

## (402) ゲル相吸光光度法による金属材料中の微量けい素の定量

磯コベルコ科研 ○松原一夫 今北 毅 諸岡鍊平

## 1. 緒 言

近年、各種金属材料の高級化、清浄化が急速に進められている。これに伴い、これら材料中の微量不純物の定量はますます重要となってきた。鉄鋼中の微量けい素の定量法としてふっ化物分離-モリブデン青吸光光度法が提案されているが、操作が煩雑であり、またアルミニウムなど安定なふっ化物を生成する金属への適用は困難であった。そこで、本研究では、けい素のモリブデン青錯体をゲルに吸着濃縮し、ゲル相の吸光度を直接測定して定量するゲル相吸光光度法<sup>1)</sup>の高純度鉄、アルミニウム、モリブデンなどへの適用を試みた。この方法は純水を対象として開発されたものであるが、これら高純度金属中の微量けい素の定量方法としても十分に実用性があることを確認したので報告する。

## 2. 定量方法

試料の分解及び呈色方法は、対象材料に応じて JISその他ですでに確立されている方法に準じた。たとえば純鉄の場合、試料をけい素含有率に応じて 0.1~0.5g はかりとり、塩酸と過酸化水素で分解し、モリブデン酸アンモニウム、しゅう酸、硫酸鉄(Ⅱ)アンモニウムを順次加えてモリブデン青を呈色させた。この呈色溶液にゲル (Pharmacia Fine Chemicals社製 Sephadex G-25 (Medium)) 0.2g を加えて攪拌し、けい素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スポイトを用いて石英セル (2mm) に流し込み、波長 805nm と 500nm の吸光度を測定し、その差を求めた。

## 3. 実験結果

## (1) 吸光度の測定

ゲル相による光吸収 (吸光度約 2) のために光量が著しく減少するので、水で膨潤させたゲルを対照として吸光度を測定した。このゲル相による光吸収は、ゲルの充填状態により変動するので、モリブデン青が吸収を示さない波長での吸光度で補正した。モリブデン青による吸収は、805nm の吸光度から、400 ~ 500nm の吸光度を差し引いて求めた。吸収スペクトルの一例を Fig. 1 に示した。

## (2) 精度及び検出限界

純鉄標準試料 JSS 001-1 (40ppm) を繰り返し (n=7) 分析したところ、平均値は 39.2ppm、標準偏差は 1.1ppm であった。また、空試験値の変動から求めた検出限界は 0.2 $\mu$ g であった。

## (3) 標準試料の分析

高純度鉄及びアルミニウムの標準試料を分析し、標準値とよく一致した結果を得た。分析結果の一例を Table 1 に示した。

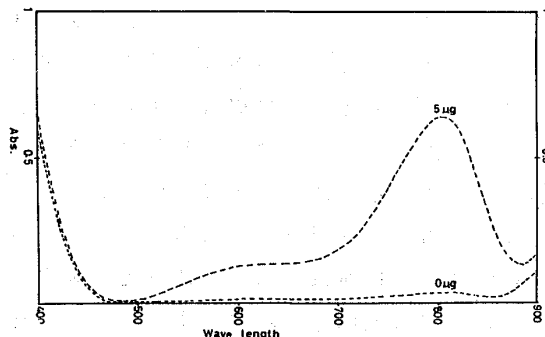


Fig.1 Gel phase absorption spectra of molybdenum blue.

Table 1 Determination of Si in pure metals (ppm)

| Sample         |             | Certified Value | Present Method |
|----------------|-------------|-----------------|----------------|
| Pure Iron      | JSS 001-1   | 40              | 38.5, 40.5     |
|                | JSS 002-1   | 5               | 5.0, 5.2       |
| Pure Aluminium | R-11 (*1)   | 3               | 2.6, 3.0       |
|                | R-14        | 6               | 6.2, 7.0       |
|                | 114/02 (*2) | 33              | 33.5, 34.0     |

(\*1) Japan Light Metal Association

(\*2) Alusuisse

1) K.Yoshimura, et. al. : Anal. chem., 56(1984) P.2342