

# アノードックストリッピングボルタンメトリー による鋼中微量トランプ元素 (亜鉛, 鉛, ビスマス) の同時定量

田中 龍彦\*・増本 米弘\*<sup>2</sup>・野口 義剛\*<sup>2</sup>・林 英男\*

Simultaneous Determination of Trace Tramp Elements (Zn, Pb and Bi) in Steel by Anodic Stripping Voltammetry

Tatsuhiko TANAKA, Yonehiro MASUMOTO, Yoshitake NOGUCHI and Hideo HAYASHI

**Synopsis :** A sensitive anodic stripping voltammetric method for the simultaneous determination of zinc, lead and bismuth in steel is described. The interference of the iron(III) matrix was eliminated by reducing it to iron(II) with L(+)-ascorbic acid. The optimized experimental conditions were as follows: analyte ions in a steel sample solution containing a nitric-sulfuric acid mixture (pH=2) were electrodeposited as metals on a hanging mercury drop electrode at  $-1.2\text{ V vs. Ag/AgCl}$  for 5 min with stirring; the deposits were then anodically stripped in the potential range  $-1.2$  to  $0\text{ V vs. Ag/AgCl}$  at a scan rate of  $50\text{ mV s}^{-1}$  by a differential pulse mode. Linear relationships held between the peak height and the concentrations of analyte ions in the concentration range 5 to  $200\text{ ng mL}^{-1}$  with relative standard deviations below 5% for  $30\text{ ng mL}^{-1}$ . The detection limits ( $3\sigma$ ) were less than  $1.7\text{ ng mL}^{-1}$  for the deposition time of 5 min. The influence of foreign elements on the determination was evaluated, and a method for eliminating the interference from other metal ions, in particular copper and nickel, due to the formation of intermetallic compounds with zinc in amalgams was devised. The proposed method was applied to the simultaneous determination of  $3.5$  to  $325\text{ }\mu\text{g g}^{-1}$  of zinc, lead and bismuth in steels with good precision and accuracy.

**Key words :** tramp element; zinc; lead; bismuth; anodic stripping voltammetry; steel analysis; simultaneous chemical analysis.

## 1. 緒言

発生量が著しく増加することが予想される市中スクラップを新鉄源として再利用することは、省エネルギー、二酸化炭素の抑制や限りある資源を大切にリサイクルしようという地球環境等の観点からますます重要となりつつある。スクラップを多量に使用して高品質の鋼材を経済的に製造するためには、鋼質に有害なトランプ元素を迅速かつ正確に高感度定量できる分析技術の確立が必須の課題である。これらトランプ元素の工程管理分析に利用される技術の多くは相対的方法であるために標準物質が不可欠であるが、信頼性の高いトランプ元素分析用標準物質の作製・供給ははなはだ不十分である。

ストリッピングボルタンメトリー(SV)は、分析種を含む電解質溶液を攪拌しながら一定時間、定電位あるいは開回路(無電解)で分析種を作用電極上(または中)に濃縮した後、一定速度で電位を走査して析出物を再溶解させ、その際に得られる電流電位曲線(溶出曲線)より分析種を定量する方法である。このように、SVには定量操作に分析種の選択的濃縮過程が含まれるため、①高感度、②高精度、③操作が簡便で、熟練を必要としない、④迅速、⑤有

害試薬を用いる前分離操作が不要、⑥数元素の同時定量が可能、⑦化学形態別分析(スペシエーション)が可能、⑧装置が簡単で比較的安価、⑨ダウンサイズ化が容易、⑩分析操作のコンピュータ化、自動化が容易などの特長を有し、鉄マトリックスや共存成分からの妨害が抑制できればこの方法は鉄鋼中微量成分の定量に最適である。また、試料を酸分解して得られた溶液を複雑な化学処理や多量の試薬を添加することなく電解液として使用すると、分析操作が簡単でコンタミネーションや損失を防ぐことができる。

