

(496) 微量試料を用いた溶液法の黒鉛炉原子吸光法による鋼中の微量元素定量

金属材料技術研究所 小林 剛 井出 邦和 ○大河内春乃

1. 緒言

新素材等の研究開発に伴い微量試料中の微量不純物から主成分元素までの広い濃度範囲について正確に高精度で行える定量法が望まれている。そこで黒鉛炉原子吸光法による微量試料を用いた微量成分分析について検討した。既に微量の固体試料を直接原子化する方法が報告されているが、いろいろ問題点がある。本法では小型の高圧容器を使用し、微量試料を少量の溶液で分解する溶液法による分析法を検討するとともに各種鉄鋼標準試料分析への適用を検討したので報告する。

2. 結果と考察

(1) 測定条件の検討：鉄の塩酸-硝酸溶液およびフッ化水素酸-硝酸溶液にAs, Sn, Co, Ni, Cr, Sbを添加した溶液を用い、黒鉛炉にPlatformを取り付け各元素の灰化曲線および原子化曲線を求めた。その結果より最適な測定条件をTable 1のように定めた。この測定条件による分析方法の正確さの確認のため各種鉄鋼標準試料を分析した。その結果、各元素について表示値と良い一致が見られ、測定条件の適正が確認された。

(1) 試料分解法と少量定容化の検討：本法は高圧容器の気密性を利用し、少量の酸溶液を用いて試料分解を行い定容化を行う方法であり、使用する定容器具等の正確さや精度が分析値に与える影響が大きい始めにそれらの正確さや精度の良好さを確認した。試料分解前後のPTFE容器の質量測定によって損失量を監視した。更に、本法による試料分解は通常の分解法より希混酸を用いる事が望ましいので、この条件での酸濃度の影響を調べた。その結果、フッ化水素酸-硝酸溶液ではAsがアルシンを発生することによって揮散することが判明したが、塩酸-硝酸溶液では良好であった。

(3) 微量試料による分析：標準試料の微量金属片を分析した。その結果、試料採取量が減少しても結果に大きな変化は見られなかった。1mg片を10個分析した場合の相対標準偏差を母液(100mg/100ml)と比較した。一例をTable 2に示す。

1mg片でも母液の値と良い一致が見られた。更に用いた標準試料には大きな偏析がなく、1mg程度の使用でも標準試料として十分使用可能であることが判明した。

3. 結言

小型の高圧容器と黒鉛炉原子吸光法の組合せによる定量法は微量試料の分析に最適であり、その検出限界(3σ)は1mg試料でAs:0.3, Sn:0.8, Co:0.3, Ni:0.3, Cr:0.2, Sb:0.3ppmであつた。1mg試料で、その使用溶液量から10元素程度の定量を可能とした。

Table 1 Operating parameters

Element	λ, nm	Slit, nm	Ash, °C	Atomize, °C
As	193.8	0.7	800	2500
Sn	286.3	0.7	500	2100
Co	240.7	0.2	900	2400
Ni	231.8	0.2	900	2500
Cr	357.7	0.7	900	2500
Sb	217.5	0.2	900	2500

Table 2 The relative standard deviation of arsenic, cobalt, nickel, chromium and antimony in ECRM 097-1

Sample treatment	Element				
	As	Co	Ni	Cr	Sb
(100mg/100ml)	1.96	1.34	1.82	1.90	2.89
(1mg/1ml)	4.72	1.56	2.09	2.41	4.32

n=10; Figures are expressed in percent.