

技術報告

UDC 543.422.8.063 : 669.14 : 669.778

ひモリブデン酸抽出・間接原子吸光分析法による
鉄鋼中微量ひ素の定量*

猪熊康夫**・遠藤 丈**

Determination of Trace Amount of Arsenic in Iron and Steel by
Indirect Atomic Absorption Spectrometric Method Combined with
Extraction of Arsenomolybdic Acid

Yasuo INOKUMA and Jyo ENDO

Synopsis:

A study has been carried out on the atomic absorption spectrometry to determine arsenic in iron and steel by an indirect amplification procedure.

The present technique involves that arsenomolybdic acid is formed in nitric acid solution and extracted into the mixed organic solvent (*n*-butanol 1, iso-butyl acetate 2) after the coexistent phosphomolybdic acid is eliminated by extracting into iso-butyl acetate, and then the amount of molybdenum associated with the arsenic is determined by atomic absorption spectrometry with a nitrous oxide-acetylene flame in the organic phase.

The method is free from interference by the coexistent elements in iron and steel.

Arsenic in iron and steel can be determined down to 2 ppm with this method. The results obtained agreed with the certified value of the standard samples. The reproducibility by the method in the coefficient of variation is 5.0, 1.7 and 2.7% for 0.2, 1.0, and 2.0 $\mu\text{g As/ml}$, respectively.

1. 緒 言

鉄鉱石および鉄鋼材料において、原子吸光分析法は非常に広く採用されており、その有効性も認められ、すでに JIS 化¹⁾されている。しかし P, As, S などの非金属元素への応用、鋼質の高品位化による微量成分定量要求に対する対処、さらに最近の JIS 法²⁾の傾向に見られるように、純鉄を基準として検量線を作成することが一般化されてきており、この純鉄中の極微量成分の定量が重要になってきているが、これらへの適用に対してはこの原子吸光分析法は、いまだ十分に確立されているとはいえない。

このうち、鉄鋼中微量 As の定量方法に関しては、化学分析方法としてよう化ひ素抽出モリブデン青吸光光度法³⁾が知られているが、0.01% 以下の微量に対しては感度の点に若干問題が残されているため、十分な精度が得られていない。したがって鉄鋼中微量 As の定量方法を確立するため、筆者らが鉄鋼中微量 P の定量において採

用⁴⁾した、モリブデン酸抽出・間接原子吸光分析法の適用を試みた。定量法作成の成否は、P, As および Si が同時に形成するヘテロポリ酸からひモリブデン酸のみを抽出分離し、しかも有機溶媒中で As と一定割合で結合している Mo を原子吸光分析法で定量する条件を確立することにある。

検討の結果、りんモリブデン酸を抽出除去するには酢酸イソブチルが適当であつた。また、けいモリブデン酸との分離には、*n*-ブタノール、酢酸イソブチルおよび酢酸イソアミルの混合溶媒が最適であつた。しかし、同時に生成するりんバナドモリブデン酸は上記混合溶媒に抽出されてくるため、V が共存する場合、その干渉が問題となる。この対策として、P 定量法検討⁴⁾のときと同様、ひモリブデン酸生成時、硝酸濃度を高めてこのヘテロポリ酸を分解する方法について調査した結果、この手法は As の定量にも適用可能であることが確認された。その結果、鉄鋼中 0.0002% までの微量 As の定量を可能にすることができたので、この実験経緯と定量結果について

* 昭和 47 年 10 月日本金属学会講演大会にて発表 昭和 51 年 8 月 27 日受付 (Received Aug. 27, 1976)

** 住友金属工業(株)中央技術研究所 (Central Research Laboratories, Sumitomo Metal Industries, Ltd., 1-3 Hondori Nishinagasu Amagasaki 660)