この特長を生かした金属材料、環境、生体等の試料中微量元素の定量に関する研究は非常に多いが、鉄鋼分析への応用例は少ない。著者らは、ストリッピング分析法を鉄鋼分析へ適用して満足な結果が得られることを明らかにしてきた<sup>1,2)</sup>。鉄鋼<sup>3)</sup>および鉄鉱石<sup>4)</sup>中のCu, Pb, Cd, Znをストリッピング分析法を利用して同時定量した報告では、定量に先立ちマトリックスFe(III)の煩雑な抽出分離を必要とする、共存元素の妨害があるなど問題点が多い。本研究では、鉄スクラップ中に混入し、熱間加工性など機械的特性の劣化に影響する微量トランプ元素であるZn, PbおよびBiを直接同時定量できる簡便な高感度アノードックSV(ASV)の開発を試み、トランプ元素分析用鉄鋼標準物質の

平成17年3月31日受付 平成17年4月18日受理 (Received on Mar. 31, 2005; Accepted on Apr. 18, 2005)

\* 東京理科大学工学部 (Faculty of Engineering, Tokyo University of Science, 1-3 Kagurazaka Shinjuku-ku Tokyo 162-8601)

\* 2 東京理科大学大学院生 (Graduate Student, Tokyo University of Science)

特性値認証に適用した。

## 2. 実験方法

### 2.1 装置と試薬

SV測定にはエレクトロケミカルアナライザー (BAS製, CV-50W) を用いた。作用電極にはつり下げ水銀滴 (HMDE, 表面積約 $2\text{mm}^2$ ), 対極には白金線 ( $1\text{mm}\phi$ ), 参照電極には銀/塩化銀電極 (Ag/AgCl;  $3\text{M NaCl}$ ) を使用した。水銀滴は各測定ごとに更新した。塩化物イオンの妨害を防ぐため, 参照電極は飽和硝酸カリウム-4%寒天塩橋で飽和硝酸カリウム溶液の中間槽を通じて硬質ガラス製円錐型電解セル (上端内径 $44\text{mm}$ , 高さ $40\text{mm}$ ) 中の溶液に液絡した。本文中の電位は, すべてAg/AgCl参照電極に対する値である。

試薬は, 特に断らない限り特級品を精製せずにそのまま使用した。水は, イオン交換後, 逆浸透して精製した。金属標準溶液は, 市販の原子吸光分析用標準液 (約 $1\text{mg mL}^{-1}$ ) を使用の都度水で一定量に希釈して調製した。Fe(III)溶液は, 高純度鉄 (日本鉄鋼認証標準物質JSS 001-5) を酸に溶解して調製した。この高純度鉄標準物質中のZnとPbの認証値はそれぞれ $3.1, 0.19\text{ppm (m/m)}$ であり, Bi含有率は表示されていない。

### 2.2 定量操作

精秤した鋼切粉試料 $1.0\text{g}$ を混酸 (硝酸-硫酸)  $30\text{mL}$ で加熱分解した後, 溶液を穏やかに煮沸して溶存する窒素酸化物を除去する。冷却後,  $100\text{mL}$ 全量フラスコに移し, 水で標線まで希釈する。この溶液 $5\text{mL}$ をビーカーに分取し,  $1\text{M L(+)}$ -アスコルビン酸溶液を加えてFe(III)を2価に還元した後,  $3\text{M}$ 水酸化ナトリウム溶液でpHを調整する。それから $50\text{mL}$ 全量フラスコに移し入れ, あらかじめ同じpHに調整しておいた希薄混酸で定容にしたものを試料溶液とする。

試料溶液 $5\text{mL}$ を電解セルに取り, 電極等を挿入して攪拌しながら窒素を5分間溶液中に通じて除酸素する。測定中は溶液表面上に窒素を送り続け, 電解セル内を窒素雰囲気を保つ。次に, 攪拌しながら定電位で一定時間電解してHMDE作用電極に分析種を電着する。電着操作の終了と同時に攪拌を止め,  $30\text{秒}$ 間静置後, 示差パルスモード (パルス高さ $50\text{mV}$ , パルス幅 $60\text{ms}$ , パルス間隔 $200\text{ms}$ ) により電位を正方向へ定速走査して析出物再溶解時の溶出曲線を記録する。得られた曲線のピーク高さ (電流) を測定し, 標準溶液で作成した検量線から分析種を定量する。

## 3. 結果と考察

### 3.1 作用電極の選択

ポーラログラム半波電位が非常に負であるZn(II)を固体

電極上に金属として析出することは困難である。そこで, 作用電極には水素過電圧が大きく, 優れた再現性と比較的小さな残余電流を有するHMDEを選択した。なお, 水銀薄膜電極はマトリックスFeの影響を受けやすく, Zn定量に不適當であった。

