

2-5 金属素材の原子吸光分析

田 中 耕 治

1. はじめに

金属素材の原子吸光分析法には、鉄及び鋼の原子吸光分析方法（JISG-1257）、銅及び銅合金の原子吸光分析方法（JISH-1291）、アルミニウム及びアルミニウム合金の原子吸光分析方法（JISH-1306）があり、他元素からの放射線干渉、化学的結合からの化学的干渉がすくないので、かなり広範囲な定量測定に應用されている。特に鉄及び鋼の原子吸光分析は、多成分（表-1）

の分析が可能で、しかも他の分析法に比して迅速性も持ちそなえている。このため通常の試験研究等の分析に使用されている。しかしながら欠点として現状では、真空紫外領域に共鳴線をもつ元素、たとえば炭素、リン、イオウなどの測定はできない。

今回は鉄鋼材料における原子吸光分析について、モリブデン、マンガン分析の実験考察を行ったので報告する。

表-1

成 分	定量分析	定量範囲%	使用するフレーム	波 長
け い 素	直 接 法	0.03 ~ 0.5	亜酸化窒素-アセチレン	251.6 ^{nm}
マ ン ガ ン	直 接 法	0.1 ~ 2.0	空気-アセチレン	279.5
ニ ッ ケ ル	直 接 法	0.01 ~ 2.0	空気-アセチレン	232.0
ク ロ ム	直 接 法	0.01 ~ 2.0	亜酸化窒素-アセチレン	357.9
モ リ ブ デ ン	直 接 法	0.001 ~ 3.0	亜酸化窒素-アセチレン	313.3
銅	直 接 法	0.01 ~ 0.5	空気-アセチレン	324.7
バ ナ ジ ウ ム	直 接 法	0.005 ~ 3.5	亜酸化窒素-アセチレン	318.4
コ バ ル ト	直 接 法	0.01 ~ 0.5	空気-アセチレン	240.7
チ タ ン	直 接 法	0.01 ~ 0.5	亜酸化窒素-アセチレン	364.3
ア ル ミ ニ ウ ム	直 接 法	0.005 ~ 0.1	亜酸化窒素-アセチレン	309.3
す ず	直 接 法	0.01 ~ 0.1	亜酸化窒素-アセチレン	284.0
鉛	直 接 法	0.01 ~ 0.3	空気-アセチレン	283.3
	鉄分離増感法	0.001 ~ 0.01	空気-アセチレン	283.3
マ グ ネ シ ウ ム	直 接 法	0.01 ~ 0.1	空気-アセチレン	285.2
カ ル シ ウ ム	直 接 法	0.002 ~ 0.01	亜酸化窒素-アセチレン	422.7
亜 鉛	直 接 法	0.001 ~ 0.02	空気-アセチレン	213.9
ビ ス マ ス	直 接 法	0.003 ~ 0.1	空気-アセチレン	223.1
	鉄分離増感法	0.001 ~ 0.005	空気-アセチレン	223.1
ア ン チ モ ン	直 接 法	0.005 ~ 0.05	空気-アセチレン	217.6

2. 実験結果および考察

2-1 モリブデン測定

鉄及び鋼中のモリブデン測定は、亜酸化窒素—アセチレンフレイムを用いると測定が可能であるが、使用するガスの毒性や、ワンスロットバーナーの目づまりが著しいために多燃料空気—アセチレンフレイムによる測定を検討してみた。

モリブデンの0.8N—塩酸酸性標準液を用意し、各条件を統一しアセチレン流量を変化させ感度の変化を測定した。装置は日立208型で、測定条件は下記の通りとした。

項 目	条 件
分 析 線	3 1 3 3 A
ス リ ッ ト 巾	EN 0.18 mm EX 0.18 mm
光 源 ラ ン プ	15 mA
光の透過回数	2回(200 mm)
可 燃 ガ ス	アセチレン 0.5 kg/cm ³
助 燃 ガ ス	空 気 1.8 kg/cm ³ 14 l/min
溶 媒	水

通常測定のアセチレン流量3.5 l/minでは検出が困難であり以下流量の増加とともに感度が上昇したが、機器の最大流量5.0 l/minからはブランクがやや不安定となり、5.5 l/minでは測定困難となった。(表-2)

表-2

燃料流量 (l/min)	感 度 (1%吸光)	備 考
3.5	—	通常使用流量検出されず
4.0	7 6.9 2	
4.5	2.1 9	
5.0	0.5 8	ブランクがやや不安定
5.5	—	ブランクが不安定 測定困難

上記条件に燃料流量4.2 l/minとして、既知試料の分析を行ってみた。試料は日本鉄鋼協会の2点で、それぞれモリブデン—2.46%、0.17%を含有している。王水分解後、過塩素酸の白煙処理ののちろ過してろ液を得た。干渉防止剤として塩化アルミニウム溶液を10 ml加えて、水で100 mlに定容後、測定を行い近似値を得ることができる。

