

(330) 化学分離・けい光X線分析法による鉄鋼中の微量WならびにAsの定量

川崎製鉄 水島製鉄所 工博 遠藤芳秀 松村泰治

○杉原孝志

1. 緒 言 : 化学分離・ガラスビード・けい光X線による分析方法是、化学とけい光X線とのそれぞれの特徴を利用することにより、化学的挙動が類似する元素相互間の分離定量を容易にし、鉄鋼分析の応用範囲を著しく拡大した。¹⁾²⁾しかしながら、ガラスビード法は融解剤を用いるため、定量元素の濃度希釈は免がれず極微量の場合は、けい光X線強度の感度不足となる。筆者らは鉄鋼中のW, Asの極微量の定量を目的とし、目的元素を化学分離したのち、直接けい光X線分析法で測定する方法について研究した。

2. 実 験 : 鉄鋼中のWの分離には、Nbをコレクターとするタンニン酸沈殿分離法を用い、沈殿したWはメンブランフィルター(0.45 μ Pore)でろ過し、できるだけ均一の厚みとなるように凝集させた。また鉄鋼中のAsは図に示す装置を用い、金属亜鉛を還元剤としてひ化水素を発生させ、発生したひ化水素を硝酸銀溶液に浸したのち乾燥したろ紙に、ひ化銀として捕集した。

2.1 けい光X線の測定条件 Wの定量には共沈するNbの影響がない $L\alpha_1 2.952\text{\AA}$ の測定波長を用いた。またAsの定量 Ag および水素化物としての発生が予測されるSb, Seの近接線の影響を受けない $K\alpha_1 1.175\text{\AA}$ の測定波長を用いた。

2.2 化学分離 タンニンによるWの分離条件は(1)Nbの添加量は試料1gのときは2mgでよい。(2)タンニンにより一部共沈されるMo, Vは $L\alpha_1 2.952\text{\AA}$ の測定波長では影響を受けない。(3)試料1gのときのWの回収率はほぼ100%である。

亜鉛還元・ひ化水素法の分離条件は(1)試料1gのとき金属亜鉛添加量は7gが最適であり、それ以上になると還元反応が激しくなり、バラツキの原因となる。(2)溶解酸は過塩素酸を用いた。ひ化水素発生時の過塩素酸濃度は液量200ml中20ml~120mlがよく、その範囲内では回収率に変化がない。(3)鉄量の増加に伴いAsの回収率は低下するが、鉄量が一定であれば回収率はほぼ一定で、鉄量1gのときの回収率は約80%である。

3. 定 量 結 果 : 鉄1gを含有させた調合溶液からのWおよびAsの再現精度を表1に示す。変動係数として10 μ g~50 μ gのときWは約7%, Asは約2%である。また実際試料でのWの定量結果を表2に、Asを表3に示す。本法の定量下限はW0.0003%でAsは0.0004%である。

表1 調合溶液での再現精度 (n=10)

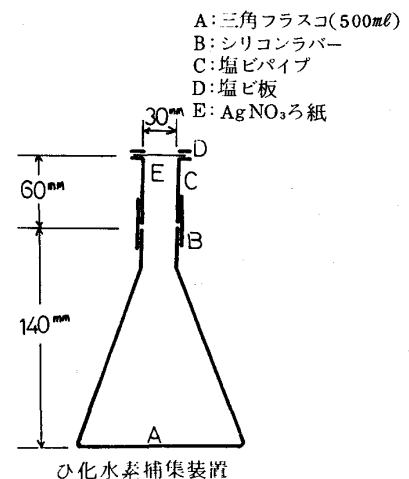
元素	添加量 (μ g)	$\bar{X}$ (μ g)	σ (μ g)	C.V. (%)
W	10	10.4	0.68	6.54
	50	49.5	3.41	6.89
As	10	11.4	0.27	2.36
	50	49.1	1.06	2.15

表2 Wの定量結果 (%)

試料	化学値	本 法
NBS 101e	0.056	0.059, 0.054 0.056, 0.055
JSS 6043	(0.028)	0.027, 0.026 0.027, 0.028
鉄粉	—	0.0004, <0.0003 <0.0003, <0.0003

表3 Asの定量結果 (%)

試料	化学値	本 法
JSS 1113	0.008	0.008, 0.008 0.007, 0.008
JSS 110-1	0.006	0.004, 0.004 0.005, 0.005
鉄粉	—	0.0004, <0.0004 0.0005, <0.0004



文献 1) 松村, 諸岡, 小谷, 五藤: 鉄と鋼, 59(1973), P1159

2) 遠藤, 松村, 杉原: 鉄と鋼, 62(1976), S734