

## VIII 鉄共存下におけるクロム定量法の検討 (第1報・6 N塩酸除鉄法について)

平山 南見子, 小清水 正

### 1 はじめに

クロム定量においては、比色法でも原子吸光法でも鉄による妨害が問題とされており、除鉄法が種々<sup>1)</sup>検討されている。すでに鉄の除去方法として、6 N塩酸溶液にして鉄をM I B Kで抽出する方法があるが、クロムがM I B K層に移行して回収率が悪かったりばらつきが多い。当研究所でこの6 N塩酸除鉄法について検討した所、塩酸で6 Nにした後の加温処理を充分に行うことにより、回収率をよくすることができたので以下報告する。

### 2 実 験

#### 2-1 装 置

日立原子吸光度計508型を用いた。光源には日立社製中空陰極ランプHLA-4型を、バーナーは長さ10 cmのスリットバーナーを用い、空気-アセチレンフレイムにより吸光度の測定を行なった。

#### 2-2 試 薬

クロム標準液として和光純薬製の原子吸光分析用を用いた。塩酸は和光純薬精密分析用(36%)を、その他の試薬は特級品を用いた。

#### 2-3 定量操作

1) 神奈川県統一分析法に準じた。

10 mlの試験管にクロムと鉄( $\text{FeCl}_3$ )を含む5 mlの水溶液をとり、濃塩酸を5 ml加え、溶液を6 N-HCl溶液とした後定量操作を開始する。加温処理は沸騰水中で所定時間行い、流水中で冷却し、10 mlのM I B Kの入っている分液ロートにうつす。振とう抽出後、さらに6 N塩酸4 mlで抽出し、塩酸層をあわせて水浴上で蒸発乾固する。6 N塩酸2.5 mlを加えて水浴上で加温溶解し、水を加えて10 mlとする。得られた溶液を原子吸光法で測定した。

#### 2-4 測定条件

原子吸光の測定条件を表1に示した。

表-1 原子吸光の測定条件

測定波長	3 5 7 9 $\overset{\circ}{\text{A}}$
中空陰極ランプ作動電流	1 0 mA
スリット巾	E N
	E X
空気流量	1 4 $\ell/\text{min}$
アセチレン流量	4.2 $\ell/\text{min}$
バーナー高さ	2 7 mm

### 3 実験結果と考察

#### 3-1 鉄による妨害

クロム定量法における鉄の影響をみるため、鉄 ( $\text{FeCl}_3$ ) を 0 ~ 50000 ppm になるよう添加し、その時のクロムの吸光度の変化を図1に示した。これにみられるように鉄の妨害が著しいことがわかる。

#### 3-2 塩酸濃度の影響

クロムを原子吸光で測定する際の塩酸の影響を図2に示した。塩酸濃度が大きいほど吸光度が小さくなる。

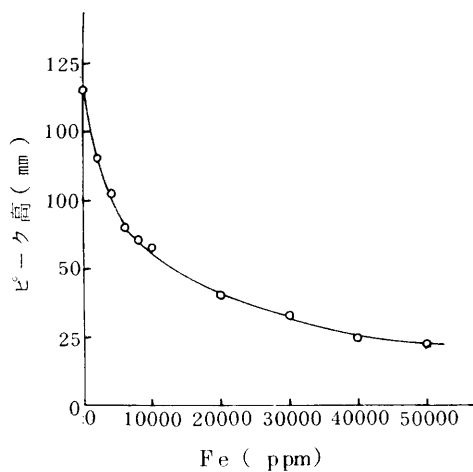


図-1 鉄による妨害  
クロム濃度 50 ppm (1.5 N HCl 溶液中)

