

(289) パラロースアニリン吸光光度法による 銻鉄中極微量の定量法

神戸製鋼所 中央研究所 原 寛 山田=朗

○杉本公雄 山口 勝 岩切治久

1. 緒言

鉄鋼中のいおう定量法として常用されている燃焼容量法(JIS G1215-1968)は、いおう含有量0.005%以上の試料にしか適用できない。

最近、学振第19季に提案された鋼の燃焼吸光光度法は0.001%以下の微量分析も可能の上に迅速であるので、銻鉄に対しこの方法の検討を行なった。

注意すべき点はあるが、全鋼種に適用しうる分析方法を確立したので、以下にその概要をのべる。

2. 方法の概略

試料を酸素気流中で高温に熱し、全いおうを酸化して亜硫酸ガスとし、これを四塩化水銀ナトリウム塩溶液に吸収させ、脱色パラロースアニリン溶液およびホルムアルデヒド溶液を加えて発色させる。560 mμ付近の吸光度を測り、いおうを定量する。

表 1 燃 焼 条 件

操 作	鋼 種	普 通 鋼	銻 鉄
予 熱		1分 (O ₂ 流量) 0 ml/min	4分 (O ₂ 流量) 0 ml/min
燃 焼		7分 " 600 ml/min	2分 " 100 ml/min
追 出		—	2分 " 1000 ml/min

3. 結果の概要

- 燃焼管は、毎回分析する前に、ブラシを用いてよく水洗をし、内面に付着したダストをよく除いておき、燃焼用ボートもあらかじめ酸素気流中で、空焼きをしておくこと。
- 試料はかりとり量は0.1g~0.15g以上が良好な結果が得られる。
- 高合金鋼に用いる助燃剤としては、五酸化バナジウムがよい。
- ボートカバーによる発生率の向上はとくに認められなかったが、試料の飛散による燃焼管の汚染防止にはかなりの効果があった。
- 普通鋼法のほうが、銻鉄法よりも亜硫酸ガスの発生率が高い。しかし高炭素の試料ではガスが発生しやすい。検量線は試料に類似の鋼種を用いて作成するのがよい。
- パラロースアニリンの脱色に使用する塩酸量は10 mlがよい。
- 温度による影響がきわめて大きいので、発色時の液温は氷浴中で25℃±1 degに保つこと。
- 空試験液は発色させて20~30分後に、試料溶液は20~50分の間に測光を行なう。
- 吸収液の発色下限は5μg/100 mlであり、試料採取量1gの時は0.0005% Sの分析が可能である。なお、呈色液の分子吸光係数は40,000であった。
- 同一日に連続32本の銻鉄試料を分析しても、定量値は一定であった。
- 精度は0.01%のいおうに対し、変動係数は4%(n=10)であり、所要時間は約30分である。