

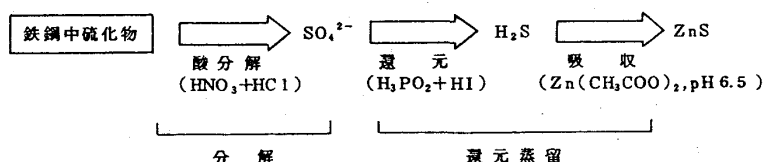
新日本製鐵(株) 基礎研究所 ○稲本 勇, 大槻 孝

## 1. 緒言

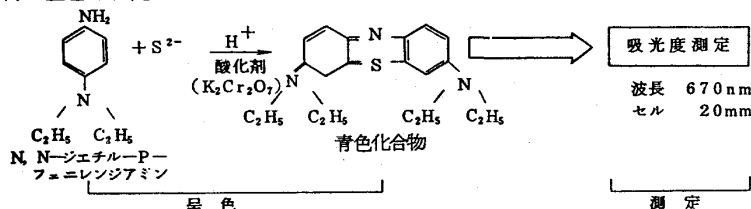
DEPD (N,N-ジエチル-P-フェニレンジアミン) は、酸化剤の共存において、酸性溶液中で  $S^{2-}$  と反応し、エチレン青と考えられる青色化合物を生成する。この化合物のモル吸光係数が、メチレン青より約2倍大きいことに注目し、DEPD試薬を用いた吸光光度法による鉄鋼中の極微量硫黄定量法を確立した。

## 2. 確立した方法

## (1) 分析試料の分解と硫黄の抽出



## (2) 呈色と測定



## 3. 検討実験

## 3.1 呈色条件

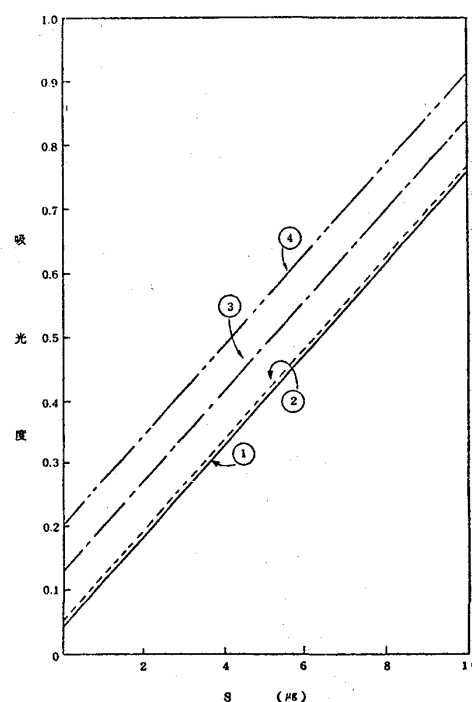
青色化合物の極大吸収波長は 670nm であった。試薬の空試験においては 540nm 付近に吸収極大をもつエチル赤と考えられる吸収がわずかにあった。DEPD 溶液の硫酸濃度は 5.4 N が最も感度が良く、その添加量は 0.5% 溶液 2 ml で十分であった。また酸化剤は重クロム酸カリウム溶液 (0.2%) を 1 ml 添加した。

## 3.2 還元蒸留条件

還元蒸留は、還元剤を (HI 4 + H<sub>3</sub>PO<sub>2</sub> 1) で検討した結果、加熱温度は 120℃ 前後で、キャリアガスは Ar 50 ~ 70 ml/min. が良好であった。鉄は 1 g の共存まで影響しなかった (図 1)。

## 4. 結果

確立した方法に従って実際試料を分析した結果を表 1 に示す。この結果からの繰返し精度 ( $\hat{\sigma}_w$ ) は 50 ~ 80 ppm S で 1.3 ppm, 3 ~ 40 ppm で 0.4 ppm であった。



① 基準検量線 ② 分解酸空試験値を含む

③ 鉄 0.5 g 共存 ④ 鉄 1 g 共存

図 1 検量線

表 1 実際試料の分析結果

| 試料名          | 標準値%   | 定量値 %                                | %       | R %     |
|--------------|--------|--------------------------------------|---------|---------|
| JSS<br>500-4 | 0.0076 | 0.0076, 0.0075<br>0.0076, 0.0077     | 0.00760 | 0.0002  |
| JSS<br>240-7 | 0.0058 | 0.0059, 0.0057<br>0.0057, 0.0057     | 0.00575 | 0.0002  |
| JSS<br>650-4 | 0.0036 | 0.00345, 0.00350<br>0.00355, 0.00350 | 0.00350 | 0.00010 |
| JK<br>NR-24  | 0.0010 | 0.00114, 0.00114<br>0.00116, 0.00112 | 0.00114 | 0.00004 |
| S-46         | 0.0003 | 0.00026, 0.00027<br>0.00028, 0.00025 | 0.00026 | 0.00003 |