

(444) 原子吸光法による鑄鉄及び低合金鋼中の諸元素の連けい定量

京都大学 工学部 ○井ノ山 直哉

京都府立中小企業総合指導所 野田正司, 富樫佳泰, 八木永治

京都市工業試験場 木村 善保

1. 緒言 原子吸光法による鉄鋼中の諸元素の定量はJISにも採用され、分析操作の簡便さと幾多の元素の連けい定量も可能という利点から著しく普及してきた。我々も一般の鑄鉄または低合金鋼等も含めてできるだけ広い範囲で多くの元素が同一前処理により原子吸光法で迅速に連けい定量ができる方法を研究してきた。その結果、Mn, Ni, Cu, Mg, Cr, Ti, Al, V, Mo及びSi(この元素のみ前処理過程で重量法で定量)等普通鑄鉄及び低合金鋼中に含まれる範囲内でこれら元素が共存していても十分連けい定量ができる方法が確かめられたのでここに報告する。

2. 原子吸光測定条件 島津製作所及び日本ジャーナルアツシユ製の機種を用い、分析線はJISの通りである。フレームはMn, Ni, Cu, Mgをair-C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>で、その他の元素はN<sub>2</sub>O-C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>炎を用いた。

3. 前処理方法 鑄鉄及び低合金鋼は酸溶解時に分解し難い炭化物等が多く介在し、鑄鉄はSiも多く不溶性けい酸も生成しやすい。そのため原子吸光に影響なく、介在物も分解しやすく、同時に不溶性けい酸が脱水ゲル化して分離させやすい前処理法としてHNO<sub>3</sub>-HClO<sub>4</sub>溶解後、HClO<sub>4</sub>白煙処理を行なう方法をとった。そして分別残渣よりSiを重量法で定量し、濾液より上記9元素を原子吸光法で連けい定量した。この場合、Crの揮散や残渣中への諸元素の残留も懸念されるので、これらの問題も調査した。検量線及び共存元素の影響等はCrの重クロム酸カリの使用以外はいずれも純金属を溶かした標準液を用いて純鉄に加え前処理法に準じて操作した溶液で調べた。実試料はNBS標準試料及びFe-C-Si合金溶湯に上記元素を種々の割合の低合金成分になるよう配合して溶製鑄造した鑄鉄14試料を用い、各研究機関で共同分析を行った。干渉防止剤としては上記定量元素または今後さらに連けい定量ができない元素は含まず、しかも上記元素のいずれの共存も抑制できるものを選択することにした。

4. 実験結果 HClO<sub>4</sub>白煙処理時の塩化クロミルとしての揮散はなく、むしろCr, Al, Tiがけい酸ゲル中に少量ではあるが残るため、Si定量後の残渣をピロ硫酸ナトリウムで溶融回収することにした。この前処理法で分析する場合原子吸光値に及ぼす共存元素の影響はMgに対してCu, Niが若干の負の、Mnは正の干渉を示し、Crに対してはNi, Mnが、Tiに対してはAl, Vが、Alに対してはTi, Crが、Moに対してはTi, Al, Cr, VがVに対してはTi, Al, Crがそれぞれ正の干渉を示した。しかしピロ硫酸ナトリウム20mg/mlを含む溶液にLaを2mg/mlの割合で加えることにより、いずれの元素に対してもMn, Ni, Cu, Cr, Mo, Vは250µg/ml, Al及びTiは50µg/ml, Mgは40µg/mlまでの共存は影響なく定量することができた。この方法により実際の鑄鉄試料14種及びNBS標準試料中の上記10元素を定量した結果、他のJIS法に基づいて分析した化学分析値または標準試料の分析値となんらそんな色なく正確に、迅速連けい定量のことが確かめられた。

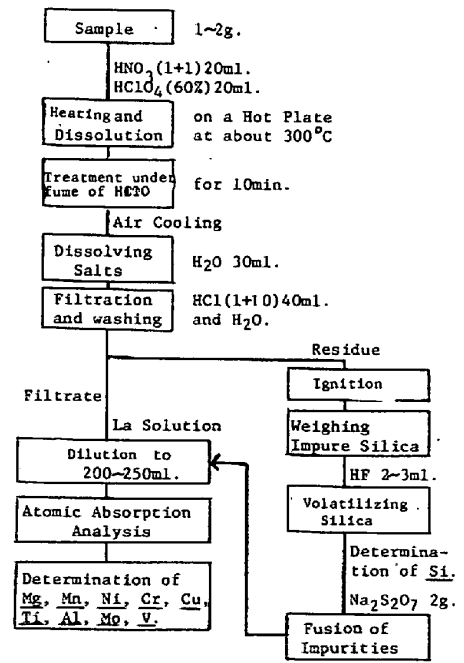


図1. 分析方法