以下に述べる。

2. 装置および試薬

2.1 装置

原子吸光光度計：Perkin-Elmer 303 形

振とう機：イワキKM式V-S形

2.2 試薬

- (1) 硝酸
- (2) 硝酸 (1+1)
- (3) 硝酸 (0.4N)：混合溶媒Aを飽和させておく。
- (4) 過塩素酸 (60%)
- (5) モリブデン酸アンモニウム溶液：モリブデン酸アンモニウム $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 100 g を温水約 900 ml に溶解し、冷却した後水で 1000 ml にうすめる。
- (6) 酢酸イソブチル
- (7) 混合溶媒A (n-ブタノール 1, 酢酸イソブチル 1, 酢酸イソアミル 2)
- (8) 混合溶媒B (n-ブタノール 1, 酢酸イソブチル 1)
- (9) 混合溶媒C (n-ブタノール 1, エチルエーテル 1)
- (10) 混合溶媒D (n-ブタノール 1, 酢酸エチル 1, 酢酸イソアミル 2)
- (11) 標準砒素溶液 (25 μg As/ ml)：砒素 2 ナトリウム $(\text{Na}_2\text{HAsO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O})$ 0.104g をはかり取り、水に溶解して 1000 ml にうすめる。
- (12) 純鉄：As 含有率が 0.0001% 以下、または As 含有率既知のもの。

3. 定量操作

3.1 試料のはかり取り量

試料は原則として 1000g をはかり取る

3.2 操作

(1) 試料をピーカー (300 ml) に正確にはかり取り、硝酸 [2.2(2)] 10 ml および過塩素酸 [2.2(4)] 15 ml を加え、時計皿でふたをした後、加熱分解する¹⁾。引き続き加熱して過塩素酸白煙を発生させ、この状態を鉄の塩類が析出するまで保持する。

(2) 放冷後²⁾、硝酸 [2.2(1)] 40 ml を加えて塩類を溶解し、50 ml のメスフラスコに移し、水でピーカーを洗いながら標線まで正確にうすめる。

(3) 3.2(2) の溶液 10 ml を分液漏斗 (100 ml) に正確に分取し、硝酸 [2.2(1)] 12 ml およびモリブデン酸アンモニウム溶液 [2.2(5)] 10 ml を加え、さらに水 3 ml を添加し、全液量を 35 ml とする。

(4) 酢酸イソブチル [2.2(6)] 20 ml を加えて 1 min 間激しく振とうし、静置、二層に分相後、下層を別の分液漏斗 (100 ml) に移し、上層を捨てる。もう一度酢酸イソブチル 20 ml を加え、同様に操作し、下層の水溶液をさらに別の分液漏斗 (100 ml) に入れ、上層を捨てる。次に、混合溶媒A [2.2(7)] 10 ml³⁾ を加え 5 min 間激しく振とうし、静置、二層に分相後、下層を捨てる。硝酸 [2.2(3)] 10 ml を加えて 1 min 間激しく振とうし、静置、二層に分相後、下層を捨てる。さらにもう一度この酢酸 10 ml を加え、同様に操作し、下層を捨てる。

(5) 原子吸光光度計を用い、この有機相を $\text{N}_2\text{O}-\text{C}_2\text{H}_2$ フレーム中に噴霧して分析線 313.2nm における吸光度を混合溶媒Aを対照液として測定する⁴⁾。

(6) 3.2(5) で得た試料溶液の吸光度を 3.3 の手順に従って操作し、並行して作成した検量線に挿入して As の含有量を求める。

3.3 検量線の作成

純鉄 [2.2(12)] 1.000 g をピーカー (300 ml) に必要数ばかり取り、これに標準砒素溶液 [2.2(11)] を段階的に加え、3.2(1) から (5) の手順に従って操作し、吸光度と As 含有量との関係線を作成して検量線とする。または As 含有率既知の標準試料を用いて 3.2(1) から (5) の手順に従って操作し、吸光度と As 含有率との関係線を作成して検量線としてもよい。検量線の一例を Fig. 1 に示す。

注 (1) 硝酸 (1+1) で分解困難な試料は王水 30 ml で加熱分解する。

(2) Nb および W を含む試料では、加水分解して沈殿を生じるので、ろ紙 (5 種 C) を用いてろ過し、ろ液と洗液を集め、再度過塩素酸白煙処理を行なう。

(3) As 含有率が 0.01% 以上の場合は、50 ml 添

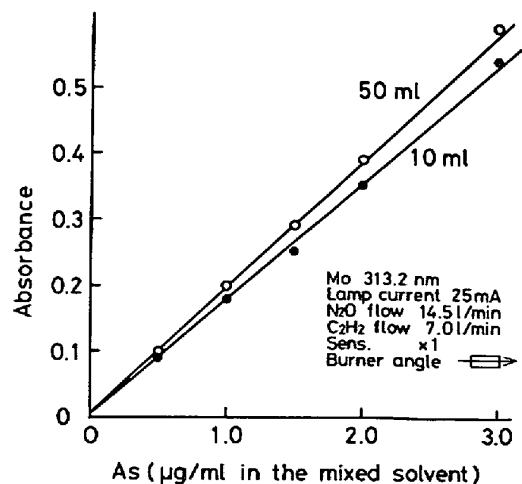


Fig. 1. Calibration curve.

