

(297) 原子吸光法による鉄鋼中微量カルシウムの定量

日立金属 安来工場 ○市川景範

7. 緒言 鉄鋼中の微量カルシウムについては、最近、EPMAなどの進歩により、非金属介在物中にその存在が確認されている。しかし、それは極微視的部分についての含有率であり、ある比較的大部分での平均含有率については分析例は少く、製鋼上その含有率を知る意義は大きい。

カルシウムの原子吸光法において、ランタンの共存が他元素の干渉を抑制する効果を有する点、フッ化物としての分離にその捕集剤となりうる点に着目して、鋼中の微量カルシウム定量方法を検討したので、以下にその概要をのべる。

2. 装置 および試薬 原子吸光度計は日立製207型、試薬は関東化学製特級品を用いた。

3. 定量方法 試料5gを硫酸(1+4)50mlで加熱溶解し、口紙(5B)でポリエチレン製ビーカーに口過し、過硫酸(2+100)で洗浄する。残サは別に保存し、口液は水にて約100mlにうすめ、これにLa溶液(1ml=10mg/La)3mlを加え、湯で70~80℃に加温する。よくかきまぜながらフッ化水素酸20mlを加え、少時放置したのち、口紙(6種)を用いて口過し、フッ化水素酸(1+20)で洗浄する。沈殿は口紙とともに白金ルツボへ移し、灼熱灰化したのち、塩酸1mlと過塩素酸1mlを添加して熱板上で加熱し、軽く乾固させる。これにさらに塩酸1ml、過塩素酸1mlを加え、加熱して少時白煙を発生させ放冷する。これを水で正確に25mlとし、Caの原子吸光を測定する。さきに保存してある残サについては、これを白金ルツボで灼熱灰化後、フッ化水素酸および硫酸で処理して主液に合せるか、あるいは硫酸にかえ過塩素酸1mlで処理してSr30mgを添加し、水で正確に25mlとし、別にCaを定量する。

4. 原子吸光測定条件 波長: 4227 Å, スリット巾: 0.18 mm, ランプ電流: 5 mA
アセチレン圧: 0.5 kg/cm² 流量: 4.25 l/min, 空気圧: 1.9 kg/cm² 流量: 14 l/min

5. 検討実験 および結果

(1) 原子吸光測定条件については、アセチレン流量、空気流量、光束通過位置、La, Sr共存量、過塩素酸共存量を相互に組合せ、最適条件を検討した。その結果、アセチレン流量は4~4.5 l/min, 空気流量は13~15 l/min, 光束通過位置はバーナー口上30mmでその吸光度は最大かつ一定を示した。La共存量は0~100 mg/25mlでその影響は認められないが、Srはわずかながら吸光度を増大させた。過塩素酸はその共存が若干吸光度を下げるが、0.5~3 ml/25mlでは、その影響は微小で無視できる。

(2) カルシウム分離条件については、液量130ml中、硫酸およびフッ化水素酸濃度、ランタン添加量、沈殿生成時間について実験し、硫酸(1+4)は30~70mlで、フッ化水素酸は10~30mlでLaは20mg以上でCaの回収は95%以上とばった。沈殿生成後口過は直後~1時間でその差はない。

(3) 共存元素の影響については、Caの分離には、Al 100mg以上の存在がCa回収率を極端に低下させることが認められ、原子吸光測定には、La 30mgの共存で、Fe 5mg, Cr 1mg以上では吸光度を低下させ、Sr 30mgの共存では、Fe 10mg, Cr 10mgまでその干渉を抑制できる。

(4) 分析精度については、Ca 5 ppmで変動率5.6%, 10 ppmで3.5%であり、精度にあおぼす影響の最も大きなものは、空試験値がある。空試験値は、口紙に由来するものが最も大きく、一枚で5 ppm, ついでフッ化水素酸から2 ppm相当量がある。