

## (319) 原子吸光光度法による鉄鉱石中のすずの定量

新日本製鐵(株) 製品技術研究所 安田 浩 渡部 弘  
○森 隆

## 1. はじめに

鉄鉱石中のすずの定量を原子吸光光度法で行なう場合良法がなく、試料溶液を直接フレイムに噴霧する直接法では感度不足のため微量分析には適用できない。また、試料を過酸化ナトリウムで直接融解する方法はるつぼからの融出元素による影響を受けやすい。そこで、最も共存元素の影響を受けにくいトリ-n-オクチルホスフィンオキサイド-MIBK (TOPO-MIBK) 抽出法の適用化を試み、定量方法および共存元素の影響を検討し良好な結果が得られたので報告する。

## 2. 装置

パーキンエルマ 403 型を使用した。測定条件を表 1 に示す。

表 1 測定条件

項目	測定条件
分析線	286.3nm
ランプ電流	10mA
バーナ位置	2.0目盛
C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> 流量	11.6ℓ/min
N <sub>2</sub> O 流量	12.8ℓ/min

## 3. 実験および結果

- 融解操作をへた過酸化ナトリウム溶液を用い、TOPO 濃度および沃化カリウム量について検討した。TOPO 溶液の濃度は 0.5 W/V % ~ 5 W/V % まで、また、沃化カリウム溶液 (45 W/V %) については 20 ml まで添加したがこの範囲では吸光度は安定であった。
- 試料溶液中和後の塩酸量は 10 ml / 100 ml 以上になるとわずかに高値を示すがほぼ一定となる。
- TOPO-MIBK で抽出したすずの錯体は放置時間 120 分まで安定であった。
- 共存鉄量は 2 g まで許容でき鉄による影響はまったく認められない。共存鉄量 1 g を還元するために要するアスコルビン酸は 2 g で充分であった。
- 酸化鉄 (JSS 802-1) 1 g に各酸化物の元素を添加し、過酸化ナトリウム 5 g で融解した。この融成物を温湯抽出後、塩酸酸性溶液としてすずの標準溶液を加え、以下分析操作に従って共存元素の影響を検討した。この結果、Al 200 mg, Cr, Zn, 100 mg, Ti, V, Mg, Ca, Si, Co, As, 50 mg, Mn 20 mg, Cu, Pb, 10 mg まではずすの定量に影響をおよぼさない。

## 4. 分析操作

試料 0.5 ~ 1 g を含有率に応じてニッケル又はアルミナルツボにはかりとり、過酸化ナトリウム 5 g を加えよく混和し加熱溶解する。

放冷後、ルツボをビーカ (300 ml) に移し入れ、温水 50 ml で融成物を溶解し少量の水で洗浄して取り出す。この溶液をかきまぜながら塩酸 2.5 ml を徐々に加え放冷する。これにアスコルビン酸 2 g を加え、鉄を還元した後沃化カリウム溶液 2 ml を加えて分液

表 2 定量結果

試料名	標準値	分析値 (%)		分析数 (n)	X̄ (%)	σ (ppm)	CV (%)
		最小値	最大値				
磁鉄鉱 (社内試料)	—	0.0003	0.0004	8	0.0004	0.46	11.6
アルガロポ (JSS-813-2)	0.001*	0.0009	0.0013	10	0.0011	1.4	12.7
焼結鉄 (JSS851-1)	—	0.0016	0.0019	10	0.0017	1.2	7.3
ロンピン赤鉄鉱 (JSS800-2)	0.012	0.0103	0.0113	7	0.0107	3.6	3.4
赤鉄鉱 (社内試料)	0.024	0.0227	0.0234	10	0.0232	4.6	2.0
ホンコン (社内試料)	0.076	0.0756	0.0796	10	0.0778	12.3	1.6

\*印 参考値

漏斗に移し入れ水で全容を 100 ml とする。TOPO-MIBK 溶液 (1%) 10 ml を正確に加えて 30 秒間激しく振りまぜ、しばらく静置して水層は捨てる。有機層を栓付容器に乾燥ろ紙を用いてろ過して移し入れ、検液とする。

5. まとめ 鉄鉱石の各種標準試料を用い定量した結果、表 2 に示すように標準値とよく一致し精度よく迅速に定量できる。また共存元素の影響はほとんど受けない。