

(285)

原子吸光分析法による鉄中のMoおよびWの定量方法

京都大学大学院

上島良之, 宮川昌治

京都大学工学部

○一瀬英爾, 盛利貞

1. 緒言

原子吸光分析法による鉄鋼中のMoの定量法は、JISにより3wt% Mo以下の含有量で定められている。¹⁾一方、鉄鋼中のWの定量法は、JISでは重量法、吸光度法等が定められているが、^{2), 3)} 原子吸光分析による定量法は規定されておらず、これに関する報告は極くわずかである。⁴⁾ 本研究の目的は、よりMo濃度の高い鉄合金について明確にMoの定量条件を定めること、および原子吸光分析による鉄中のWの定量法を確立することである。

2. 実験方法

用いた装置は、日本ジャーレルアッシュ社製AA-780型である。フレームは、Mo, W分析とともにC₂H₂-N₂Oである。Moは、王水と過温素酸で加熱分解し、Wは、混酸(硫酸:磷酸:王水=1:1:3)と硝酸により加熱分解した。これに、共存元素であるFe、および干渉防止剤としてAlを添加調製した試験液を用いて吸光度を測定し、分析条件を決定した。

3. 実験結果

(1) 感度が高く、1イオの低いフレームの燃焼条件としてTable 1の結果を得た。以下、この条件で測定を行なった。

(2) Moの吸光度に対するFeの干渉とAlの干渉防止効果をFig. 1に示す。Alを600μg/ml以上添加すると、Fe濃度が30μg/ml以上で、Feの干渉一定に抑制されることがわかった。また、検量線の直線性は、Mo濃度50μg/mlまで良好であった。そこでAl濃度を1200μg/ml、Fe濃度を50μg/mlに調整して、合金試料中のMoを定量した。一例として、鉄鋼標準試料フェロモリヤテン中のMoの分析結果を、Table 2に示す。これより、十分良好な精度で高Mo濃度まで定量できることを確認した。

(3) Wの吸光度に対するFeの干渉とAlの干渉防止効果をFig. 2に示す。Alを200μg/ml以上添加すると、Feの干渉は殆ど抑制できることがわかった。検量線の直線性は、W濃度120μg/mlまで良好であった。そこで、Al濃度を300μg/ml、Fe濃度を500μg/mlに調整して合金試料中のWを定量した。一例として鉄鋼標準試料高速度鋼中のWの分析結果をTable 2に示す。これより、Moと同様、Alの添加とFe濃度の調整により鉄中のWを高精度で定量できることを、明らかとなつた。

文献

- 1) JIS G 1257-1975
- 2) JIS G 1220-1980
- 3) JIS G 1316-1970

4) R. C. Rooney et al.; Analyst 97 (1972) 400.

Table 1. Gas flow of C₂H₂ and N₂O. (l/min.)

Element	C ₂ H ₂	N ₂ O
Mo	5.5	7.2
W	5.0	6.0

Table 2. Determination of molybdenum or tungsten of standard samples.

Sample	Element	Standard (wt%)	This study (wt%)	R	n
Ferrromolybdenum	Mo	43.84	43.88	0.93	5
High speed steel	W	19.40	19.33	0.20	8

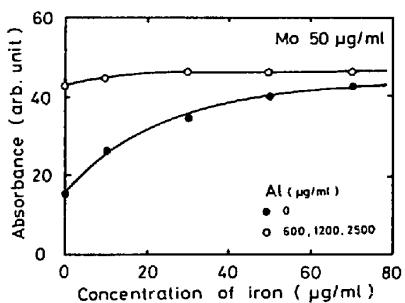


Fig. 1 Interference of iron and effect of aluminum on molybdenum absorption.

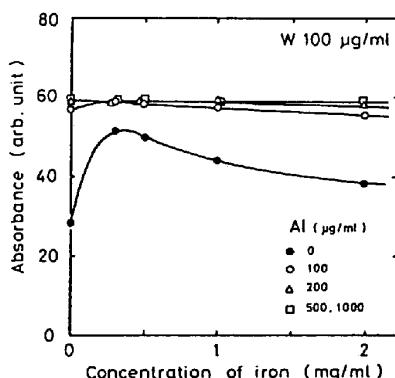


Fig. 2 Interference of iron and effect of aluminum on tungsten absorption.