

(403) ゲル相吸光光度法による鉄鋼中の微量りん定量

鋼コベルコ科研

○今北 毅 松原一夫

1. 緒言

近年、超清浄鋼等の開発により鋼中に含まれる不純物は極めて微量となってきた。これに伴い、これら材料中の極微量不純物の定量がますます重要となってきた。演者らは、鋼中の微量けい素定量法としてゲル相吸光光度法を検討し、その結果を報告した¹⁾。この方法では、けい素のモリブデン青錯体をゲルに吸着濃縮することにより、1 ppm 以下のけい素も定量可能としたが、けい素と同じくモリブデン青を呈色させるりんの定量法に適用したところ、良好な結果が得られたので以下に報告する。

2. 定量方法

試料の分解及び呈色方法は、JIS法(JIS G1214)に準じた。試料1 gをはかりとり、王水で分解し、過塩素酸を加えてその蒸気が十分発生するまで加熱した後、塩類を水で溶解し、ろ過して100mlに希釈した。りん含有量に応じて10~50 ml (Fe 0.1 ~ 0.5g) を分取し、沸騰水浴中で加熱しながら亜硫酸水素ナトリウム、呈色試薬を順次添加してモリブデン青を呈色させた。この呈色溶液にデキストランゲル(Sephadex G-25(Medium), Pharmacia Fine Chemicals 製) 0.2gを加えて攪拌し、りんのモリブデン青錯体を吸着濃縮した。スラリー状のゲルを石英セル(2 mm)に流し込み、水で膨潤させたゲルを対照として波長810, 420nmの吸光度を測定し、その差を求めた。

3. 実験結果

(1) 高純度鉄(三津和化学, 99.99%)にりんを添加して試料と同様に処理し検量線を作成した。通常の溶液法による検量線(セル長50mm)と共にFig. 1に示す。りん1 ppmあたりの吸光度は、溶液法で0.042(Fe 0.1g分取)、ゲル法では、0.132(Fe 0.1g分取)、0.620(Fe 0.5g分取)であった。

(2) 標準試料の分析結果(Fe 0.5g分取)をTable 1に、その吸収スペクトルをFig. 2に示す。

(3) 空試験値の変動(標準偏差)は、吸光度で0.005で、この3倍を検出限界とすると、約0.2ppmであった。

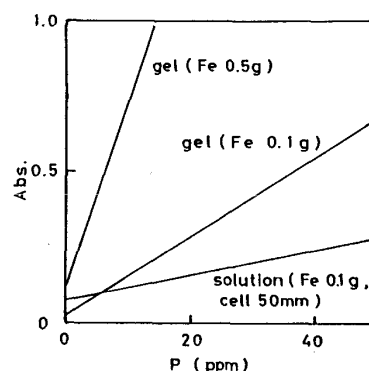


Fig. 1 Calibration curves of P.

Table 1 Determination of P in pure iron (%)

Sample	Certified value	Present method
JSS 001-2	0.0012	0.00123, 0.00120
JSS 002-1	0.0004	0.00040, 0.00041
NBS 365	0.003	0.00112, 0.00114

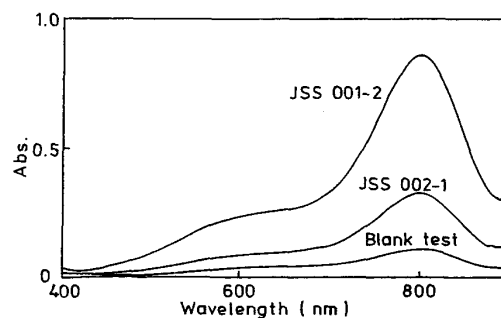


Fig. 2 Gel absorption Spectra of molybdenum blue.

参考文献

- 1) 松原ら：鉄と鋼，73 (1987)，S402.