

## (397) ボルタンメトリーによる鉄鋼中微量成分の分析

住友金属工業㈱ 中央技術研究所 真鍋 浩 猪熊康夫 ○蔵保浩文

## 1. 緒言

微量金属分析法として原子吸光法があるが、低濃度域になると溶媒抽出を併用しなければならない。これに対して、陽極溶出ボルタンメトリーは、このような煩雑な操作なしで鋼中の ppm レベルの分析が可能である。そこで、本報告では、この陽極溶出ボルタンメトリーを鋼中微量成分の定量に適用するため、基礎的な検討を行なったので、その結果を以下に述べる。

## 2. 実験

(1)陽極溶出ボルタンメトリー装置は、PAR社製の Model 174A/315A/303/RE0074 を使用した。図 1 に、陽極溶出ボルタモグラムの一例を示す。

(2)ピーク高さに及ぼす前電解電位、前電解時間、水銀滴の大きさ、スターラーの回転速度などの影響について調査を行なった。

(3)定量法として検量線法と標準添加法について検討を行なった。

## 3. 結果

(1)試料は、塩酸と硝酸で溶解した後、過塩素酸白煙処理により分解した。この場合、 $Fe^{3+}$  は測定の際に妨害となることが判明したので、アスコルビン酸を加えて  $Fe^{2+}$  に還元してから測定を行なった。

(2)ピーク高さは、Pb の場合、前電解電位  $-0.6 V$  (vs  $Ag/AgCl$ ) より負電位で一定になり、前電解時間に比例して増大した。また、水銀滴の大きさ、スターラーの回転速度の増大に伴ないピーク高さが高くなることも観察された。

(3)純鉄に Pb 標準溶液を添加して作成した検量線の一例を図 2 に示す。鋼中 50 ppm 水準におけるバラツキは 3% 程度であった。

(4)標準添加法の場合、表 1 に示すように、単にピーク高さ ( $I_{pb}$ ) から算出するよりも、共存する他成分のピークとの比(この場合 Cu ピークとの比  $I_{pb}/I_{cu}$ ) より算出した方が、精度は改善されることがわかった。

(5)定量下限は、溶液中で 10 ppb (試料 1 g では 1 ppm 相当) であった。

## 4. 結言

以上の結果より、陽極溶出ボルタンメトリーは高感度であること及び直接法で測定が可能なることから微量金属成分の定量に大きな威力を発揮することが明らかになった。さらに、数種の成分を同時定量することも可能であるので、今後これらについても検討を行なう予定である。

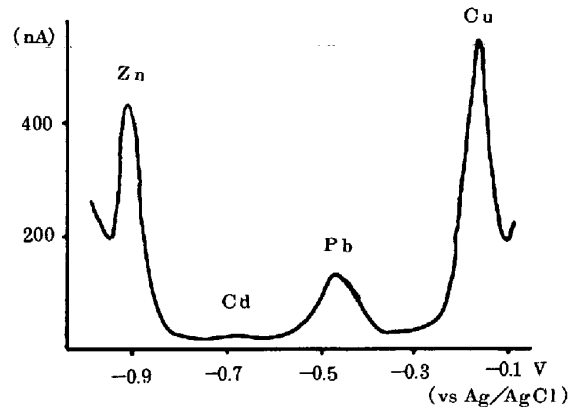


図 1. 純鉄のボルタモグラムの一例

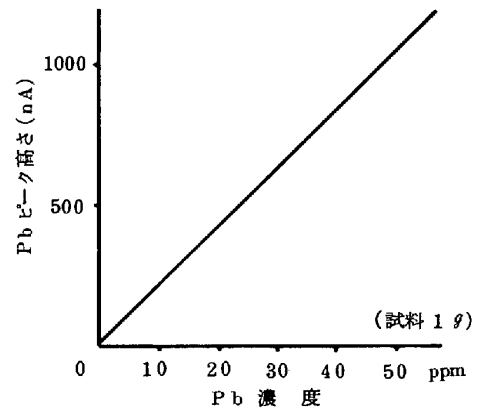


図 2. 検量線の一例

表 1. 標準添加法におけるバラツキ

算出法	$I_{pb}$	$I_{pb}/I_{cu}$
バラツキ (鋼中 50 ppm において)	8%	3%