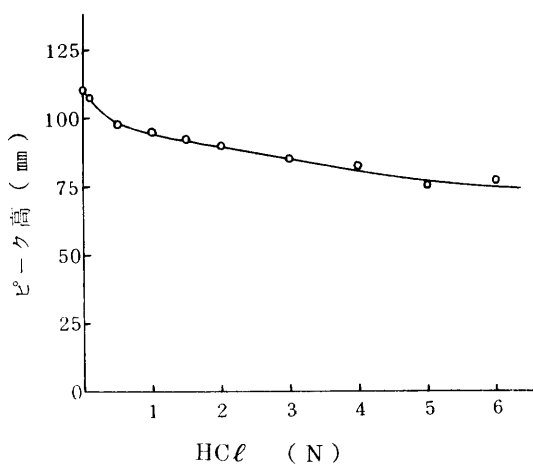


図-2 塩酸濃度の影響  
クロム濃度 10 ppm

### 3-3 6N塩酸溶液の加温時間

クロムと鉄を含んだ溶液を塩酸で6Nにした後、沸騰水中に入れて加温する時間を変化させた所、表2に示すような結果が得られた。この表からわかるようにMIBKで抽出することにより鉄の妨害はほとんど除去できるが、塩酸で6Nにしたあと加温時間を充分にとらないとクロムの回収率が悪くなる。特に鉄を含まない時にクロムのMIBK層への移行が著しい。

表-2 6N塩酸溶液の加温時間と回収率

沸騰水中の 加温時間	クロム濃度 (ppm)	鉄濃度 (ppm)	原子吸光ビー ク高 (mm)	回収率 (%)
0分 (MIBK抽出を行なわな かったもの)	10	0	93	100
	10	2000	45	48
	10	10000	33	35
	0	0	0	-
	0	2000	0	-
	0	10000	0	-
0分	10	0	60	65
	10	2000	85	91
	10	10000	80	86
	0	0	0	-
	0	2000	0	-
	0	10000	0	-
5分	10	0	74	80
	10	2000	93	100
	10	10000	95	102
10分	10	0	87	94
	10	2000	93	100
	10	10000	93	100
20分	10	0	95	102
	10	2000	95	102
	10	10000	93	100

回収率は鉄を含まないクロム溶液のMIBK抽出を行なわなかったものを100として計算した。

### 3-4 6 N塩酸溶液の常温放置

前項で6 N塩酸溶液にした後の加温時間の変化とクロムの回収率の関係をみたが、常温で放置した場合の結果を表3に示した。

これからわかるようにクロムをMIBK層に移行させないためには6 N塩酸溶液にした後、常温でも充分時間をとればよいことがわかる。

表-3 6 N塩酸溶液の常温での放置時間と回収率

常温での 放置時間	クロム濃度 (ppm)	鉄濃度 (ppm)	原子吸光ビー ク高 (mm)	回収率 (%)
0時間	10	0	60	65
	10	2000	85	91
	10	10000	80	86
2時間	10	0	70	75
	10	2000	90	97
	10	10000	90	97
1日	10	0	83	89
	10	2000	93	100
	10	10000	90	97
3日	10	0	93	100
	10	2000	95	102
	10	10000	93	100

回収率は表-2と同じように算出した。

## 4 むすび

クロムの原子吸光法は感度のよい多燃料フレーム系で鉄により著しい妨害をうける。6 N塩酸溶液にして加温した後 MIBKで抽出すると鉄が除去されるが、加温時間を充分長くとらないとクロムがMIBK層に移行する。共存する鉄の濃度が小さいとかえってその移行傾向が著しい。しかし常温でも充分長い時間放置すればクロムの回収率がよくなる。これらのことから実用に際しては6 N塩酸溶液にしたあと常温でなるべく長く放置時間をとり、その後加温操作を行えば回収率がよくなる。また塩酸酸性で原子吸光にかける場合には塩酸の濃度を一定にしないと誤差を生じる。

実際の試料についてのこの除鉄法による検討は今後行い予定である。

#### 文 献

- 1) 神奈川県公害対策事務局：公害関係の分析法と解説(改訂3版)P. 110(1974)