Table 1. Instrumental conditions.

| | |
|---|--|
| Analytical line | 313.2 nm |
| Lamp current | 25 mA |
| Slit width | 1.0 mm |
| N ₂ O flow rate | 14.5 l/min |
| C ₂ H ₂ flow rate | 7.0 l/min |
| Light axis | Adjusted to 7.7 mm in height above the burner head |
| Sens. | ×1 |

加する。このときは検量線の作成も同様に操作する。

(4) 吸光度が高く測定困難な場合は、バーナーの角度を適当に変えて感度を下げて測定してもよい。

4. 実験結果と考察

4.1 混合溶媒中 Mo の吸光度測定条件の検討

3.2(5) に示したように、混合溶媒 A [2.2(7)] (以下図中では (the mixed solvent と記入) 中の Mo を水溶液中に逆抽出することなく、原子吸光光度計を用いて直接定量するため、その吸光度測定における最適条件を求める検討を行なった。

その結果、感度吸光度の安定性および検量線の直線性を考慮に入れ、Table 1 に示す水準を採用することにした。

4.2 試料の分解

As は、その化合状態によっては揮発性に富むもの⁶⁾があるので、分解酸の使用には十分な注意が必要である。JIS 法⁹⁾では、硝酸分解・過塩素酸白煙処理法が採用されているので、これに準じた。

4.3 ひモリブデン酸生成条件の検討

4.3.1 酸の種類

先に報告した P 定量法⁴⁾では硝酸溶液を採用したので、P と As の連けい定量法への発展を考慮に入れ、硝酸溶液中でひモリブデン酸を生成させることにした。

4.3.2 硝酸濃度

緒言に示したように、V の干渉は硝酸濃度を高めて除去することにしたので、硝酸濃度とりんバナドモリブデン酸との関係について検討を行なった。その結果を Fig. 2 に示す。

Fig. 2 より、V 1 mg 添加すなわち試料中 0.5% 共存させた場合、全液量 35 ml に対し、硝酸 [2.2(1)] 添加量が 18 ml 以下のときはりんバナドモリブデン酸の分解が不十分となり、混合溶媒 A に抽出されてくるため、硝

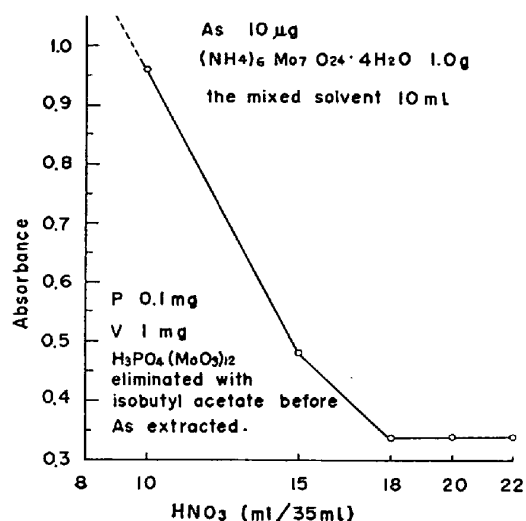


Fig. 2. Effect of nitric acid concentration on the arsenomolybdic acid formation with the coexistence of P and V.

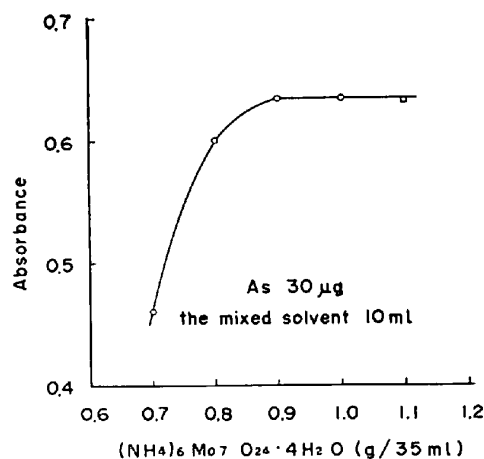


Fig. 3. Effect of amounts of ammonium molybdate on the arsenomolybdic acid formation.