### 3.2 試料溶液調製方法の検討

操作の簡便性を考慮し, 酸分解して得られた試料溶液がそのまま電解液として使用できる実験方法を構築した。電解質溶液には鉄鋼の分解によく使用される硝酸-硫酸を選択した。塩酸を含む電解質溶液を用いると, 作用電極のHg自身の溶解反応による大きなピークがBiピークに近接する $0.05\text{V}$ 付近に現れるために精密なBi定量は不可能となるので, 試料の分解に塩酸を用いることはできなかった。混酸からなる溶液中では, Hg溶解ピークは約 $0.3\text{V}$ 正側にシフトし, 本研究でのBi定量には影響しなかった。

$1\text{mg Fe(III) mL}^{-1}$ 共存下, 硝酸および硫酸濃度を変化させて得られたASVピーク高さをFig. 1とFig. 2に示す。その結果,  $0.05\text{M}$ 硝酸- $0.07\text{M}$ 硫酸でZn, PbおよびBiのピーク

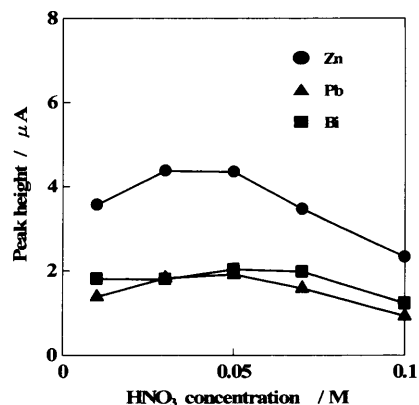


Fig. 1. Dependence of the peak height for  $100\text{ng mL}^{-1}$  each of analyte ions on the nitric acid concentration. Pre-electrolysis at  $-1.2\text{V}$  for  $5\text{min}$  and stripping at a scan rate of  $50\text{mV s}^{-1}$  to  $0.2\text{V}$  in a  $0.07\text{M}$  sulfuric acid -  $0.1\text{M L(+)}$ -ascorbic acid solution containing  $1\text{mg mL}^{-1}$  Fe(III) (pH 2.0).

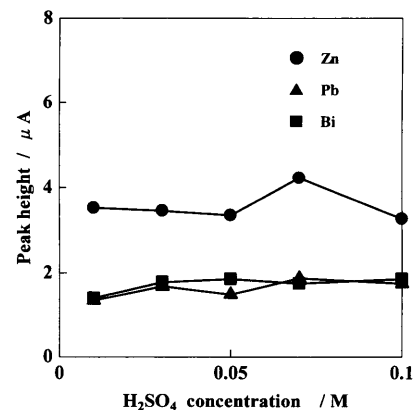


Fig. 2. Dependence of the peak height for  $100\text{ng mL}^{-1}$  each of analyte ions on the sulfuric acid concentration.  $\text{HNO}_3$  concentration:  $0.05\text{M}$ . Other conditions as in Fig. 1.

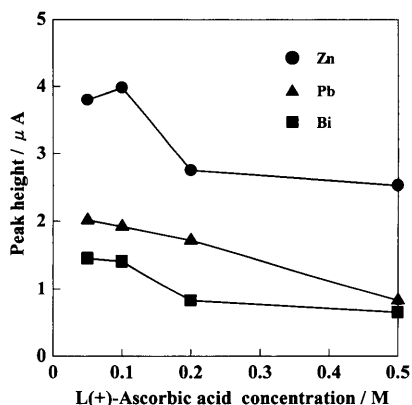


Fig. 3. Effect of the L(+)-ascorbic acid concentration on the peak height for  $100 \text{ ng mL}^{-1}$  each of analyte ions. Other conditions as in Fig. 1.

