

川崎製鉄技術研究所 合田明弘, ○森山和子, 針間矢宣一

1. 緒 言

フレイムレス原子吸光法は、固体試料を直接原子化させて測定できるという特長を有する。このことが活用できれば、試料の前処理が不要となるため試薬などによる汚染が避けられ、干渉などの影響も軽減できるうえ、微量試料で高感度な迅速分析が期待できる。そこで黒鉛炉原子化装置を用い、固体試料を直接原子化させて鉄鋼中の微量ビスマスを定量する方法を検討し、定量方法を確立したのでその結果について報告する。

2. 実験方法

装置はパーキン・エルマー社製 503 型 原子吸光分光光度計と HGA-2100 型 黒鉛炉を組合せたものを用いた。原子化炉は内径 5.5 mm, 長さ 28 mm の黒鉛管でその内外部はアルゴン雰囲気につた。試料は黒鉛管上部の小孔から導入して原子化させ、306.8 nm の分析線で測定した。なお、測定に際しては重水素ランプを用いてバックグラウンドを補正し、吸光シグナルはすべてデジタルインテグレータ (東京科学製 RD-202 型) による積分値 (ピーク面積値) を採用した。

3. 実験結果および考察

固体試料を直接原子化させる場合、溶液に準じた通常の測定方式では精度が著しく悪く実用化することはできなかった。しかし、黒鉛管上部の小孔を直径 4 mm まで拡大し、管内の一定位置に試料を導入できるよう工夫した試料導入器を用いることにより、また吸光シグナルに積分値を採用することによつて実用可能な精度にまで改善することができた。原子化温度 2000℃, 原子化時間 13.0 秒 の条件で測定したビスマスの検量線の一例を図-1 に示した。A はビスマス標準溶液 (0.5 N 硫酸酸性) による検量線, B は鋼試料 (BCS 329, 低炭素鋼) の採取量を変えて作成した固体試料による検量線で、両者は良好な直線性を示し、互いに良く一致した。標準溶液による検量線を用いて種々の鋼種を直接定量した結果を表-1 に示したが、他の方法による定量結果とも良く一致した。試料の採取量を 0.5 ~ 20 mg の間で変化させても定量値にはほとんど影響せず、また鉄などの共存元素による影響も認められなかった。ビスマスに関しては上記の測定条件による限り、固体試料の定量に際しても標準溶液による検量線を用いて標準化できることが判明した。本法によれば、鉄鋼中 0.01 ~ 25 ppm のビスマスを、ひょう量から測定まで 1 試料約 5 分 (連続 3 回測定の場合) で直接定量することができた。

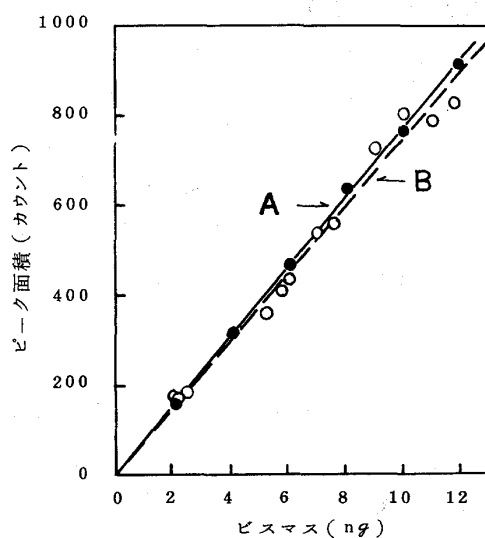


図-1 ビスマスの検量線

A ●—● ビスマス標準溶液
B ○—○ 固体試料 (BCS 329, 低炭素鋼, Bi 含有率 23.5 ppm)

表-1 鉄鋼中ビスマスの定量結果 (ppm)

試 料	本 法	他の原子吸光法		
		A	B	C
NBS 361 低合金鋼	5.64	5.6	—	—
BCS 325 低炭素鋼	0.31	0.39	0.35*	<1*
BCS 329 "	22.95	23, 23*	26*	22*
JSS 652-6 ステンレス鋼	0.05	—	—	—
BCS 341 "	0.06	—	0.05*	—

A ; 炭素炉原子化法 (溶液試料)

B ; 誘導加熱炉原子化法 (固体試料)

C ; 還元気化フレイム法

*印は文献値