

(407) フローインジェクション-水素化物発生原子吸光分析法による鉄鋼及び
ニッケル基合金中の微量 As, Bi, Sb, Se 及び Te の定量

(株) 神戸製鋼所 試作実験センター ○松原 一夫 諸岡 鏡平
谷口 政行

1. 緒 言

鉄鋼, ニッケル基合金中の As, Bi などの微量不純物元素は結晶粒界に析出して合金の機械的性質に悪影響を与えることは一般によく知られている。これらの微量不純物元素の定量には水素化物発生-原子吸光分析法が有効であり, 筆者らは先にバッチ法についての検討結果を報告¹⁾した。しかし, バッチ法は操作が煩雑で, 共存元素の影響が大きく, 特に高合金鋼や超合金の日常分析法としては問題を残していた。そこで, 連続測定が容易で, 更に定量条件の制御が容易なフローインジェクション法を検討し, 鉄鋼及びニッケル基合金中の微量 As, Bi, Sb, Se 及び Te を簡単, 迅速に定量しうる方法を確立したので報告する。

2. フローインジェクション装置の概要

フローインジェクション装置のフローダイヤグラムを Fig.1 に示す。装置は(1)コック付 3 方バルブ 4 個と空気吸引ポンプを利用した試料注入部, (2)内径 1/32 インチのテフロンチューブ製混合コイル (1 m) 及び送液用ポンプから成る試薬混合部, (3)発生した水素化物ガスを溶液から分離する気液分離部から成る。原子化には高温に加熱した石英製の原子化セルを用い, これを日立 180-70 型偏光ゼーマン原子吸光光度計のバーナー部にセットして吸光度を測定した。

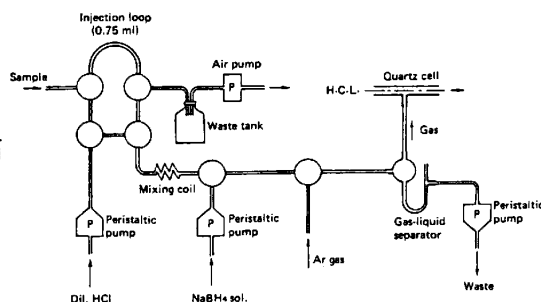


Fig.1 Flow diagram for apparatus

3. 結 果

(1) 確立した定量方法

定量方法のフローチャートを Fig.2 に示す。測定条件は〔試料注入量: 0.75ml, キャリヤー: 塩酸 2.4 M, 水素化ほう素ナトリウム溶液濃度: 0.5%, Ar 流量: 75ml, 原子化温度: As 1100°C, Bi 800°C, Sb 950°C, Se 800°C, Te 1100°C〕が最適であった。

(2) 共存元素の干渉とその抑制法

共存元素の干渉は, As, Bi, Sb の定量に対してはチオ尿素, 更に Se, Te に対しては Fe(III) の添加により抑制した。

(3) 精度及び検出限界

Bi 5ng/ml での CV 率は 3.5% であり, 他の元素についてもほぼ同様の結果が得られた。検出限界 (ppm) は As: 0.2, Bi: 0.1, Sb: 0.3, Se: 0.2, Te: 0.2 であった (Ni 0.2g/100ml の場合)。

(4) 標準試料の分析

本法によるニッケル基超合金の分析結果の 1 例を Table 1 に示す。

参考文献

1) 日本鉄鋼協会第 108 回講演概要集 '80. S395

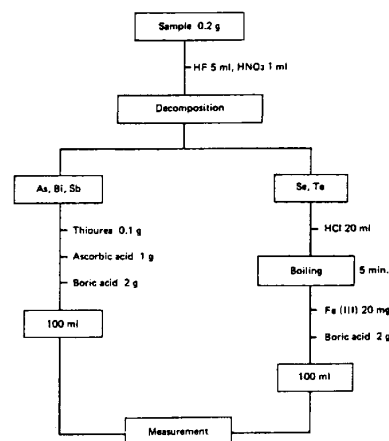


Fig.2 Analytical procedure

Table 1. Example of analysis of standard samples. (ppm)

Element	Sample	Cert. value	This method	
Bi	NBS 897	(0.53)	0.55	0.50
	// 898	(1.1)	1.08	1.11
	// 899	(0.26)	0.23	0.21
Se	NBS 897	9.1	8.7	8.8
	// 898	2.00	1.9	2.2
	// 899	9.5	9.8	9.5

(): Not certified