酸濃度が低くなるに従って吸光度が急激に増大していくことがわかった。一方、硝酸添加量が 18 ml 以上のときはりんバナドモリブデン酸の分解が完全となり、一定の吸光度を示した。

以上の検討結果より、硝酸 [2.2(1)] 20 ml 添加して全液量を 35 ml に調整することにした。

4.3.3 モリブデン酸アンモニウム濃度

ひモリブデン酸生成時のモリブデン酸濃度は、硝酸濃度と関係があるため、4.3.2 で採用した硝酸濃度におけるモリブデン酸アンモニウムの必要量について検討を行なった。その結果を Fig. 3 に示す。

Fig. 3 より、モリブデン酸アンモニウムを 0.9 g 以上加えることにより、一定の吸光度を示し、ひモリブデン酸は定量的に生成することがわかったので、モリブデン

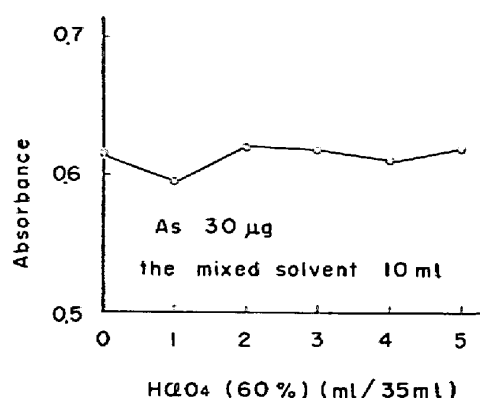


Fig. 4. Effect of perchloric acid concentration on the arsenomolybdic acid formation.

Table 2. Effect of solvents on the extraction of arsenomolybdic acid.

| Solvent | Absorbance | | Sens. ((2)-(1)) |
|------------------------|--------------------|-----------------------|--------------------|
| | (1) Blank/10 ml | (2) 10 µg As/10 ml | |
| Solvent A [2.2(7)] | 0.078 | 0.325 | 0.247 |
| Solvent B [2.2(8)] | 0.682 | 0.864 | 0.182 |
| Solvent C* [2.2(9)] | 0.532 | 0.766 | 0.234 |
| Solvent D [2.2(10)] | 0.153 | 0.396 | 0.243 |

* As is reextracted by 2N-NH₄OH, 10 ml.

酸アンモニウムは 1 g すなわち、モリブデン酸アンモニウム溶液 [2.2(5)] を 10 ml 添加することにした。

4.3.4 過塩素酸の干渉

過塩素酸白煙処理後、残存してくる過塩素酸の干渉について調べるため、過塩素酸 [2.2(4)] を 5 ml まで添加して検討を行なった。その結果を Fig. 4 に示す。

Fig. 4 より、過塩素酸 [2.2(4)] は 5 ml 共存においても干渉しないことがわかった。つまり、鉄塩が析出する程度にまで白煙処理を行なえば遊離の過塩素酸は 5 ml 以下となり、この干渉は無視できることが認められた。

4.4 ひモリブデン酸の抽出条件の検討

4.4.1 抽出溶媒の選択

ひモリブデン酸の抽出溶媒は、*n*-ブタノール⁶⁾、*n*-ブタノールとエチルエーテルの混合溶媒⁷⁾、*n*-ブタノール酢酸エチルおよび酢酸イソアミルの混合溶媒⁸⁾などが使用されている。

筆者らは、ブランク値および感度を考慮に入れ、4.3 で決定した条件に従ってモリブデン酸を生成させた後、

混合溶媒 A [2.2(7)]、混合溶媒 B [2.2(8)]、混合溶媒 C [2.2(9)]、および混合溶媒 D [2.2(10)] の 4 種の溶媒にてひモリブデン酸を抽出し、比較検討を行なった。その結果を Table 2 に示す。

