度にも問題がある。そこで本研究ではホウ素の蒸留分離を改良し、日立300型高周波プラズマスペクトル分析装置(プラズマトーチ)による微量ホウ素の定量法を検討して高感度且精度の良い分析法を確立した。

2. 実験

(1) プラズマトーチのホウ素感度 分析線は2497.7Åを使用した。プラズマトーチのホウ素に対する感度は水溶液では低い、メタノール溶液では0.002μg/mlまでの高感度が得られた。

(2) 操作方法の概要 試料を硫酸及びりん酸で分解し、蒸発脱水する。これにメチルアルコールを加え、ホウ素をほう酸メチルとして蒸留し、留出液を直接プラズマトーチで測定するという操作法で、以下の点について、検討を行なった。

○溶解酸: Total-Bを定量するためには分解温度を高くする必要があり、溶解酸と分解温度について検討した。また溶液中に水分が存在するとホウ素の回収率が下がるのでできるかぎり脱水をはかった。

○蒸留条件: 蒸留メタノール量は、クルクミン法では添加量40ml留出量25mlであるが、60ml添加し40ml留出させる方がホウ素の回収率は安定した。蒸留時間の短縮と回収を完全にするために、スターラーで攪拌しながら、蒸留を行なった。

○捕集: 測定液中に水分が存在すると感度が落ちるので、受器中には捕集液としてメタノールを入れた。受器にはメスフラスコを使用して留出したほう酸メチルの揮散を防ぐために受器をドライアイスメタノール液で冷却し、蒸留終了後は標線を合わせ直ちに測定した。

3. 結果

(1) 検量線 図-1に示すが、ほう素メタノール標準液による検量線と純鉄にほう素を添加し酸分解・蒸留分離して作成した検量線は、よく一致した。

(2) 定量結果 JSS標準試料の標準値と本法の分析結果は、表-1に示した通りであった。

4. 結言

鉄鋼中の微量ほう素をメチルアルコールで蒸留し、ほう酸メチルとして分離留出したほう素メタノール溶液を、直接プラズマトーチで測定することにより、鋼中ほう素0.2PPmまで精度良く短時間(従来法の約1/2)で分析できる方法を確立した。

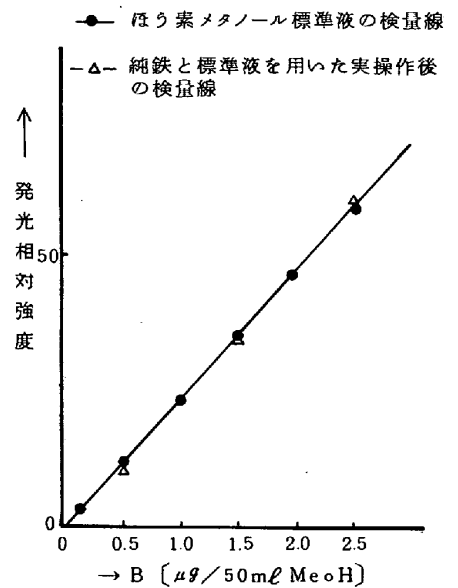


図-1 ほう素の検量線

表-1。鋼中Bの定量法 [PPm]

試料	分析法			
	プラズマトーチ法	写真発光(溶液法)	メチレンブルー法	クルクミン吸光法
JSS 1 5 9 - 2	1.4	1.6	1.5	1.4
JSS 1 7 3 - 2	2.9	3.1	3.3	3.2
JSS 1 7 4 - 2	5.6	5.6	5.5	5.2
JSS 1 7 5 - 2	8.4	8.8	8.5	8.4

※ JSSの標準値はこれら3方法の平均値