

(286)

発光分光・原子吸光および吸光光度法による

ステンレス鋼中の全アルミニウム定量の比較

八幡製鉄所東京研究所

神森大彦・〇河島磯志

田中 勇・吉川建二・鶴野建夫

1. 緒 言

ステンレス鋼中の全アルミニウム定量のため、発光分光分析酸化鉄粉末法・原子吸光分析法および吸光光度法を比較検討した。その結果、アルミノン吸光光度法では磁気水銀陰極電解およびチタンのクベロン分離による共存元素除去に注意が必要であった。

2. 分析方法

(1) 発光分光分析酸化鉄粉末法 試料 0.1 g を王水で溶解し、硝酸塩に変えたのち酸化鉄粉末試料とする。酸化鉄試料は重量比にして、3 倍量の黒鉛末を添加混合したものを分光分析用試料とし、発光分光分析用黒鉛補助電極につめ、直流アーク 10 A で励起発光し、分散度 24 Å/mm の分光器で分光し、予備放電なし、露光時間 45 秒で富士プロセス乾板に撮影する。分析線対は 0.001~0.01 Al % に対して、Al I 3082 Å/Fe 3090 Å を、0.01~0.1 Al % に対して、Al I 3082 Å/Fe 3078 Å を用い、乾板の γ 補正および鉄量補正をおこない、ステンレス鋼中の全アルミニウムを定量する。

(2) 原子吸光分析法 試料 1 g を王水で溶解し、No. 5 c の濾紙で濾過し、濾液から酸可溶性アルミニウムを、残渣をピロ硫酸カリウムで熔融後硫酸 (1+5) で溶解したものから酸不溶性アルミニウムを定量し、その含量をステンレス鋼中の全アルミニウムの分析値とする。試料はアセチレン-亜酸化窒素ガス中で燃焼し、光源ランプからの Al 3093 Å の吸光度を測定し、0.001~0.080 Al を定量する。

(3) アルミノン吸光光度法 JIS G 1224 の改良法として、試料 1 g を硫酸および過酸化水素で分解し、残渣をピロ硫酸カリウムで熔融後濾液で溶解する。試料溶液は新しく精製した水銀を入れた磁気水銀陰極電解槽に移し、鉄・クロム・ニッケル・銅およびモリブデンを除去するために 1~15 時間電解する。電解した溶液は硝酸で酸化後硫酸濃度 3~4 N になるまで濃縮し、5℃に冷却し、クベロンを加えてチタンおよびバナジウムなどをベンゼン-イソアミルアルコール (1+1) で抽出分離し、抽出残液は硝酸を加えてクベロンを分解し、p-ニトロフェノールアルコールを指示薬として、アンモニア水で中和し、緩衝溶液・チオグリコール酸およびアラビアゴムを加え、アルミノンで呈色し、538 mμ 付近の吸光度を測定し、ステンレス鋼中の全アルミニウムの定量をおこなう。

3. 結 論

ステンレス鋼中の全アルミニウムの定量において、上記 3 方法を用いて分析値の比較検討をおこなった結果、つぎのことが明らかになった。

(1) 分析値の比較において、発光分光分析・原子吸光分析およびアルミノン吸光光度分析ともにほぼ一致した値がえられた。

(2) 3 方法の迅速性・分析コスト・分析精度などの分析の経済性を考慮すると、つぎのことがいえる。

(i) 原子吸光分析は最も良好な方法で、工場の日常作業分析として取り入れる場合はその導入が容易である。

(ii) 発光分光分析は分析精度が最も良好で、試料採取量が少量ですみ、多数試料中の多種類元素を同時に処理できる点で良法である。

(iii) 改訂アルミノン吸光光度法では、迅速性、分析コストに関して最も劣る。分析精度は分析技術者が修熟すれば、さらに向上できると考えられる。