

原子吸光々度法による鑄鉄中のケイ素の迅速分析法

機械金属室 比嘉敏勝

1. はじめに

従来、鉄鋼のケイ素含量が約0.03~0.5%の時原子吸光々度法を適用するが、この際、混酸分解により直接測定している。¹⁾²⁾ところが鑄鉄のようにSi-含量が2%前後と高濃度になると酸分解時にSiO₂がゲル化して沈澱するので、いままでの分析法では困難となる。そこで筆者はこれらを改良してSiO₂沈澱をろ別し、ろ紙上のSiO₂を沸騰している水酸カリウム溶液で溶離し、溶離液にAlCl₃溶液を添加して、高濃での測定を可能にした。また、この方法は多量の試料を速かに系統分析ができ、現場に即した分析であり、良い結果を得たので報告する。なお、重量法および蛍光X線分析と分析値を比較した。

2. 実験

2・1 試料溶液の調製

鑄鉄の錐屑約0.5gを100mlのビーカーに取り、7N硝酸、60%過塩素酸各10mlを加え、砂浴上で過塩素酸の白煙が出るまで蒸発乾固後、約50mlの1N希塩酸を加えて可溶性塩を溶解し、ポリロートでろ過する。ろ液はその他の元素分析に供する。ろ紙上のSiO₂は乾燥させないように洗浄びんの噴射水で、はぐしながら洗浄し、次にロートごと100ml比色管口に乘せ、沸騰しているKOH溶液(1N KOH10ml+水約40ml)を注ぎ、SiO₂を溶解させ、蒸留水で口紙をよく洗浄し、口液にAlCl₃水溶液(2500ppm(Al))1mlを加え、ただちに、振り混ぜて沈澱を溶かし、冷却後、標線まで蒸留水を加えて測定する。

2・2 検量線の作成

標準試料は日本鉄鋼協会の標準試料鑄物用鉄1種1号B111-6(Si 1.98%)を使用、この0.3g、0.4g、0.5g、0.6gを精秤後、実験2.1により標準液を調製し、図1のような検量線を作成した。この際SiO₂のゲル化のため、1日以上標準液の保存は無理である。

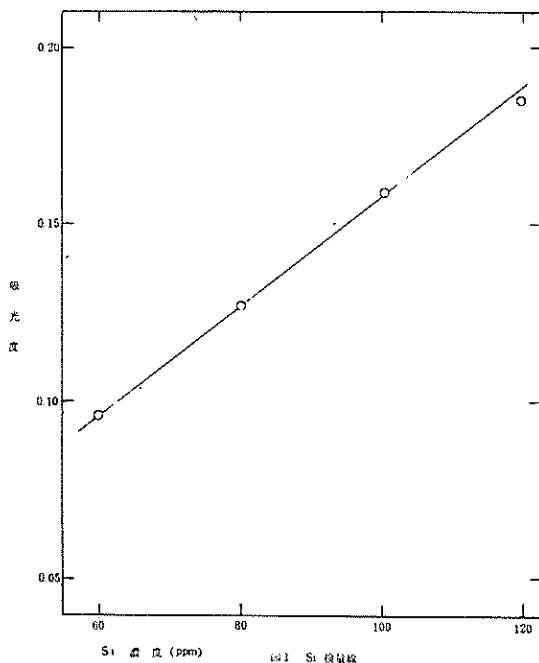
2・3 測定

装置：島津、原子吸光々度分析装置AA-

610S

バーナー角度：0°

フレーム：亜酸化窒素7.0 l/min、アセチレン6.8 l/min



ケイ素は感度が低いので、バーナーの位置、角度、高さ、及びガス量の調整には細心の注意を要する。

3. 結果

表1は重量法、蛍光X線、および原子吸光々度法による分析結果を示す。

表1. 各分析法による鑄鉄中のSiの分析結果

試料No	分析方法	重量法 (%)	蛍光X線分析 (%)	原子吸光々度法 (%)
1		1.84	1.91	1.88
2		1.74	1.68	1.79
3		2.16	2.23	2.25
4		2.34	2.25	2.32
5		1.86	1.76	1.83
6		1.53	1.48	1.48
7		2.30	2.25	2.28

これより各方法とも分析値がよく一致することがわかる。すなわち、従来困難であった、鑄鉄中の高濃度シリカの原子吸光々度法による迅速分析が可能であることがわかった。

参考文献

- 1) W. J. Price and J. T. H. Roos、Analyst、1968、93、709
- 2) JIS、鉄及び鋼の原子吸光分析法、G 1257-1975

編 集 沖縄県工業技術センター

発 行 沖縄県工業技術センター

〒904-2234 沖縄県うるま市字州崎 12 番 2

T E L (098)929-0111

F A X (098)929-0115

U R L <https://www.pref.okinawa.lg.jp/site/shoko/kogyo/>

著作物の一部および全部を転載・翻訳される場合は、当センターにご連絡ください。