

(366) アルシン—原子吸光法による鉄鋼中の微量Asの定量

川崎製鉄 水島製鉄所 工博 遠藤芳秀○中原悠紀

1. 緒言

鉄鋼中のひ素の定量を原子吸光法で行なう場合、試料溶液を直接化学フレイムに噴霧して原子化させる、いわゆる直接原子吸光法では感度不足のため微量分析には適用できない。そこで、アルシン法の鉄鋼分析への適用を試み、分析方法を確立した。

2. 装置

日本Jarrell Ash AA-1型原子吸光光度計に同社製アルシン発生装置(ASD-1A型)を取りつけた。読みとりは高速度レコーダーによるチャート上の波高で行なった。測定条件を表1に示す。

3. 実験および結果

① 試料の分解は硝酸+過塩素酸とし、白煙処理により硝酸を揮散させたのち塩酸溶液とした。

② アルシンの発生は塩化第1すずおよびよう化ナトリウム共存下で、金属亜鉛を投入した。塩化第1すずはFe 0.1 g / 100 mlのときに20%溶液 1.0 ml以上、Fe 0.5 g / 100 mlでは1.5 ml以上を必要とし、よう化ナトリウムは20%溶液 2 ml以上を必要とする。金属亜鉛は0.5~1.5 gが適当である。

③ Feは 0.05~0.5 g / 100 mlの範囲では測定値にほとんど影響を及ぼさない。

④ 測定液中の塩酸濃度は 5~10 ml / 100 mlが適当である。

⑤ 硝酸の許容量は0.2 ml / 100 mlであり、過塩素酸は 5 ml / 100 mlまでの共存は影響しない。

4. 確立した分析方法

試料 0.1~0.5 gを含有率に応じてはかりとり、HNO₃ 5 ml, HClO₄ 5 mlを加えて加熱分解後、白煙を発生させてHNO₃を除去する。冷却後HCl(1+1) 15 mlにより析出塩を溶解し、水で100 mlとする。この液から5~25 mlを分取し、試料と同濃度のFeとHClを含む希釈溶液で液量を25 mlとする。NaI溶液(50%) 1 ml, SnCl₂·HCl溶液(30%) 1 mlを加え、アルシン発生装置にセットする。亜鉛不錠剤(約0.8 g)を加え、H₂ガスおよびアルシンを発生させる。ガス圧が0.5 Kg/cm²となるまで20~30秒待ち、これをArガスをキャリアとしてAr-H₂フレイム中に導入し、Asの吸収ピークを求める。検量線を図1に示す。

5. 定量結果

表2に示すように標準値とよく一致した。本法によって鉄鋼中の0.000n%のひ素が精度よく定量できる。

表1 測定条件

分析線	193.7 nm
ランプ電流	16 mA
Ar流量(フレイム)	6.5 l/min
Ar流量(キャリア)	5.0 l/min
H ₂ 流量	2.0 l/min
アルシン発生圧	0.5 kg/cm ²

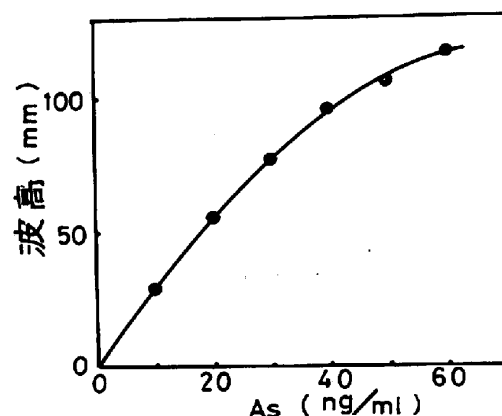


図1 ひ素の検量線

表2 標準試料の定量結果

試料	標準値(%)	定量値(%)
JSS 430-7 炭素鋼	≤0.001*	0.0004 0.0003
440-3 〃	0.002*	0.0024 0.0024
111-4 銑鉄	0.003	0.0032 0.0034
111-3 〃	0.008	0.0082 0.0085
421-2 炭素鋼	0.011	0.011 ₃ 0.012 ₀
157-1 〃	0.020	0.021 ₀ 0.022 ₀

* 参考値