ク高さは最大となり、再現性のある値を示した。硝酸濃度が増加するにつれて各元素のピーク高さは減少傾向を示した。

試料分解後に pH 調整をしない強酸性溶液 (pH 約 0.8) 中での ASV 測定では、水素発生電流のために  $-1.2 \text{ V}$  付近ではバックグラウンド電流の傾斜が大きくなって Zn のピークはゆがみ、その高さは大きく減少した。pH が 2 以上になると Fe(III) の加水分解沈殿が生成するので、 $\text{pH}=2$  で Fe(III) 共存の影響を調べた。

マトリックスの Fe(III) が共存すると前電解時に Fe(II) への還元反応が併発してバックグラウンド電流は安定せず、各元素のピーク高さは著しく減少した。特に、Bi の溶出ピークを得ることは不可能であった。しかし、Fe(II) による妨害はみられないことから、ここでは L(+)-アスコルビン酸を加え、Fe(III) を前もって 2 価へ化学的に還元した。L(+)-アスコルビン酸濃度と各元素のピーク高さとの関係を Fig. 3 に示す。L(+)-アスコルビン酸濃度が  $0.05 \text{ M}$  以下では Fe の影響を完全に抑制できず、また  $0.1 \text{ M}$  を大きく超えた場合には各元素のピーク高さは減少した。Bi ピークは高濃度 L(+)-アスコルビン酸の酸化ピークに取り込まれ、定量的なピークは得られなかった。ここでは、なるべく Fe 共存可能量を増やすことを考え、また L(+)-アスコルビン酸の影響を受けない最大濃度である  $0.1 \text{ M}$  を採用した。

次に、pH によるピークへの影響について検討した。除酸素した  $0.05 \text{ M}$  硝酸  $-0.07 \text{ M}$  硫酸電解液中、全元素のピーク形状と定量性を考慮した最適 pH は 2 であった (Fig. 4)。 $\text{pH}=1$  の溶液では、前電解 ( $-1.2 \text{ V}$ ) 時に HMDE 表面から水素が発生して Zn の定量的ピークは得られず、また  $-0.4 \text{ V}$  付近にピークが出現して Pb 定量に影響した。このピークの起源については明らかではないが、Bi と Fe が共存した場合にのみ現れたことから、これらの金属間化合物に由来するピークと考えられる。一方、pH が 3 以上では、L(+)-アスコルビン酸の酸化電流と Bi のピークが重なり、Bi 定量が困難となった。

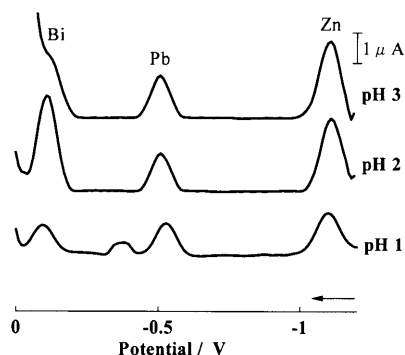


Fig. 4. pH dependence of the peak height for  $100 \text{ ng mL}^{-1}$  each of analyte ions. Other conditions as in Fig. 1.

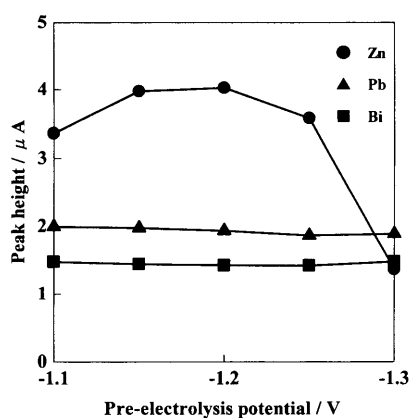


Fig. 5. Relationship between the peak height for  $100 \text{ ng mL}^{-1}$  each of analyte ions and the pre-electrolysis potential. Other conditions as in Fig. 1.

### 3.3 ASV パラメーターの最適化

前電解電位は、Zn の最大ピーク高さが得られた  $-1.2 \text{ V}$  とした (Fig. 5)。この電位よりも正側では Zn(II) の還元析出に十分な加電圧が得られず、また  $-1.3 \text{ V}$  よりも負側では HMDE 表面から激しく水素が発生したため、どちらの場合も Zn のピーク高さは減少した。

前電解時間を長くすると、3 元素のピーク高さは直線的に増加した。しかし、10 分間あたりから  $-0.4 \text{ V}$  付近にピークが現れ (Fig. 6)、前電解時間の増加とともにピーク高さは大きくなった。このピークは、溶液中に Bi または Fe が存在しないときには現れないことから、前述と同様に金属間化合物に起因するピークと思われる。ここでは、このピークの出現が無視できる 5 分間を前電解時間に選定した。前電解過程における溶液の攪拌速度が速いほどピーク高さは増加したので、使用した装置の最大磁気攪拌速度である  $800 \text{ rpm}$  を採用した。

