

(367) 水素化ホウ素ナトリウム還元気化法ならびに濃厚試料溶液インジェクション法を用いる原子吸光分析法による鉄鋼中の微量のAs、SnおよびAlの定量

神戸製鋼所 中央研究所 成田貴一 谷口政行

太田法明 ○松原一夫

1. 緒言

還元気化法およびインジェクション法はいずれも従来の原子吸光法に付加価値を与えて微量分析を可能とすることを目的とする方法である。前者は1960年代の後半より近年に至るまで、多くの研究者たちが検討、改良を加えてきた方法であり、目的元素を適当な還元剤で水素化物に還元後、アルゴン-水素炎中に導入して原子化する高感度定量法である。初期において亜鉛末錠剤と塩化第一すずを還元剤に用いたAs, Seの定量法が研究されていたが、還元剤として水素化ほう素ナトリウムが開発されて以来As, Seばかりでなく多くの元素の定量法が検討されている。そこで本報では、まずこの方法の鉄鋼分析への適用を試みAs, Snの定量法を確立した。いっぽう、インジェクション法は濃厚試料溶液をマイクロシリンジで直接注入する高感度法であるが、P. Hopkins¹⁾らが検討して以来、あまり検討されていない。そこで本報では参考のためこの方法についてもAlなどを対象として検討してみた。

2. 装置

原子吸光装置はAA-8500型(日本ジャーレラッシュ社製)を用いた。また還元気化法に用いた水素化物発生装置は図1のものをいい、いっぽうインジェクション法では図2の試料溶液注入器具を用いた。

3. 分析方法

還元気化法; 試料をはかりとり、硝酸と過塩素酸で分解し、白煙を発生させた後、水で100mlに希釈する。この液から10mlを反応槽に分取し、塩酸およびよう化カリウム-アスコルビン酸混液を加え5分間以上保持する。水素化ほう素ナトリウムを添加して発生した水素化物を水素-アルゴン炎中に導入し原子吸光測定する。

インジェクション法; 試料6gを塩酸と硝酸で加熱分解し、冷却後ろ過する。残さ処理したのち水で融解物を溶解し、主液に洗い移して水で100mlに希釈する。この溶液200 μ lをフレーム中に注入して測定する。

4. 実験結果

還元気化法; (1)検量線の一例を図3に示す。(2)共存イオンの影響はCu, Ni, Coが大であるが、アスコルビン酸混液による予備還元で減少させた。(3)Zn-SnCl₂還元法に比べて水素化ほう素ナトリウム還元の方が、再現性、作業性で優れている。(4)実際試料の定量結果を表1に示す。インジェクション法; (1)Alの検量線の一例を図4に示す。(2)2, 3の実試料におけるAlの定量結果とその精度を表2に示す。

1) JIS ISO/TC17/SC1 国際会議 日本代表団へ予資料No.28(ISO S740 P47)

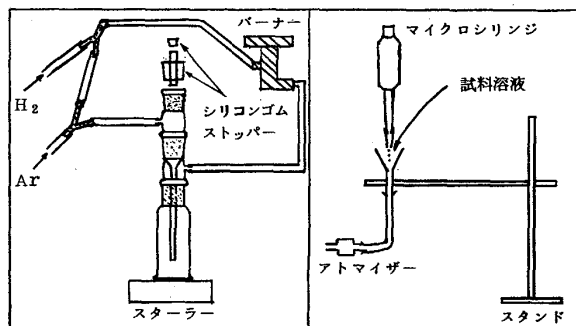


図1 水素化物発生装置

図2 試料溶液注入器具

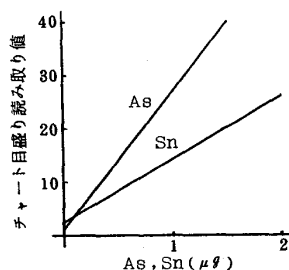


図3 As, Snの検量線

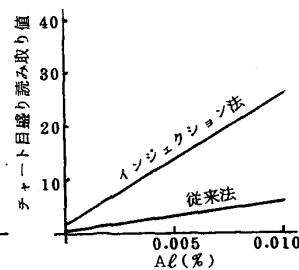


図4 Alの検量線

表1 還元気化法によるAs, Snの定量結果

		標示値(%)	定量値(%)
NBS365	As	0.0002	0.0002, 0.0003
	Sn	0.0002	0.0002, 0.0002
JSS480-4	As	0.002	0.0019, 0.0018
	Sn	0.003	0.0013, 0.0014

表2 インジェクション法によるAlの定量結果

	標示値(%)	定量結果(%)
JSS159-2	0.008	0.0085 ± 0.0004
JSS161-2	0.004	0.0038 ± 0.0002