Table 2 より、ブランク値が低く、しかも感度の一番良好な溶媒は混合溶媒 A であつたので、これを採用することにした。なおブランクは使用した試薬中に含まれる微量 As によるよりも水溶液中に大多量に存在するモリブデン酸によるため、ブランク値の高い溶媒は、これを低減させるために多数回水洗を行なう必要があり、感度低下の原因ともなるので、ブランク値は低い方がよい。

4.4.2 抽出時間

4.3.1~4.4.1 で決定した条件のもとで、振とう時間と吸光度との関係について調べてみた。その結果を Fig. 5 に示す。

Fig. 5 より、4 min 以上の振とう時間で吸光度は一定となり、ひモリブデン酸は定量的に抽出されることがわかつたので、より確実を期するため 5 min 間振とうすることにした。

4.4.3 溶媒量

溶媒量と吸光度との関係を知るため、Fig. 6 に示す検討を行なった。

Fig. 6 より、As 量が 10 µg と一定の場合、吸光度は

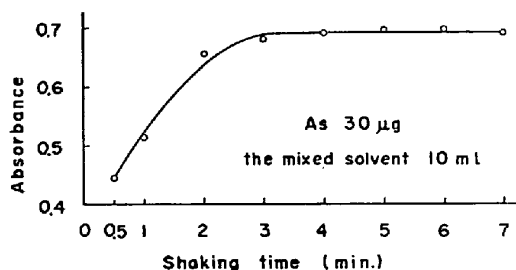


Fig. 5. Effect of shaking time on the extraction of arsenomolybdic acid.

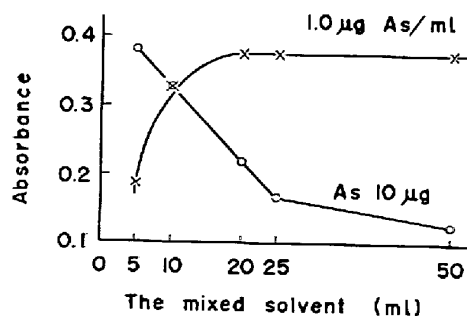


Fig. 6. Effect of volume of the mixed solvent (iso-butyl acetat 1, *n*-butanol 1 and iso-amyl acetate 2) on the extraction of arsenomolybdic acid.

溶媒量が 25 ml 以下では、その変化は非常に大きい、それ以上では、ゆるやかな変化を示すことがわかった。一方、有機溶媒中の濃度を 1.0 $\mu\text{g As/ml}$ と一定にしたときは、20 ml 以上で吸光度は一定の値を示し、それ以下では溶媒量の減少とともに低下する傾向を示した。これは溶媒量が 20 ml 以下ではその損失率が溶媒量に反比例して急激に高くなることによるものと考えられる。一方、20 ml 以上においては溶媒の損失率はわずかなため吸光度は一定の値を示したものと見える。したがって、20 ml 以下で抽出するときはできるだけ条件を一定に保ち分析精度の維持をはからなければならない。今回は定量下限の向上を考慮に入れ、10 ml と 50 ml の水準を採用することにした。

4.4.4 As 量と抽出率との関係

今回採用した溶媒の抽出率と As 量との関係を知るため、2 回目と 3 回目の抽出における As 量と吸光度との関係を調べてみた。その結果を Fig. 7 に示す。

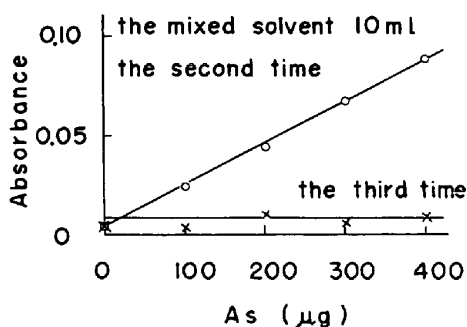


Fig. 7. Effect of the extraction number of arsenomolybdic acid.

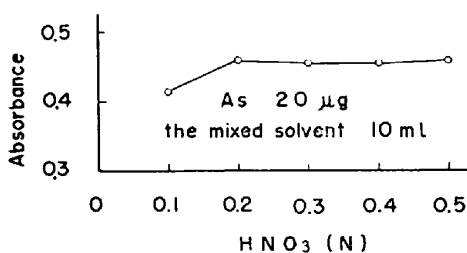


Fig. 8. Effect of nitric acid concentration on the washing of the extract.