析出物の溶出は、電位を  $-1.2 \text{ V}$  から  $0 \text{ V}$  まで示差パルスモードで走査した。各元素のピーク高さは電位走査速度の影響をほとんど受けないが、ピークの再現性と形状を考慮して、走査速度は  $50 \text{ mV s}^{-1}$  を最適とした。

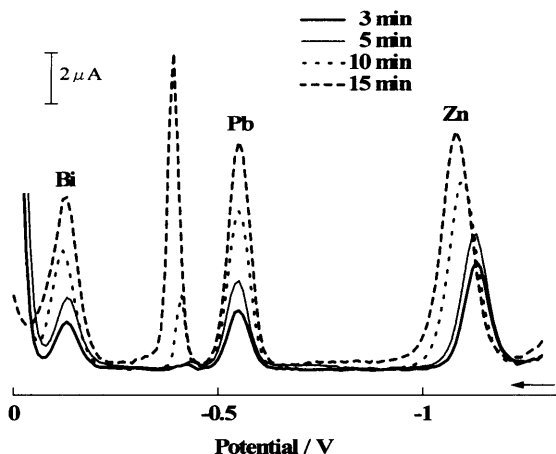


Fig. 6. Effect of the pre-electrolysis time on the stripping curves for  $100 \text{ ng mL}^{-1}$  each of analyte ions. Other conditions as in Fig. 1.

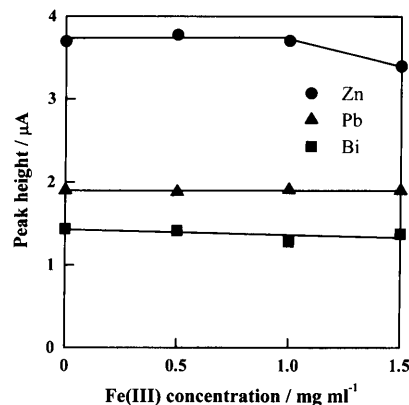


Fig. 7. Dependence of the peak height for  $100 \text{ ng mL}^{-1}$  each of analyte ions on the  $\text{Fe(III)}$  concentration. Other conditions as in Fig. 1.

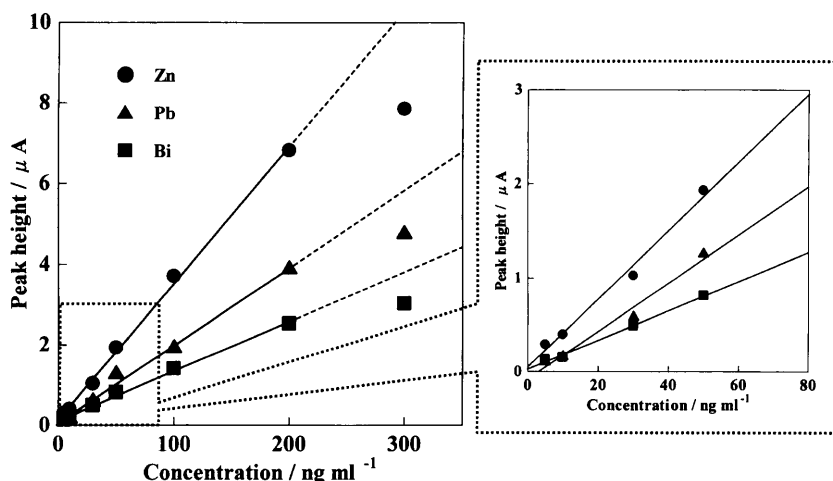


Fig. 8. Calibration graph (peak height vs. analyte ion concentration) in the presence of  $1 \text{ mg mL}^{-1}$   $\text{Fe(III)}$ .

