

### (226) 原子吸光分析法による高合金鋼中の微量鉛の定量

大同特殊鋼(株) 中央研究所 柳原和夫 小井良三  
佐藤昭喜 伊藤六仁

1. 緒言: 高合金鋼においては Pb が 5~30 ppm 程度の微量含まれるも熱間加工性やクリープ特性に悪影響を及ぼすという報告もあり、微量鉛の分析は非常に重要である。この微量鉛の分析法としてジチゾン抽出吸光光度法あるいは原子吸光光度法があるが、前者は分析操作が複雑で熟練を要し、Fe, Ti, Nb の妨害成分を除去する等の前処理を省けると分析に相当長時間を要し、また後者は Fe の化学的干渉や Pb その他の共存元素によるバックグラウンド吸収等があり、50 ppm 以下の微量鉛を分析する場合にはやはり抽出分離等の前処理が必要とされてきた。本研究では抽出分離等の前処理を行わずに数 ppm 以下の微量鉛を直接原子吸光分析法で定量することを検討したので報告する。

2. 装置: 実験には日立 207 型原子吸光光度計を用い、グレース波長 200 nm の回折格子(分散度 1.8 nm/mm) 光電子増倍管は R-136 を用いた。光源には Westing house 社製の Hollow cathode lamp 及び東松テレビ社製 D<sub>2</sub> ランプを用いた。バーナーは 0.5 x 100 mm のスリットバーナーを使用した。スリット幅は 0.18 mm に固定した。空気—アセチレンフレームを用い、空気流量 10 l/min, アセチレン流量 1.5 l/min とした。バーナーの高さはランプビームの中心から 8 mm の高さとした。

#### 3. 結果及び考察

1) Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zr, Nb, Mo の 11 元素の 20 mg/ml 溶液を作成し、D<sub>2</sub> ランプにより波長 250~290 nm におけるバックグラウンド吸収を測定した結果、Cu 以外の元素はすべてバックグラウンド吸収があることが分った。しかしながら D<sub>2</sub> ランプでは輝度が弱く、感度を上げるとノイズが大きくなるため、D<sub>2</sub> ランプによるバックグラウンド補正は困難であることが分った。

2) Pb の測定線 (283.3 nm) に近接する発光線としては 280.2, 282.3, 287.3 nm があり、これら近接線によるバックグラウンド吸収を、上記 11 元素の 20, 10, 5 mg/ml 溶液を作成して測定した結果、図 1 に示すように 280.2 nm の発光線において Mn の分光干渉がみられた。しかしそれ以外の元素については分光干渉はみられず、測定線におけるバックグラウンド吸収と同等で、濃度に比例することが分った。従って分析線に最も近い 282.3 nm の発光線によりバックグラウンド吸収を補正できることが分った。

3) また上記 11 元素の 20, 2 mg/ml 溶液に Pb を 1 µg/ml 添加し、これらの元素による化学的干渉を検討した結果、Mn・Fe ≤ 2, Ti・Cr ≤ 3, V・Zr・Mo ≤ 4, Nb ≤ 5, Co・Ni ≤ 6, Cu ≤ 10 mg/ml 程度までは干渉は無視することができ、それ以上では Cr のみか正誤差を、その他の元素は負の誤差を示すことが分った。従って Cr を塩化クロミルとして除き、Fe 含有量別の検量線を作成することにより、大部分の高合金鋼の定量ができることが分った。本法により Ni ≤ 74% のニッケル基合金、Cr ≤ 22% のクロム鋼及び Mn ≤ 9% の高マンガン鋼中の微量鉛を定量した結果、ジチゾン抽出吸光光度法による値とよく一致し、実用化可能であることを確認した。

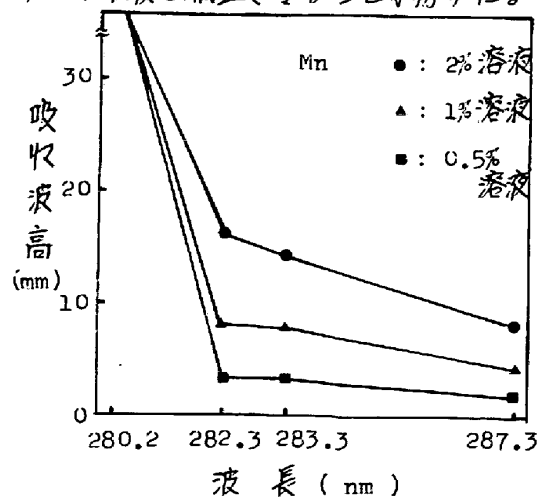


図 1. Mn によるバックグラウンド吸収

文献 1) G. Mayer, C.A. Clark: The Metallurgist and Materials Technologist, November 1974, 491