

(311) 水素化物捕集法による鉄基, ニッケル基合金中のひ素の定量

日本鋼管(株)京浜製鉄所 ○高橋隆昌 近藤隆明
瀬野英夫

1. 緒言

AsはFe基, Ni基合金において結晶の粒界に偏析しがちであり, 合金の機械的性質を悪化するのは一般的によく知られている。したがってこれら合金中のAsを精度よく定量できる技術が必要となっているが, 現段階においてはJIS法¹⁾で代表されるように妨害元素の影響が大きく, せいぜい限られたFe基の合金系にしか適用できず十分な方法は知られていない。そこで筆者らはAsの水素化物抽出反応における妨害元素の影響を種々の添加剤により除去することを試み, その結果Fe基はもとより, Ni基合金まで同一操作で定量できる方法を見出すことができたので報告する。

2. 実験

Fig. 1 はひ素抽出-捕集に用いた装置の概略で, 試料溶液 (0.5g/100ml) の20mlを三角フラスコに入れ, 添加剤を加えた後 NaBH₄溶液(2%)を自動注入器により定速 (約4 ml/min) にて15mlを導入した。生成したAsH₃ (arsine) は吸収液に吸収させた後, メスフラスコに移し, Y (1mg)を加え純水にて10ml定容とした。検量線溶液は吸収液に所定量のAsを加えることによって調製し, 定量はICPによって行ないAs/Yの強度比より検量線を作成した。

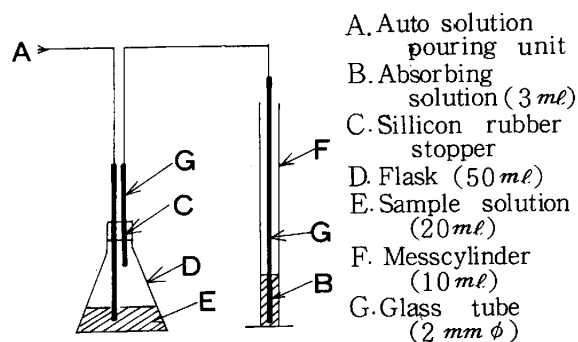


Fig. 1 Schematic diagram of apparatus

3. 結果と考察

- (1) 吸収液としては王水が適当で, 3 ml 以上使用すれば AsH₃ をほぼ100%回収できた。
- (2) ICPのAs測定精度 (繰り返し) は合金ベースに換算して50 ppmでCV1%, 5 ppmで13%であった。
- (3) 妨害元素は既に詳細な報告²⁾があるので確認程度にとどめたが, Ni, Cu, Coの妨害が顕著で, 添加剤を加えない場合 (分解酸のみ) ではAsの回収率は低く, 定量は困難である。
- (4) 酸濃度の影響はほとんど認められず試料溶液20ml中に塩酸3ml, 硝酸1mlまでは問題なかった。
- (5) 添加剤としてはクエン酸 (1.5g), チオ尿素 (0.5g), EDTA (2Na塩0.5g) の複合添加が好ましく, 特にチオ尿素はCu, EDTAはNi, クエン酸はNi, Co, Cuはじめ全般的に寄与しているように思われる。
- (6) 通常のFe基, Ni基合金で添加される主金属14成分について, Fe, Niをベースに2元系でAsの回収率を調べた結果すべて95%以上であった。
- (7) Tab.1は本方法の妥当性を示すひとつの結果で, 各試料の分解時にAsを加え, 加えたAs, 回収As (初期含有量を減じて求めた) を比較したものであり, 加えたAsはこれら合金の種類に依存なく抽出できることがわかる。なお含有量が既知のJSS標準試料については本法で定量した値と標準値とはよく一致した。

Tab. 1 Extraction of As from various alloy Solutions.

Sample	Added (ppm)	Found (ppm)
JSS 606-1*	100	102
" 151-1*	100	102
JSS 650-4*	100	100
" 654-7*	30	30
NBS101-c*	30	27
JSS 655-7*	60	59
" 652-7*	50	52
Inconel -825**	50	49
" -617**	50	50
" -625**	50	51
Hastelloy C-276**	50	51

* Alloy steel

** Nickel alloy

4. 文献

- 1) JIS G 1225-1981 鉄及び鋼中のひ素定量方法
- 2) C. J. Peacock et al, Analyst Vol. 106 p. 931 (1981)