

(423) 水素化物発生—原子吸光分析法による鋼中微量不純物元素の定量

大同特殊鋼(株) 中央研究所 藤根 道彦 伊藤 清孝
○西村 真人

1. まえがき

鋼中に存在する Se, Te, Bi などの微量不純物元素は、熱間加工割れ等の原因となることが知られている。これらの元素の定量方法の一つとして、水素化物発生—原子吸光分析法があり、微量域での定量への適用が期待されている。そこで、筆者らは本分析法における共存元素の影響を調べ、鋼中微量不純物元素の定量方法について検討したので報告する。

2. 実験装置及び分析方法

実験に使用した装置は、水素化物発生装置 (HYD-1) と原子吸光度計 (Z6000) である。分析条件の代表例を Table 1 に示す。分析試料は原則として 1 g を王水で溶解して使用した。また、原子化は石英管セルを用いて行なった。

Table 1 Analysis condition for Se, Te and Bi

Element	Hydride generation			Atomic absorption spectrophotometry			
	HCl	NaBH ₄	Ar carrier flow rate	Wave length	Lamp current	C ₂ H ₂ flow rate	Air flow rate
Se	8.5 ^N	1.0%	1.0 ml/min	196.0 nm	17.5 mA	2.0 l/min	8.9 l/min
Te	8.5	1.0	1.0	214.3	10.0	2.0	8.9
Bi	4.5	1.5	1.0	223.1	12.5	2.0	8.9

3. 実験結果

まず Fe の影響を調査した。Fig. 1 に示すように、Se, Te 及び Bi については、その影響はほとんどみられない。Se 分析の場合について合金元素である Cu, Cr, Ni, Mo 及び Co の影響を Fig. 2 に示す。その結果、Cu, Mo 及び Ni の影響が大きい。これらの共存元素の影響を除去する方法としては、Fe(III) の添加が有効である¹⁾ といわれているが、本研究結果では Fe(III) を添加しても Cu, Mo の影響を除去することはできなかった。

そこで次に、水酸化鉄による共沈浮選分離を適用した共存元素の分離除去について検討した。その結果、Table 2 に示すように共存元素の分離除去が可能であることがわかった。なお、目的とする各不純物元素の回収率は 90% 以上である。

以上の検討により確立した分析法を実際試料に適用し、満足のいく結果が得られることを確認した。

Table 2 Removal of coexistent elements on floatation separation

Coexistent element	Cu	Mo	Ni
Removal (%)	94	86	97

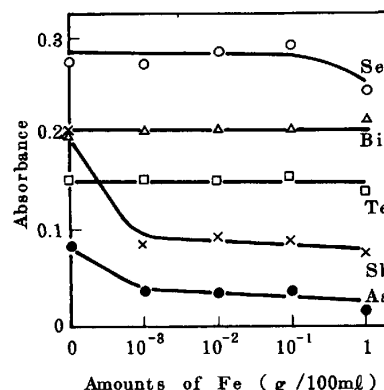


Fig. 1 Effect of Fe on absorbance of Se, Bi, Te, Sb and As (5µg/100ml)

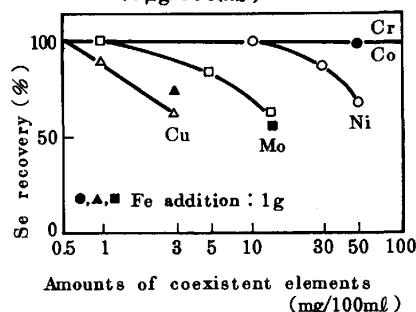


Fig. 2 Effect of coexistent elements on recovery of Se (5µg/100ml)

引用文献

1) B. Welz, M. Melcher, Analyst, 109, (1984), 569