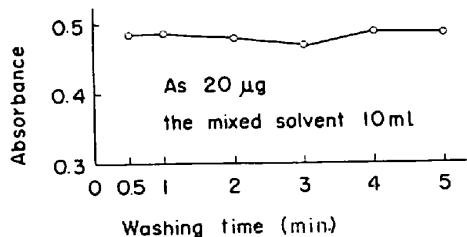


Fig. 9. Effect of the shaking time on the washing of the extract.

Fig. 7 より、2 回目でも As 量が 400 μg までならば、As 量と吸光度との間に良好な直線関係が得られ、As 濃度に関係なく抽出率は一定であることが確認できた。なお、3 回目は 400 μg 以下すべてブランクと同じ吸光度になり、As は完全に抽出されてしまっていることがわかった。

4.4.5 洗浄液の酸濃度

ひモリブデン酸とともにモリブデン酸も一部有機相に抽出されてくることが考えられるので、硝酸で洗浄除去することにし、その硝酸濃度と吸光度との関係について調べた。その結果を Fig. 8 に示す。なお、洗浄液は溶媒の損失を防ぐため、本溶媒で飽和させたものを用いた。

Fig. 8 より、0.2N 以上で一定の吸光度を示すことが

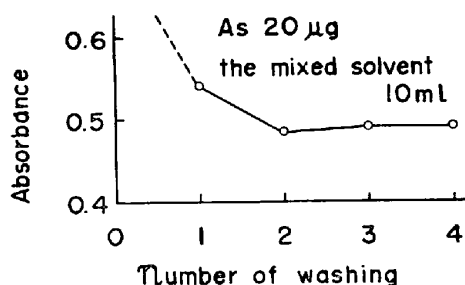


Fig. 10. Effect of the number of washing of the extract.

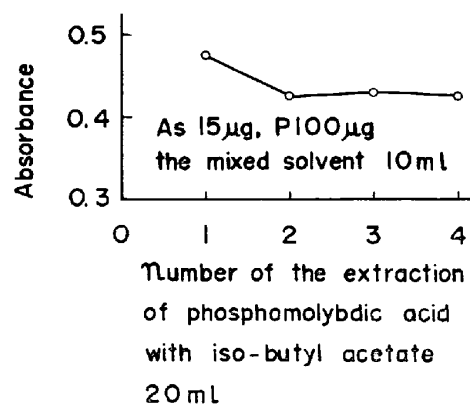


Fig. 11. Effect of number of the extraction of phosphomolybdic acid with iso-butyl acetate to avoid the effect of P.

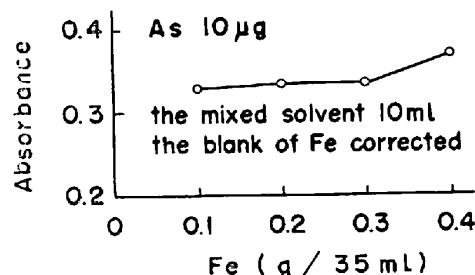


Fig. 12. Effect of amounts of the coexistent iron.

Table 3. Effect of coexistent elements.

| Coexistent elements | | | As added (μg) | As found (μg) | Remarks |
|---------------------|-------------------------------------|--------|-------------------------------|-------------------------------|--------------------------------|
| P (μg) | Elements (mg) | Fe (g) | | | |
| — | — | 1.0 | 50.0 | 50.0 | As ⁵⁺ was not added |
| — | As ³⁺ : 50 μg | 1.0 | — | 51.4 | |
| 500 | — | 1.0 | 50.0 | 50.0 | |
| — | Si ⁴⁺ : 10 | 1.0 | 50.0 | 50.0 | |
| 500 | V ⁵⁺ : 10 | 1.0 | 50.0 | 51.1 | |
| 500 | Ti ⁴⁺ : 10 | 1.0 | 50.0 | 51.4 | |
| 500 | Zr ⁴⁺ : 10 | 1.0 | 50.0 | 50.0 | |
| 500 | Nb ⁶⁺ : 10 | 1.0 | 50.0 | 50.5 | |
| — | Ge ⁴⁺ : 0.5 | 1.0 | 50.0 | 50.5 | |
| — | Ni ³⁺ : 100 | 0.9 | 50.0 | 49.6 | |
| — | Cr ⁶⁺ : 200 | 0.8 | 50.0 | 48.9 | |
| — | Mn ²⁺ : 25 | 1.0 | 50.0 | 51.0 | |
| — | Mo ⁶⁺ : 25 | 1.0 | 50.0 | 53.0 | |
| — | Cu ²⁺ : 25 | 1.0 | 50.0 | 47.5 | |
| — | Co ³⁺ : 25 | 1.0 | 50.0 | 51.8 | |
| — | Ta ⁵⁺ : 0.5 | 1.0 | 50.0 | 48.4 | |
| — | Sn ⁴⁺ : 0.5 | 1.0 | 50.0 | 50.5 | |
| — | W ⁶⁺ : 10 | 1.0 | 50.0 | 49.2 | |