### 3.4 鉄マトリックスの影響と検量線

$\text{Fe(III)}$  共存量と各元素のピーク高さとの関係を Fig. 7 に示す。 $\text{Fe(III)}$  共存量が  $1 \text{ mg mL}^{-1}$  を超えると Zn ピークの高さは減少し始め、 $1.5 \text{ mg mL}^{-1}$  になると Zn ピークの高さは約 10% 減少した。一方、 $1.5 \text{ mg Fe(III) mL}^{-1}$  までは Pb と Bi のピーク高さに変化は見られなかったが、 $\text{Fe(III)}$  共存量がそれ以上になると減少した。そこで、 $\text{Fe(III)}$  の最大許容共存濃度を  $1 \text{ mg mL}^{-1}$  とした。

以上の最適条件下、 $1 \text{ mg mL}^{-1}$  の  $\text{Fe(III)}$  を含む溶液に Zn(II)、Pb(II) および Bi(III) を同濃度ずつ添加した溶液に対し、5 分間の前電解で得られた検量線 (ピーク高さ対元素濃度) を Fig. 8 に示す。各元素  $5 \sim 200 \text{ ng mL}^{-1}$  (Zn:  $0.076 \sim 3.06 \mu\text{M}$ , Pb:  $0.024 \sim 0.97 \mu\text{M}$ , Bi:  $0.024 \sim 0.96 \mu\text{M}$ ) の範囲で直線 (相関係数  $> 0.997$ ) となり、 $30 \text{ ng mL}^{-1}$  での相対標準偏差 (RSD,  $n=5$ ) は 5% 以下であった。いずれの検量線も、使用した高純度鉄および試薬による空試験値により原点を通らなかった。以上の結果より、この方法は Zn、Pb および Bi をそれぞれ  $5 \mu\text{g g}^{-1}$  以上含む鋼試料の分析に適用可能であ

ることが分かった。

### 3.5 共存元素の影響

共存元素の影響は、 $1 \text{ mg Fe(III) mL}^{-1}$  を含む各元素  $50 \text{ ng mL}^{-1}$  の濃度で調べた。Al(III)、B(III)、Cd(II)、Co(II)、Cr(VI)、Mg(II)、Mn(II)、Si(IV)、Ti(IV)、V(V)、Zr(IV) は 100 倍量、Mo(VI) は 50 倍量、As(V)、Sb(V)、Sn(IV) は 10 倍量まで共存しても妨害しなかった。Ni(II) は、共存量が 10 倍になると各元素のピーク高さは約 25% 減少し、このイオンの許容共存量は等倍量であった。Cu(II) は 10 倍量の共存で Zn のピーク高さを約 40% 減少させ、0.1 倍量で Bi ピークに重複したピークを生じて Bi 定量は不可能となった。そこで、市中スクラップに蓄積されるトランプ元素であり、Fe からの除去が困難である Cu と Ni の妨害を抑制する方法について検討した。

まず、Cu と Bi の重複ピークを分離するため、酸化数の変更、マスキング剤の添加、支持電解液変換法などについて検討した。酒石酸の添加により、Bi ピークは正電位側にずれて Cu ピークとの分離は達成されたが、L(+)-アスコ

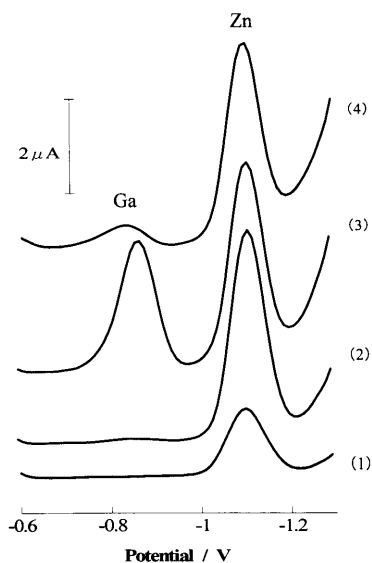


Fig. 9. Elimination of Cu-Zn intermetallic interferences by the addition of Ga(III).  
 Curve 1:  $100 \text{ ng mL}^{-1}$  Zn(II) +  $1 \mu\text{g mL}^{-1}$  Cu(II).  
 Curve 2:  $100 \text{ ng mL}^{-1}$  Zn(II) +  $1 \mu\text{g mL}^{-1}$  Cu(II) +  $10 \mu\text{g mL}^{-1}$  Ga(III).  
 Curve 3:  $100 \text{ ng mL}^{-1}$  Zn(II) +  $10 \mu\text{g mL}^{-1}$  Ga(III).  
 Curve 4:  $100 \text{ ng mL}^{-1}$  Zn(II) +  $1 \mu\text{g mL}^{-1}$  Cu(II) +  $50 \mu\text{g mL}^{-1}$  Ga(III).

