

(777) 活性アルミナ吸着-フローインジェクション法
による清浄鋼中の微量りん定量方法の検討

日本鋼管(株) 技術研究所 ○剣持孝子

吉川裕泰 高野陽造

1. はじめに

最近、超清浄鋼等の開発により、鋼中に含まれるP量が極めて低くなってきている。試料によっては1ppm以下という例もある。現在のところ、それら微量Pの定量には、溶媒抽出・還元逆抽出モリブデン青吸光光度法が用いられているが、感度が不足し、定量下限付近の信頼性に欠けている。そこで活性アルミナを充填したカラムを用いて試料中のPを濃縮することにより、数ppm以下の極微量Pの定量法の確立を計った。

また濃縮により試料液量が少なくなるため、少量試料で精度の高い分析が可能であるFlow injection法を適用することとした。

2. 定量方法の概要

酸溶解ののち除鉄した試料を過塩素酸で酸化し、活性アルミナを充填したカラムに通して、試料中のPをアルミナに吸着させ、それを少量の水酸化ナトリウム溶液で溶出する。カラムは内径0.5mm×長さ7cmのガラス管に、メルク社製の活性アルミナと脱脂綿を交互に詰めることにより自作した。

溶出液は塩酸で中和したあと、iso-butyl-acetate抽出・SnCl₂還元・逆抽出モリブデン青吸光光度法により呈色させ、波長700nmに於ける吸光度を測定する。

3. 検討内容と結果

- (1) 活性アルミナによる濃縮条件・呈色条件・測定条件について各種検討を行ない、Table 1に示すような条件を採用することとした。
- (2) ブランクは、試薬を精製することと、吸光度を測定する際のキャリアとして、測定液と同一濃度のSnCl₂・HCl溶液にiso-butyl-acetateを飽和させた液を使用することによって、低減させることが出来た。
- (3) Ni・Cr・V・Ti・Nb・As・W・Mo・Mn・Si・Alのそれぞれの元素が共存した場合の影響を調べ、影響の認められた元素については対策を検討した。Asの例をFig-1に示した。
- (4) Fig-2に合成標準試料(純鉄にPを添加)および実際試料の本法による吸光度測定チャートを示す。試料使用量は1gである。
- (5) Table-2に清浄鋼中のPの本法による分析例を示す。

以上より本法は高感度・高精度であり、1ppm以下のPでも定量が可能である。

Table-1 Analytical conditions

factor	conditions
Flow rate of adsorption	2.5ml/min
Eluent	15N NaOH
Eluent volume	3 ml
Reductive solution volume	2 ml
Flow rate for measurement	6.7ml/min

Table-2 Analytical results

Sample	P (ppm)	
a	2.4	2.2
b	1.1	0.8

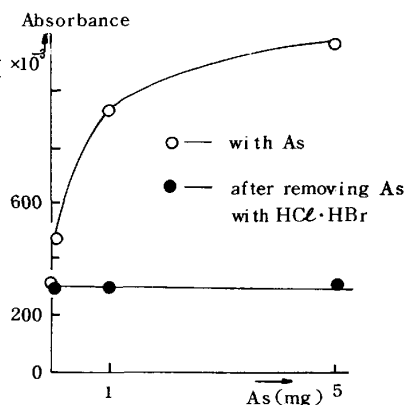


Fig-1 Influence of As

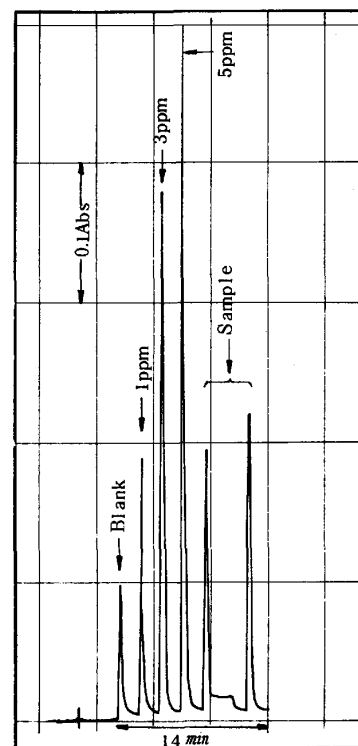


Fig-2 Peak record (Determination of P in clean steel)