

543, 422.5 : 546, 621 : 669, 1

S 144

(144) 原子吸光光度法による鉄鋼中アルミニウム 定量方法

70420

大同製鉄(株) 中央研究所 佐藤昭喜・伊藤照夫

1. まえがき

鋼中アルミニウム、定量法の迅速化および日常管理分析の合理化をはかるため、鋼中酸可溶性アルミニウム、および酸不溶性アルミニウムの定量法について検討し分析能率の向上をはかることができたのをごとの概要について報告する。

2. 検討方法

装置は日本ジャーレバ・シユ社製 AA-1E 型を使用し、アルミニウム標準溶液を用いて主として原子吸光光度法の測定値におよぼす諸条件について検討を行なった。

3. 検討結果

- 1) 測定波長は3092Åの方が3962Åより若干感度が高く、この傾向はランプ電流値および燃焼ガス流量を変化させても、また、アトマイザーを交換しても同じ傾向を示した。
- 2) ランプ電流は10~20 mAの範囲内では電流値に関係なくほぼ一定の感度を示した。
- 3) バーナーホルダー目盛りを5~35の範囲内で変化させた場合、バーナー高さにより感度が大きく異なり30の目盛り位置で最高感度を示した。
- 4) 燃焼ガス流量が、C₂H₂流量3.8~5.0 l/min, N₂O 流量5.0~5.8 l/minの範囲内のとき最高感度が得られた。
- 5) 測定溶液中に共存するHNO₃, H₃PO₄, HClO₄は2Nまで感度への影響は僅少で、HCl, H₂SO₄は濃度が濃くなるにしたがって感度が若干減少する傾向がある。
- 6) 測定溶液中に共存する金属イオンのうち、Feは10 mg/ml以上共存すると感度が減少、Tiが共存すると感度が上昇し、Si, Cu, Coは0.5 mg/mlまでと、Cr, Mnは5 mg/mlまでの共存は感度に影響しない。
- 7) 測定溶液中にカルシウムイオン、ナトリウムイオンが共存すると感度が約10%程度高くなる。
- 8) 上記検討結果をもとに原子吸光光度法の測定条件を表1のごとく定め、検量線はアルミニウム標準溶液にFeイオンを共存した溶液と、カルシウムイオンを共存した溶液の両者で作成しそれぞれ酸可溶性アルミニウム、酸不溶性アルミニウム定量用検量線とした。また、試料の前処理は、試料2gをHCl(1+2)とH₂O₂で加熱分解し、ろ別後、ろ液を水で100 mlにうすめ酸可溶性アルミニウム定量用試料溶液とし、残さは灰化後ピロ硫酸カルシウムで融解し水で100 mlにうすめ酸不溶性アルミニウム定量用試料溶液とした。
- 9) 本法を炭素鋼、低合金鋼および高合金鋼試料に適用した結果、再現性は良好で従来のJISアルミニウム比色法ともよく一致した結果が得られ、分析能率を約2倍に向上させることができた。

表 1 測定条件

測定波長	3092Å
ランプ電流	14 mA
バーナーホルダー目盛り	30
C ₂ H ₂ 流量	3.8~5.0 l/min
N ₂ O 流量	5.0~5.8 l/min
スケール拡大	×10