ppt -- Precipitation

わかつたので、0.4N の硝酸 10 ml で有機相を洗浄することにした。

4.4.6 洗浄時間

Fig. 9 に示すように、30 sec 以上の振とう時間で吸光度は一定の値を示すことがわかつたので、1 min 間振とうすることにした。

4.4.7 洗浄回数

洗浄回数と吸光度との関係について調査した結果、Fig. 10 に示すように、2 回以上の洗浄でモリブデン酸は完全除去され、吸光度は一定の値を示すことがわかつたので、2 回洗浄することにした。

4.5 共存元素の干渉について

4.5.1 りんモリブデン酸の除去

4.3 の検討実験で決定した条件では、りんモリブデン酸も同時に生成するため、酢酸イソブチルで事前に抽出除去することにした。その検討結果を Fig. 11 に示す。

Fig. 11 より、P 100 μg 共存、すなわち試料中 0.05 % 相当の場合、酢酸イソブチル 20 ml で 1 回抽出では不十分なため、2 回目に比べ若干高値を示した。しかし、2 回目以後は吸光度が一定となり P は完全に除去されることが確認できたので、酢酸イソブチル 20 ml で 2 回抽出することにした。

4.5.2 Fe の許容量

Fe 量の影響について検討を行なった結果を Fig. 12 に示す。

Fig. 12 より、Fe が 0.3 g 以下であれば吸光度は一定の値を示し、Fe の影響は認められなかつた。一方、0.3 g 以上では、吸光度が若干増加する傾向が認められ

Table 4. Repeatability of results by present method. (μg As/ml)

| Added | 0.2 | 1.0 | 2.0 |
|-----------|-------|-------|-------|
| \bar{x} | 0.20 | 1.00 | 1.98 |
| σ | 0.010 | 0.017 | 0.054 |
| C.V(%) | 5.0 | 1.7 | 2.7 |

n=10

た。Fe 0.3 g は試料はかり取り量に換算すれば 1.5 g に相当し、純鉄から高合金鋼まで適用可能であることがわかつた。

4.5.3 その他の元素

共存元素の干渉について調査するため、鉄鋼中に含まれる可能性のある 17 成分の検討を行なった。その結果を Table 3 に示す。実験は、定量操作に準拠し、Table 3 に示す Fe 量を硝酸 [2.2(2)] に溶解後、As および他の共存元素も同様に添加し、過塩素酸白煙処理を行なった後、硝酸 [2.2(1)] と水を用いて 50 ml にうすめた。なお、Nb と W の場合は沈殿を生じたのでろ別した。この 10 ml を分液漏斗に分取し、3.2(3) 以降の定量操作に従って As 含有量を求めた。

Table 3 より、表中に示す共存元素およびそれらの検討濃度範囲内であれば、すべて干渉しないことが認められた。

5. 分析精度

純鉄 [2.2(12)] と標準元素溶液 [2.2(11)] を用い、

Table 5. Analytical results of standard samples.

| Sample | Certified value (%) | Found (%) | | Remarks |
|-----------|---------------------|-----------|--------|--------------------------------|
| | | 1 | 2 | |
| NBS 55 e | 0.007 | 0.0078 | 0.0082 | Pure iron |
| NBS 7 g | 0.014 | 0.0132 | 0.0139 | Cast iron |
| BCS 260/2 | — | 0.0006 | 0.0007 | Pure iron |
| BCS 149/2 | — | 0.0003 | 0.0003 | Pure iron |
| BCS 236/2 | 0.03 | 0.030 | 0.031 | C 2.53%, Si 2.00% |
| JSS 100-1 | 0.008 | 0.0076 | 0.0074 | C 3.66%, V 0.05%, Ti 0.12% |
| JSS 110-1 | 0.006 | 0.0049 | 0.0036 | C 4.03%, Si 1.49%, Ti 0.06% |
| JSS 157-1 | 0.020 | 0.0209 | 0.0195 | Ti 0.027%, Zr 0.16%, Nb 0.044% |
| JSS 159-1 | 0.052 | 0.053 | 0.055 | Co 0.20%, Ti 0.22%, Nb 0.19% |

