

(377) 溶媒抽出分離クルクミン吸光光度法による鉄鋼中極微量ほう素の定量

川崎製鉄 技術研究所 ○針間矢 宣一 内山 弘一

1. 緒言 鉄鋼中のほう素は、極微量の存在でも焼入れ性など、鋼の特性への影響が大きい元素であり、高感度なメチレン青抽出吸光光度法や蒸留分離クルクミン吸光光度法が用いられている。

しかし、これらの方法は、分析操作が複雑で分析条件も厳密であって高度の熟練を必要とし、定量下限も2~3 ppmであって、最近の鋼材における材質特性の研究には合致しない面もあった。そこで鋼中5 ppm未満のほう素を精度良く定量することを目的とした研究を行なった。その結果、鋼中0.25~5 ppmのほう素を高感度、高精度に、また共存元素の妨害の少ない簡易な定量法を確立したので報告する。

2. 確立した分析方法

(1) 石英ビーカを用いて、試料(1g)をH₂SO₄(1+6)35mlで分解し、ろ過する。残さをNa₂CO₃で融解して、ろ液に合わせる。分液漏斗に移し、硫酸濃度(3N)を調節して50mlにうすめる。

(2) EHD(5%)-CH₃Cl(20ml)でほう素を抽出する。分離後CH₃Cl(5ml)でほう素を回収する。CH₃Cl相を合わせ、H₂SO₄(3N)で洗浄した後、石英ビーカに移し、温風を用いて蒸発乾固する。

(3) クルクミン酢酸溶液5mlを加えた後、更に混酸(硫・酢酸)4mlを加えて振り混ぜ、40分間放置して発色させる。C₂H₅OH(80%)約50mlで呈色錯体を抽出し、同じC₂H₅OHを用いて100mlにうすめた後、波長550nmで吸光度を測定する。
*1 EHD: 2-エチル-1,3-ヘキサンジオール

3. 実験結果

(1) ほう素の呈色条件: ほう素-クルクミン反応による硫酸・酢酸法を採用した。呈色体の溶解・希しゃくには、C₂H₅OH(80v/v%)が適しており、呈色ブランクの低減に効果がある。呈色のための反応時間は、抽出剤(EHD)が存在しない場合20分間で良いが、EHD 1mlが共存する場合40分間必要であり、その結果をFig. 1に示した。また、40分間反応させた場合にEHD共存量範囲は、0.25~1.0mlでそれ以上の共存は低値を示す原因となる。

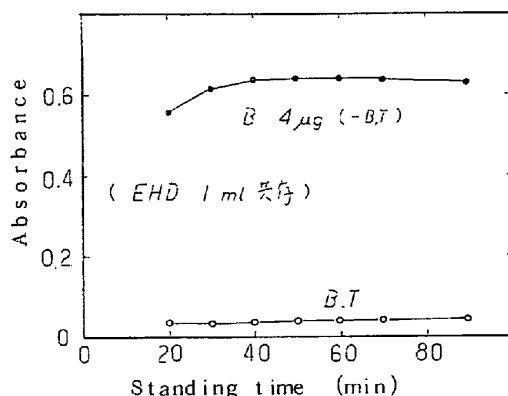


Fig. 1 Effect of standing time at color development.

(2) ほう素の抽出分離条件: 抽出実験にはテフロン製分液漏斗を用いた。ガラス製及びポリエチレン製器具の使用は不適当であった。抽出時の酸種は塩酸又は硫酸が用いられたが、今回は硫酸酸性溶液で実験した。抽出時の酸濃度の影響は比較的小さく、実験では3Nを選択した。また、CH₃Cl中のEHD濃度は、ほう素量4μgに対して4%以上が必要であり、定量範囲と呈色に対するEHDの共存許容量を考慮して5%濃度を用いることにした。

(3) 各種試料を分析して本法の繰返し再現精度を求め、Table. 1に示した、試料1gを用いた場合0.25~3.3 ppmでσ̂ 0.06 ppm, C.V 2.2~1.66%の結果が得られ、蒸留分離法に比較して簡易な手法で極微量ほう素が定量可能となった。

Table. 1 Repeatability of this method. n=7 (ppm)

	KSS -05	KSS -107	NBS 365	KLS -016	JSS 651-7	JSS 159-3
鋼種	高純度鉄	炭素鋼	電解鉄	高純度鉄	ステンレス	微量元素鋼
St. V	(<0.5)	-	(1.2)	-	-	13
σ̂	0.25	0.73	1.25	1.84	3.31	12.7
C. V	2.18	10.4	4.90	3.61	1.66	2.45

KSS and KLS are Kawasaki Steel standard samples.