

(291) 溶液法による鋼中ボロンの分光定量

日本鋼管(株) 技術研究所 ○工博 井樋田 睦
永井 守

1. 緒 言

鋼中のボロンは通常微量(0.003%以下)で、化学分析は困難かつ煩雑である。固体試料を直接用いる分光分析は、感度、再現性ともに悪くはないが、鋼の種類または履歴によっては正確度にやや難点があり、また態別的な分離定量はできない。そこで溶液法による分光分析を試みた。

2. 実 験

まず鋼中のボロンは酸に溶解するいわゆる Soluble Boron と、溶解しない Insoluble Boron に分けられる。ボロンの含有量が低いので、検出感度を上げるためにはボロンの最強スペクトル線 $B(I)2497.7 \text{ \AA}$ を用いることが望ましい。しかし Soluble Boron の場合には鉄塩が共存するため鉄のスペクトル線 $Fe(II)2497.8 \text{ \AA}$ が妨害し、そのままでは利用できないから、予め鉄塩を除去しなければならない。鉄塩を分離するためには塩酸塩を MIBK で除くのが一番簡便であるが、図 1 に示すようにこの方法は必ずしも適当でない。すなわち図 1 は直接発光法と MIBK で鉄分離を行なった溶液法(ただし、残さのボロンも合計して示す)のボロン定量値の関係を示したものであるが溶液法では低値を示すことがわかる。これは鉄分離に際し Soluble Boron の 1 部が MIBK 側に移行するためと考えられ MIBK による鉄分離は適当でない。結局試料を稀硫酸に溶解したのち水銀陰極電解する方法を採用した。電解分離によるボロンの損失は認められなかった。溶液法による分光分析においては一般に硫酸塩は感度が悪く、ボロンの場合もその例外ではないが、これは発光の雰囲気、励起条件の選択および増感剤(炭酸ナトリウム)の添加によって改善した。酸不溶解部分のボロンは濾紙とともに灰化し、炭酸ナトリウムで溶融し、温水で抽出したのち同様に分光分析するが、この場合は鉄塩の分離が必要でないので簡単である。内標準としては塩化コバルト溶液を添加し、波長は $Co(I)2521.3 \text{ \AA}$ を用いた。

3. 結 果

検討の結果、得られた分析方法は大略次のとおりである。

試料 2 g を硫酸(1+1)10 ml に加温溶解後、50 濾紙で濾過する。濾液は磁気水銀陰極電解して鉄塩を除いたのち分取し、炭酸ナトリウムとコバルト標準溶液の一定量を添加したのち分光分析する。残さは灰化して炭酸ナトリウムで溶融後温水で抽出し、コバルト標準溶液を加えて分光分析する。

分光分析の条件は表 1 のとおりである。

この方法によって鋼中ボロンを定量した結果、検出感度は約 5 ppm、精度は 20 ppm において変動係数で約 7 % であった。

表 1 分 析 条 件

分光器：島津製，3.4 m エバート型分光器（分散度 $2.5 \text{ \AA/mm}$ ）
発光装置：島津製，高性能発光装置
測光装置：島津製，投影式マイクロホトメーター
電 極：溶液用黒鉛回転電極台（対極，90 円錐黒鉛棒）
撮影条件：スリット巾； 35μ ，放電間隙；2 mm
予備放電時間；30 sec，露出時間；8 min
励起条件；整流高圧スパーク（H.V.S）
雰囲気；Ar（ 3 l/min ）
分析線対：Co(I) 2521.3 / B(I) 2497.7

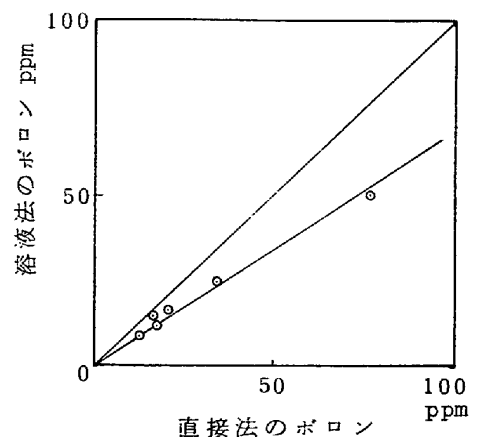


図 1 直接法と溶液法の定量値の比較