

(780) 水素化物発生-原子吸光法による鉄鋼中のAs, Sn, Sb, Bi, Pbの定量

新日鐵 八幡製鐵所

仰木 国隆 土屋 茂久

坂田 繁 松永 晋一

1. 精言

最近、鋼材の高品質化に伴って、鋼中の微量As, Sn, Sb, BiおよびPbの分析ニーズが増加している。これらの元素の分析は、抽出分離-吸光度法が一般的に用いられているが、作業が繁雑であり、かつ熟練を要するのが難点である。そこで、水素化物発生-原子吸光法を用いて、これらの元素の分析を試みたので報告する。

2. 実験装置

原子吸光装置 (AA-500), 水素化物発生装置, 原子化装置。

3. 実験結果

(1). 共存元素の干渉 本法は、共存元素の干渉が大きい。緩和剤としてリンゴ酸を、またPbについては増感効果のある過酸化水素水を用い、鉄鋼試料中に共存する元素について干渉度を調査した。その結果Si, Mn (10^{mg}/100ml), Co, Al (1.0^{mg}/100ml), V, Ti, Cr, Mo (0.5^{mg}/100ml), まで干渉がなかった。〔()内は、干渉調査した上限〕

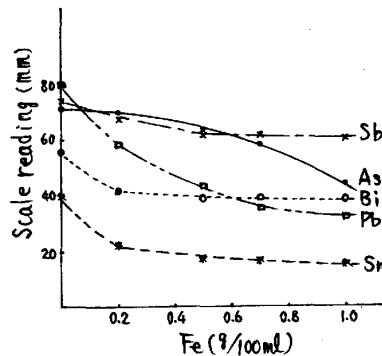


Fig-1 Interference of Fe for As, Sn, Sb, Bi, Pb

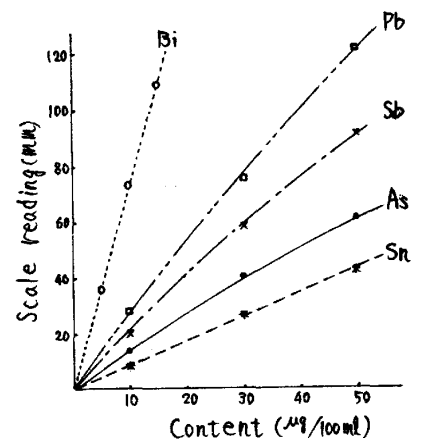


Fig-2 Coexistence of Fe in solution (Calibration curve)

しかし、Feは全元素に干渉をあたえるのでFeを一定量共存させる必要がある。(Fig-1参照) また、Asに対しCu 1.0^{mg}/100ml、Pbに対してCu, Ni共に0.2^{mg}/100ml、Snに対しAs 0.03^{mg}/100mlで、それぞれ干渉が認められた。

干渉抑制法として、錯体生成を中心とした検討を進めたが、完全に抑制することはできなかった。そこで、本法が非常に高感度であることから、試料溶液を希釈し、干渉を緩和することにした。

(2). 検量線の作成 上記の結果から検量線にはFeを共存させ、標準物質を用いた合成溶液で作成した。検量線の例をFig-2に示す。

(3). 実試料の定量 今回の検討にて確立した分析条件 (Table. 1参照) で、JSS標準試料を用いて日間再現精度を調査したのがTable. 2であり、いずれの元素も良い結果が得られた。また、作業も容易なことから、本法が鉄鋼試料に十分適用できることを確認した。

Table. 1 Analysis condition

	As	Sn	Sb	Bi	Pb
Analytical wave length	193.7 ^{nm}	224.6 ^{nm}	217.6 ^{nm}	223.1 ^{nm}	217.0 ^{nm}
Aliquot ratio*	1/5	1/5	1	1	1/5
NaBH ₄	1.0% %	2.5% %	5.0% %	1.0% %	5.0% %
Acid	HCl (1+5)	HCl (1+10)	HCl (1+5)	HCl (1+5)	HCl (1+10)
Auxiliary	C ₆ H ₆ O ₅	C ₆ H ₆ O ₅	C ₆ H ₆ O ₅	C ₆ H ₆ O ₅	H ₂ O ₂

* Aliquot ratio of a sample (1.0^g/100 ml)

Table. 2 Analytical results (n=5)

	As	Sn	Sb	Bi*	Pb
Sample	JSS 169-3	JSS 090-1	JSS 173-3	JSS 0901+Bi	JSS 161-3
St. V (%)	0.005	0.003 ^{**}	0.0048	0.0010	0.003
\bar{x} (ppm)	54.2	21.6	46.4	10.0	26.6
σ (ppm)	0.84	1.14	0.55	0.084	0.55
CV (%)	1.55	5.28	1.18	0.84	2.06

* Adding 0.001% of Bi (The absolute quantity is 10^{μg})

** Reference value