

(406) フローインジェクション分析法による鉄鋼中けい素の迅速定量

(株)コベルコ科研 ○今北 毅 松原一夫 諸岡鍊平 谷口政行

1. 緒言

鉄鋼中のけい素定量分析の迅速化、省力化を目的として、モリブデン青吸光光度法に基づいたフローインジェクション分析法を検討した結果、試料分解以降の操作を自動化し、試料溶液1件あたり約3分で測定できる迅速分析法を確立できたので報告する。

2. 実験方法

フローインジェクション反応系は、日本分光工業製FIU-300型を、流路、反応コイルにはテフロン製チューブを用いた。吸光度の測定には、ユニオン技研製MCPD100型測光システムを、セルは内径1mmφの毛細管で作製した長吸収セル(セル長100mm¹⁾)を、光源にはタングステンランプ(150W)を用いた。

試料分解方法、検量線作成方法は、JIS法¹⁾に従った。

3. 実験結果

- (1) モリブデン青吸光光度法に基づいてフローインジェクション反応流路及び各試薬流量をそれぞれFig.1のように設定した。キャリア溶液は試料溶液と同じ塩酸溶液とした。塩酸溶液とモリブデン酸アンモニウム溶液の濃度は、混合の際に、沈殿が生成せず、けいモリブデン酸の生成に問題のないように、それぞれ1N, 4%とした。しゅう酸溶液、硫酸第一鉄溶液はそれぞれ10%, 15%で問題なかった。
- (2) けいモリブデン酸の生成は、反応コイルを加熱することで促進させた。加熱温度は、50°C以上であれば、ほぼ100%反応していることを確認したので、55°Cとした。
- (3) Fig. 2 に繰り返し測定した結果を示す。繰り返し精度は、けい素0.01%で0.0005% (C. V. 5%)であった。
- (4) JSS標準試料を分析した結果、標準値と良く一致した結果が得られた。試料を分解し定容とした後、1件あたり約3分で測定できた。

参考文献

- 1) JIS G1212-1981.

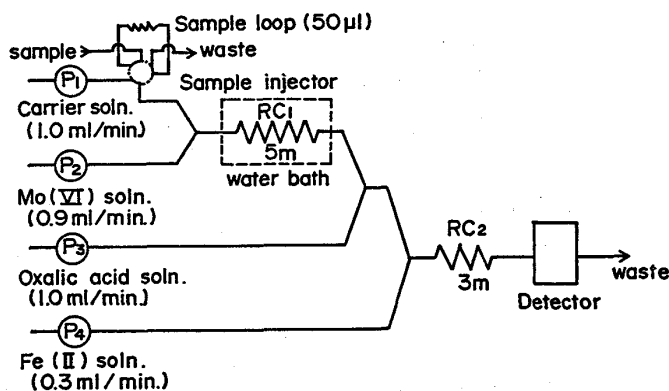


Fig.1 Flow system for the determination of Si in iron and steel.

P₁ ~ P₄ : plunger pump. RC₁, RC₂: reaction coil.

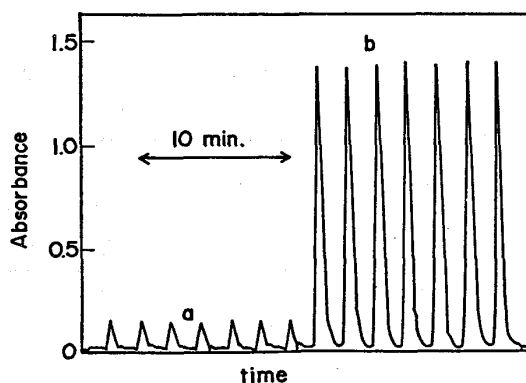


Fig.2 Flow-injection signals for Si in iron and steel.

Sample : a; 0.5 gFe + 0.05 mgSi/100 ml,
b; 0.5 gFe + 0.5 mgSi/100 ml.