ルビン酸の酸化ピークに重なり、Bi定量は不可能であった。前電解後の静置時にセルごと溶液を交換して溶出させる支持電解液変換法では、溶出の際に電解液をあらかじめ除酸素済みの塩酸に変えた。塩酸濃度を増すことによる程度分離は可能であり、この結果はMizuikeらの報告<sup>9)</sup>とおおよそ一致している。しかし、Cu(II)の許容共存量は等倍にとどまり、またZnピークは小さくなって定量困難となった。

一方、Cu(II)の共存でZnピークの高さが減少する原因は、CuとZnが3種の金属間化合物(CuZn, CuZn<sub>2</sub>, CuZn<sub>3</sub>)を形成するためであると考えられる。そこで、Znよりも優先的にCuと金属間化合物を形成しやすいGaの添加を試みた<sup>9)</sup>。Cu(II)量に対して10倍量のGa(III)を添加して得られた結果をFig. 9に示す。図から明らかなように、Ga(III)を添加することによりCu(II)の妨害を抑制できる見通しが得られた。ただし、Ga(III)量をむやみに多くすると、-0.85 V付近にGaピークが現れる。Ga(III)の共存によるPbおよびBi定量への影響は見られなかった。

Ga(III)の添加は、Ni(II)の抑制にも有効であることが認められた(Fig.10)。Ni(II)を含む溶液中、Znピーク高さの減少も金属間化合物の形成が原因であると考えられるが、Ni(II)量に対して20倍量のGa(III)を添加することにより、Ni(II)の妨害を抑制できた。これらに関する定量的な詳細については別の機会に報告する。

以上より、Cuを含む鋼試料の分析では、次のような操作が適すると考えられる。

①試料の酸分解後、L(+)-アスコルビン酸を加える前に

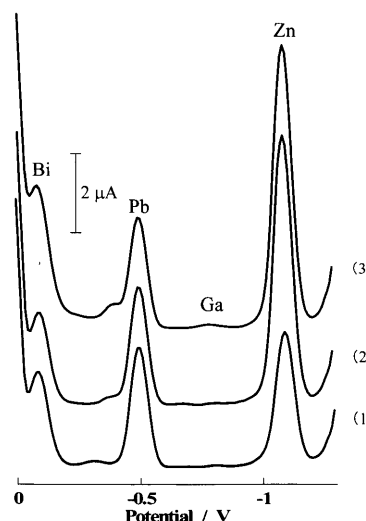


Fig. 10. Elimination of Ni-Zn intermetallic interferences by the addition of Ga(III).  
 Curve 1:  $100 \text{ ng mL}^{-1}$  each of Zn(II), Pb(II) and Bi(III) +  $200 \text{ ng mL}^{-1}$  Ni(II).  
 Curve 2:  $100 \text{ ng mL}^{-1}$  each of Zn(II), Pb(II) and Bi(III).  
 Curve 3:  $100 \text{ ng mL}^{-1}$  each of Zn(II), Pb(II) and Bi(III) +  $200 \text{ ng mL}^{-1}$  Ni(II) +  $10 \mu\text{g mL}^{-1}$  Ga(III).

Ga(III)を添加する。

②まず、ZnとPbをASV測定する。

③その後、支持電解液変換法を採用してBiをASV測定する。

### 3.6 鋼試料の分析

支持電解液変換法ならびにGa(III)添加操作を行わずに鉄鋼認証標準物質(NIST低合金鋼SRM 1765)を分析したところ、Pbの定量値は認証値よりも高いが、精度は良好であった(Table 1)。認証書に含有率が明記されていないZnとBiについては検出できなかった。また、高純度鉄標準物質にZn(II)、Pb(II)およびBi(III)標準溶液を添加した後酸分解して調製した合成試料溶液の分析結果をTable 1に示す。いずれの元素においても十分満足な回収率と精度が得られた。

スクラップ鉄を想定して作製されたトランプ元素分析用共通試料(化学分析用切粉試料)を本法で直接分析した結果をTable 2に示す。ZnとPbの結果は発光分光分析による参考値とほぼ一致し、精度も良好であったが、Biは高値であった。同試料を種々の化学分析法を利用して得られた他所の測定値の範囲は、Zn  $20 \sim 24 \mu\text{g g}^{-1}$ 、Pb  $288 \sim 586 \mu\text{g g}^{-1}$ 、Bi  $26 \sim 38 \mu\text{g g}^{-1}$ のようにはばらつきがあり<sup>7)</sup>、正確さについては現在までに確認できなかった。全操作の空試験値のピーク高さの3σから求めた検出限界は、5分間の前電解で  $1.0 \sim 1.7 \text{ ng mL}^{-1}$ であった。試料分解後の分析所要時間は10分間以内であった。

Table 1. Simultaneous determination of zinc, lead and bismuth in iron and steel.

