

(309)

フェロジン錯体を用いる高感度けい素定量法の検討  
(鋼中超微量けい素定量法の検討-1)

日本鋼管(株)中央研究所 ○磯部 健 吉川裕泰  
高野陽造 岩田英夫

1. 緒言

近年、製鋼技術の発展に伴い、鉄鋼中不純物の低減が可能になり、製品の高品質化が進んでいる。一方、鉄鋼中の超微量成分の分析は、現行のJ I Sでは対応できない低濃度域の分析が要求されている。そこで今回、鉄鋼の分析として、超微量域の鋼中けい素について、フェロジン鉄錯体を用いる間接定量を試みたので、その結果を報告する。

2. 実験

分析法の概要は、次の通りである。

試料を酸分解し、強硫酸酸性下でふっ化水素酸を加え、けい素をふっ化けい素として分離する。さらに分離したけい素をけいモリブデン酸として抽出し、有機層を乾固後、アルカリを加えけいモリブデン酸を分解する。試料溶液中のモリブデンを3価に還元し、一定量のFe(III)を加え、モリブデンを6価に再酸化する。その酸化還元反応で得られるFe(II)をフェロジン錯体を用いる比色法で求め、間接的にモリブデン量を求め、目的物質であるけい素を定量する。

3. 結果および考察

- (1) 試料中のけい素をふっ化けい素として生成させ、分離する条件は、細谷ら<sup>1)</sup>の方法を参考にした。ほぼ同様の条件で、ふっ化けい素として定量的に分離することができた。(表1)
- (2) けいモリブデン酸の抽出には、選択性の高い酢酸インブチルと逆に選択性の低いn-ブタノールの二種混合溶媒を用いることにより、抽出能力を向上させることができた。抽出の際には、硝酸濃度0.3Nが最適であることがわかった。
- (3) けいモリブデン酸を抽出後、モリブデンを定量するため、完全に3価に還元する必要がある。還元剤には水素化ほう素ナトリウム水溶液を用い、容易に還元可能であった。還元後過剰のNaBH<sub>4</sub>は煮沸して分解できた。
- (4) 本法の反応を式①~⑤に示した。①の反応によりけい素がフッ化物として分離される。②の反応で、けい素1原子に対して、12個のモリブデンが化合することがわかる。④式で、モリブデン1原子と鉄3原子の酸化還元反応が行なわれる。つまりけい素1原子に対して、鉄36原子が対応することになり、鉄を高感度に定量できるフェロジン錯体を用いればけい素を高感度に間接定量することが可能になった。
- (5) 本法により、鉄鋼標準試料2種を分析し、その結果を表2に示した。

Table-1 Separation condition as SiF<sub>4</sub>

amount of H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	20ml
amount of HF	0.92v/v%, 1ml
O <sub>2</sub> flow rate	1 l/min
O <sub>2</sub> flow time	20min
amount of H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	4w/v%, 20ml

Reaction formula

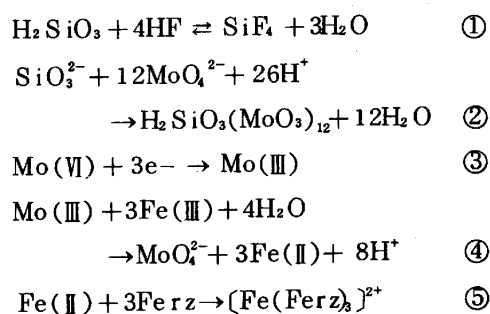


Table-2 Analytical results of Si contents in steels

	Proposed method (ppm)	S. V. (ppm)
JSS001-1	40.2	40
JSS002-1	2.5	5

4. 参考文献

1) 細谷ら, 分析化学, 33, 80(1984) 2) Fredrick et al, Anal. Chem., 53, 861(1981)