

川崎製鉄(株) 水島製鉄所 遠藤若秀 ○中塚悠紀

1. 緒言

鉄鋼分析への原子吸光分析法の応用は、近年ますます拡大されている。拡大の一つの方向として、微量あるいは極微量分析への応用がある。このような場合、感度が満たされるという理由で、「試料を溶解し、一定量にうすめ、各定量元素の分析線で測定する」いわゆる直接法で定量すると、測定の際にFeで代表されるマトリックスのバックグラウンドの吸光ののために、誤差を生じやすい。

Feのバックグラウンドを避ける方法としては、MIBK抽出によるFeの除去が多く採用されている。また、試料中のFeは除去せず、検量線用合成溶液に使用する電解鉄(純鉄)をMIBK抽出により精製して用いる方法も採られている。

筆者らは、分離あるいは精製操作なしで、微量域の定量を行なうことを目的とし、同一または異種のランプを用いてマトリックスのバックグラウンドを補正する方法を検討した。

2. 実験方法および結果

複数のHollow cathode lampを用いてFe, Cr, K, Naおよび酸のバックグラウンドを測定した。測定方法は、原子吸光光度計により、使用するランプが有する発光線をまず探し、測定条件をできるだけ一致させて、各発光線における前記の元素、酸を含む溶液の吸光を測定した。そして、測定値のうちから、あさらに測定溶液の作成に使用した金属あるいは試薬中の不純物によると考えられる吸光値を除き、残った吸光値によって図1および図2の吸光プロファイルを得た。

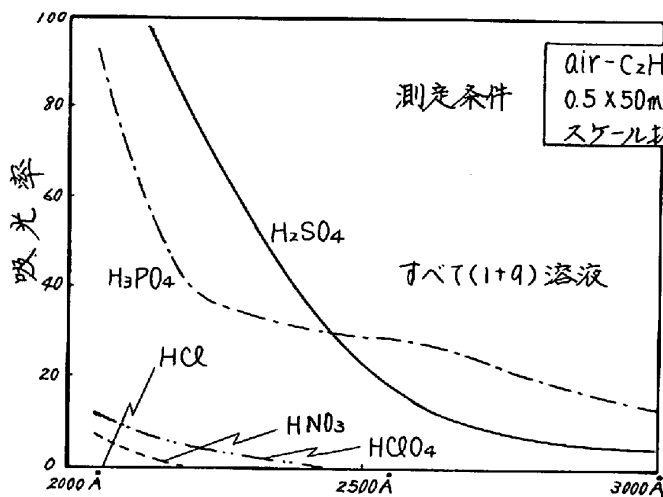


図1 酸のバックグラウンド

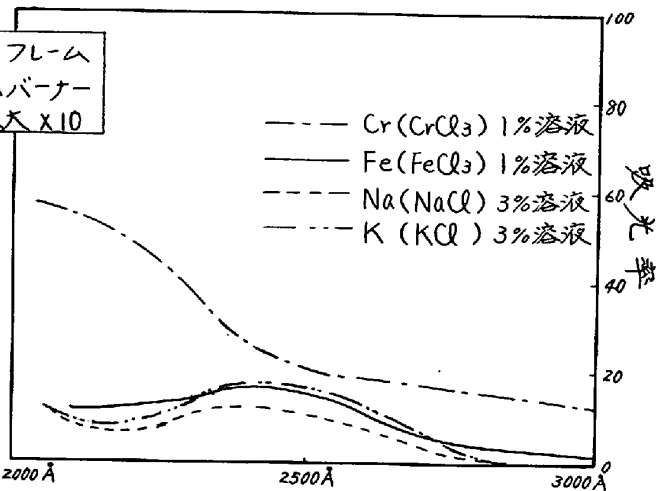


図2 Fe, Cr, Na, K のバックグラウンド

これらのバックグラウンドの補正線として、分析に使用するランプあるいは他の任意のランプが有する発光線のうちから、補正線の条件をできるだけ満たす線を選んだ。

表Iにその一例を示す。これらの補正線を用いて、電解鉄中の微量成分元素の定量を行なった。また、連続スペクトルを有する光源(H₂ランプ)による補正も検討した。

表I 分析線と補正線

| 分析元素 | 分析線(Å) | 補正線(Å) |
|------|--------|--------------|
| Bi | 2230.6 | Pb II 2203.5 |
| Cd | 2288.0 | Sb I 2311.5 |
| Ni | 2320.0 | Sb I 2311.5 |
| Pb | 2833.1 | Pb I 2802.0 |