Sample	Analyte	Certified value/ $\mu\text{g g}^{-1}$	Added/ $\mu\text{g g}^{-1}$	Found <sup>a</sup> / $\mu\text{g g}^{-1}$	Recovery, %	RSD <sup>b</sup> , %
NIST SRM 1765	Pb	3	—	4.3	—	3.7
	Zn	3.1	—	3.5	—	4.2
JSS 001-5	Pb	0.19	20	24.9	106	0.9
			20	20.6	102	3.2
	Bi	—	20	18.2	91	1.3
JSS 003-4	Zn	<1	20	20.0	100	3.6
	Pb	<1	20	19.6	98	1.9
	Bi	<0.1	20	20.9	105	6.0

a. Average of five determinations.

b. Relative standard deviation.

Table 2. Simultaneous determination of zinc, lead and bismuth in standard steel sample (CA).

Analyte	Information value <sup>a</sup> , % (m/m)	Found/ $\mu\text{g g}^{-1}$			RSD, %	
Zn	0.002	16.8	16.4	17.5	Av.	16.8
		15.7	17.7			
Pb	0.034	322.1	330.1	319.4	Av.	325.3
		328.9	326.2			
Bi	0.003	43.4	43.4	40.5	Av.	42.2
		39.6	43.9			

a. The values are obtained by optical emission spectrometry.

#### 4. 結言

従来法と全く異なる原理に基づくASVを利用した鉄スクラップ中Zn, PbおよびBiの同時定量法の開発を試みた。その結果、

(1) 酸分解して得られた試料溶液を煩雑な前処理を行うことなく、そのまま分析できるつり下げ水銀滴作用電極を用いる簡便迅速な多元素同時直接分析法が開発できた。

(2) L(+)-アスコルビン酸を添加してマトリックスFe(III)を2価へ前もって還元しておくことにより、1 mg Fe(III) mL<sup>-1</sup>まで共存可能であった。

(3) 開発した方法は、鉄鋼中5  $\mu\text{g g}^{-1}$ 以上のZn, PbおよびBiの定量に適用可能であり、高い精確さで実試料を分析できた。

(4) Znの定量に妨害するCu(II)とNi(II)については、Ga(III)の添加により抑制できることを明らかにした。

(5) 現行のJIS化学分析法に比べて操作が簡便かつ迅速であり、鉄マトリックス共存下微量トランプ元素の新規な化学分析技術として有用である。また、未熟な技術者でも容易に高い精確さで分析することが可能である。

(6) 本法は、トランプ元素(Zn, Pb, Bi)の工程管理分析に利用される技術の多くに不可欠な鉄鋼標準物質の作製、評価に貢献する。

本研究は、日本鉄鋼協会「スクラップ利用拡大に伴う鋼中の微量不純物分析法の開発研究会」において行われたものである。

文 献

- 1) T.Tanaka: *Tetsu-to-Hagané*, **86** (2000), 1.
- 2) T.Tanaka: *Bunseki*, **2001** (2001), 62.
- 3) T.Tanaka, T.Kashihara, A.Taguchi and H.Kondo: *Tetsu-to-Hagané*, **89** (2003), 906.
- 4) V.Meenakumari: *Analyst*, **120** (1995), 2849.
- 5) A.Mizuike, T.Miwa and Y.Fujii: *Mikrochim. Acta*, **1975I** (1975), 125.
- 6) T.R.Copeland, R.A.Osteryoung and R.K.Skogerboe: *Anal. Chem.*, **46** (1974), 2093.
- 7) 日本鉄鋼協会評価・分析・解析部会編：鋼中の微量トランプ元素分析法の開発，日本鉄鋼協会，東京，(2004).