3.2 の定量操作に従って定量を行ない、試料溶解からの繰返し精度を求めた。Table 4 にその結果を示す。

Table 4 より、0.2 μ g As/ml の水準（溶媒 10 ml）で、標準偏差にして 0.01 μ g As/ml であり、これは鉄鋼中 0.001% の水準で 0.5ppm に相当する。したがって、 $\pm 2\sigma$ は 2ppm となり、本法では、0.001% 以上で 0.0002% の区別が可能であることを示している。それ以上の濃度においては、変動係数にして 2~3% と原子吸光分析方法としては良好であり、実用上十分満足できる値であるといえる。

次に鉄鋼標準試料を本法にて分析した結果を Table 5 に示す。

Table 5 に示したように、本法の結果は標準値と良く一致しており、鉄鋼中 As 定量法として十分な精度を有していることが確認された。

6. 結 言

以上の実験結果を以下に要約する。

(1) ひモリブデン酸は、全量 35 ml とした場合、硝酸 20 ml およびモリブデン酸アンモニウム 1.0 g 添加することにより生成し、これは *n*-ブタノール、酢酸イソブチルおよび酢酸イソアミルの混合溶媒 (1+1+2) にて抽出可能であり、またこの溶媒は N₂O-C₂H₂ フレーム中に直接噴霧することも可能である。

(2) As は、試料を硝酸または王水で分解後、過塩素酸白煙処理を行なうことにより As⁵⁺ に完全に酸化される。

(3) ひモリブデン酸生成時、同時に生成するりんモリブデン酸は、前者を抽出する前に酢酸イソブチルで抽出除去することにより、その干渉は除去できる。また、V 共存時、生成するりんバナドモリブデン酸は上記混合

溶媒に抽出されるため非常に大きな干渉を示すが、硝酸濃度を高めて分解することにより、この干渉は完全に除去できる。その他、鉄鋼中に共存すると考えられる 15 成分は干渉しないことを確認した。

(4) 本法の定量下限は、試料溶解からの繰返し精度から考え、0.0002% 程度と推定される。この試料溶解からの繰返し精度は、As 濃度が 0.2 μ g As/ml のもので変動係数にて 5.0%、1.0 μ g As/ml で 1.7%、2.0 μ g As/ml で 2.7% であつた。本法による標準試料の定量結果は、標準値とよく一致し、精度の良好な方法であることが確認された。

以上、本法は操作が簡単でしかも共存元素の干渉もなく、鉄鋼中微量 As の日常分析法として十分実用できることが確認された。

最後に、本研究の発表を許可された住友金属工業(株)中央技術研究所長取締役小田尚輝博士、副所長三好栄次博士および研究所次長近藤豊博士に感謝いたします。

文 献

- 1) 日本工業規格, 鉄鉱石の原子吸光分析方法 JIS M 8204-1971
- 2) 日本工業規格, 鉄及び鋼の原子吸光分析方法 JIS G 1257-1975
- 3) 日本工業規格, 鉄及び鋼中のひ素定量方法 JIS G 1225-1969
- 4) 猪熊康夫, 遠藤 丈: 鉄と鋼, 63(1977), p.1026
- 5) 安田和夫, 塚田 実: 鉄鋼化学分析全書, 新版 6 (1963), p. 113
- 6) O. WADELN and M. G. MELLON: International Congress on Anal. Chim. 77(1952), p. 708
- 7) 浅岡 博: 分析化学, 17(1968), p. 736
- 8) G. H. MORRISON and H. FREISER, 田中元治訳: 溶媒抽出分析法, (1959), p. 133
- 9) T. V. RAMAKRISHNA, J. W. ROBINSON and P. W. WEST: Anal. Acta, 45(1969), p. 43