2-2 マンガン測定

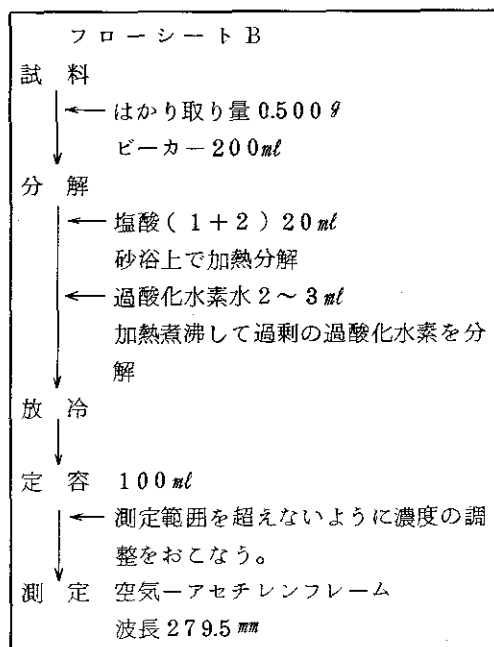
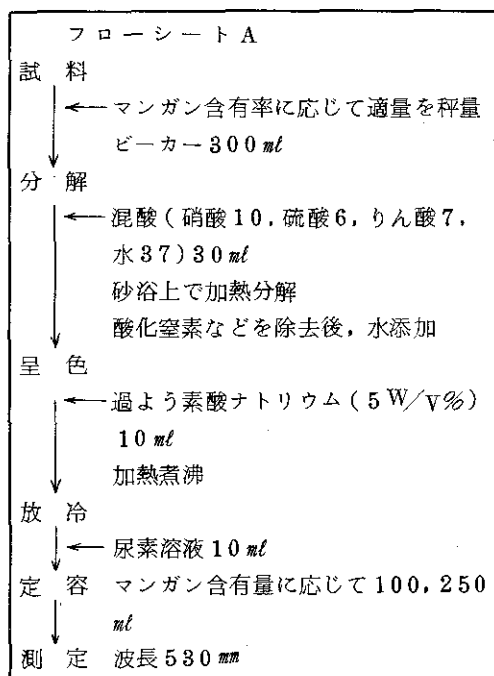
鉄鋼中のマンガン測定としては、過硫酸アンモニウム酸化過マンガン酸カリウム滴定法と過よう素酸ナトリウム酸化吸光光度法の2法が記載されている。このうち使用頻度の高い比色吸光光度法と原子吸光法によるマンガン測定の比較検討を行った。

過よう素酸ナトリウム酸化吸光光度法のフローシートを下記に示した。(フローシートA)本法においては、試料と組成が類似したマンガン含有既知の標準試料(表-3)をフローシートに従っ

表-3

	C %	S %	Si %	P %	Mn %	Cu %	Ni %	Cr %	Mo %
155-4 検量線用	0.37	0.024	0.50	0.021	0.27	0.30	0.039	3.08	0.39
461-2 硬鋼線材	0.81	0.014	0.19	0.026	0.79	0.060	0.028	0.043	0.008
517-2 合金鋼	0.19	0.012	0.27	0.013	1.07	0.072	2.97	1.53	0.52

て試料と同処理し検量線の作成を行った。他元素の有色イオンによる吸光度が、波長530mm付近で無視出来るかどうかは、呈色液に亜硝酸ナトリウム溶液1〜4滴を加えて過マンガン酸の赤紫色を消した後、同条件で吸光度を測定してきめた。



また原子吸光法は、フローシートに従い1〜20 ppm の範囲に濃度を調整して測定を行なった。(フローシートB)

試料はSS母材3点と溶着金属6点を使用した。測定結果は表-4の通りであった。

表-4

試料	(i)原子吸光測定%	(ii)比色吸光測定%
No.1 (SS母材)	0.33(8)	0.34(7)
No.2 (")	0.77(6)	0.80(8)
No.3 (")	0.54(4)	0.52(3)
No.4 (溶着金属)	1.15(1)	1.14(7)
No.5 (")	1.47(2)	1.40(6)
No.6 (")	1.23(2)	1.30(5)
No.7 (")	1.05(3)	1.07(2)
No.8 (")	1.26(8)	1.28(2)
No.9 (")	1.13(4)	1.19(6)

3. あとがき

原子吸光分析法は、溶媒抽出法、イオン交換樹脂分離などの分離濃縮技術と併用されてさまざまな分野で活用されている。現在金属素材のほかにも、メッキ液の分析、廃水の分析、水質分析等に利用されている。標準添加法や干渉剤添加により他元素からの干渉除去等の多くの問題点があるのでさらに検討を加えていきたい。

参考文献 JIS G-1257

原子吸光分光分析
南江堂