

グラファイトファーネスアトマイザーを用いた原子吸光分析法による  
鉄鋼中微量アルミニウムの定量

川崎製鉄技術研究所 ○森山和子, 合田明弘, 針間矢宣一

1 結 言 鉄鋼中アルミニウムの定量には、亜酸化窒素-アセチレン炎による原子吸光法が JIS 法として規定されているが、これによる定量下限は約 0.005% でそれ以下の微量アルミニウムをフレーム法で正確に定量することは非常に困難である。そこで高感度の得られるグラファイトファーネスアトマイザーを用いるフレームレス原子吸光法の適用を試みた結果溶解酸として硫酸を用いることにより、濃縮等の前処理を行なうことなく、直接、鋼中アルミニウムを数 ppm のオーダーまで定量しうることを確認したので報告する。

2 実験方法 装置はパーキンエルマー社製 503 型原子吸光光度計と HGA-2100 型グラファイトファーネスアトマイザーを組合わせたものを用いた。発熱体は内径 6 mm、長さ 28 mm の黒鉛製チューブで、内外部にアルゴンガスを流した。マイクロピペットを用いて試料 20 μl を採取し、309.2 nm の分析線で測定を行なった。なお多量の鉄が存在すると、大きなバックグラウンドを生じるので、D<sub>2</sub> ランプによるバックグラウンドコレクターを用いて補正した。

3 実験結果および考察 溶解酸として塩酸、硝酸および硫酸を用いた場合について比較検討した結果、鉄が共存するときは硫酸系の場合が、感度、再現性ともに最も良好であった。アルミニウムの吸光度は、鉄量や酸濃度の影響をうけるが、灰化温度によっても変化する。硫酸系において灰化温度を変化させたときの、アルミニウム、鉄、アルミニウム+鉄の吸光度変化等を図-1 に示す。5000 ppm の鉄が共存すると吸光度は約 20% 減少した。また、鉄以外の共存元素が存在しても吸光度はある程度減少するが、鉄が多量に共存する場合は元素が異なっても、その影響に大差はなかった。そのほか種々の条件を検討し、乾燥、灰化および原子化の温度と時間をそれぞれ、100℃-30 sec、1200℃-60 sec、2700℃-8 sec とし、アルゴンガス流速は 30 ml/min、酸濃度は 0.5 N に設定した。実際試料の定量は、標準試料に対して標準添加法で求めたアルミニウムの濃度と吸光度との関係から作成した検量線を用いた。図-2 は検量線の一例(鉄 5000 ppm 共存)で、二種類の試料に対するグラフを原点を通るように移動させたもので、各プロットは同一曲線上に乗る。本法をその他の試料に適用した結果、鋼中数 ppm の微量アルミニウムを満足しうる精度で直接定量することができた。

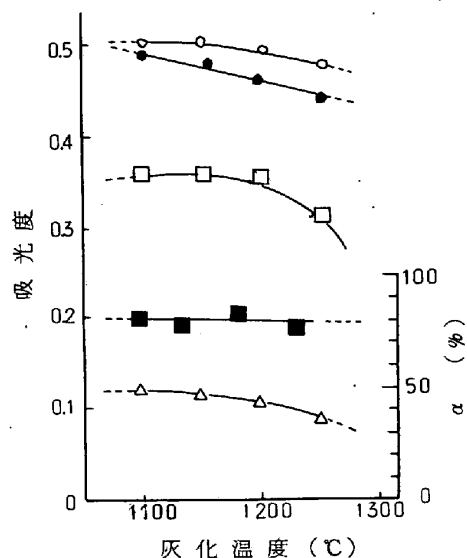


図-1 灰化温度の影響 (Al 0.1ppm, Fe 5000ppm)

Abs.(Al) ○  
 Abs.(Al+Fe) ●  
 Abs.(Fe) △  
 Abs.(Al+Fe)-Abs.(Fe) □

$$\alpha = \frac{\text{Abs.}(Al+Fe) - \text{Abs.}(Fe)}{\text{Abs.}(Al)} \times 100$$

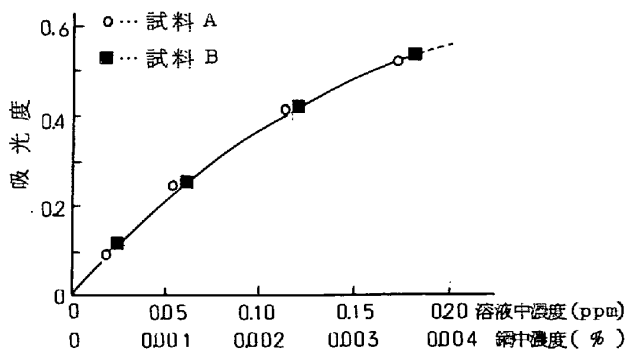


図-2 アルミニウムの検量線