

黒鉛炉原子吸光法による微量成分分析 Measurement of Trace Elements by Graphite Furnace AAS 低合金鋼中のバナジウム，コバルト，銅の定量 Quantitation of Vanadium, Cobalt and Copper in Steel

鉄鋼中に含まれる成分の分析は、日本工業規格 JIS G1257鉄および鋼の原子吸光分析法で、17成分がとりあげられています。これらの分析方法は、フレームを用いる原子吸光法で、微量成分の分析は難しい。そこで、フレーム原子吸光法に比べて、10～100倍感度が高いため原子吸光分析法の中で大きなウエイトを占めつつある黒鉛炉原子吸光法を、鉄鋼中の微量成分の分析に適用してみました。分析に用いた試料は島津発光分析用標準試料で、フレーム法では定量下限に近い濃度のバナジウム、銅、コバルトを分析しました。

分析操作

Pretreatment and Analytical Conditions

試料0.5gに塩酸(1+1)15mLを加えて加熱分解し、これに過酸化水素5mLを加えて鉄を酸化したのち、水で50mLとして試料原液とし、検量線の濃度範囲になるように希釈して分析試料としました。

測定は検量線法で行いました。この場合、共存する鉄が100ppm以下であれば干渉はありませんが、コバルト、バナジウムの測定では鉄濃度が100ppmを越えるため、標準試料に鉄を添加しました。

分析値は検量線より自動計算された値を、原子吸光分光光度計AA-680Gに内蔵されている最終濃度計算プログラムにより、鋼中の濃度に計算しました。なお分析に用いた低合金鋼標準試料中の測定成分濃度はST02-1 (Cu 0.070, Co 0.018%)、ST04-1 (Cu 0.10, Co 0.054%)、ST03-1 (V 0.019%)で、黒鉛炉原子吸光法による分析値は、これらの値と良い一致を示しました。

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Element	V	Co	Cu
Analytical line (nm)	314.8	240.7	324.8
GFA Conditions			
Step 1	100°C - 20sec R	100°C - 20sec R	100°C - 20sec R
Step 2	900°C - 20sec S	500°C - 20sec S	500°C - 20sec S
Step 3	2700°C - 5 sec S	2400°C - 4 sec S	2400°C - 4 sec S
Step 4	2900°C - 2 sec S Pyro-Coated graphite tube	High density graphite tube	High density graphite tube
Sample volume (μl)	10	10	10

バナジウムの測定

Determination of Vanadium

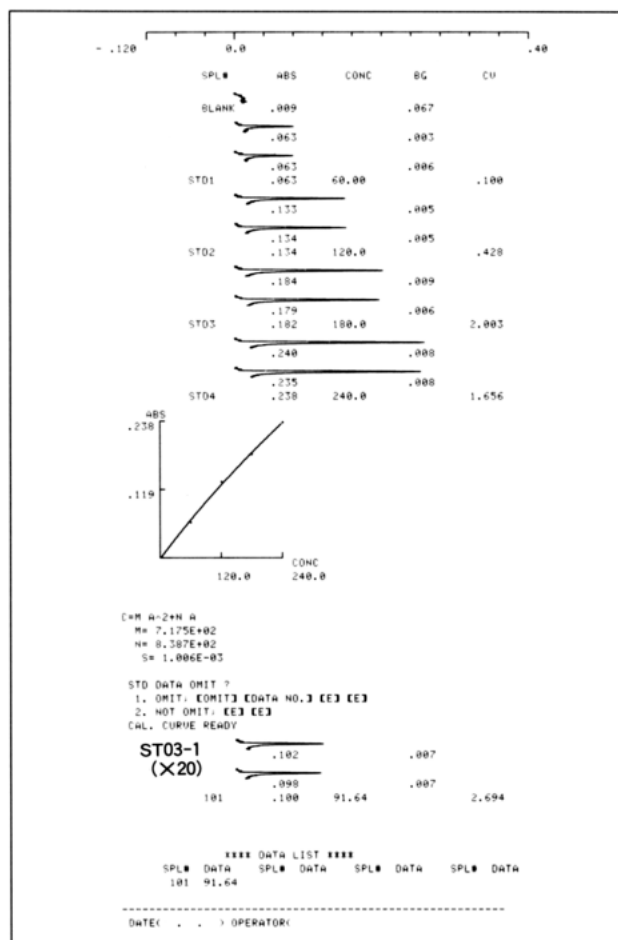


Fig.1 バナジウムの測定例
Measurement of Vanadium

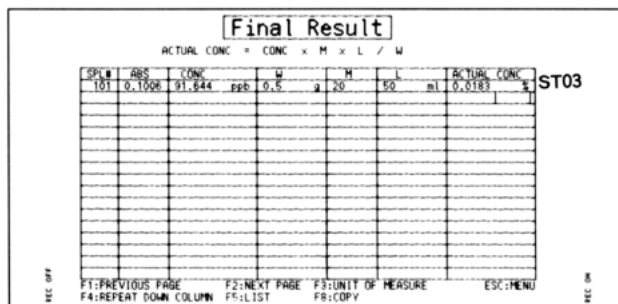


Fig.2 バナジウムの最終濃度計算
Final Result for Vanadium

コバルトの測定 Determination of Cobalt

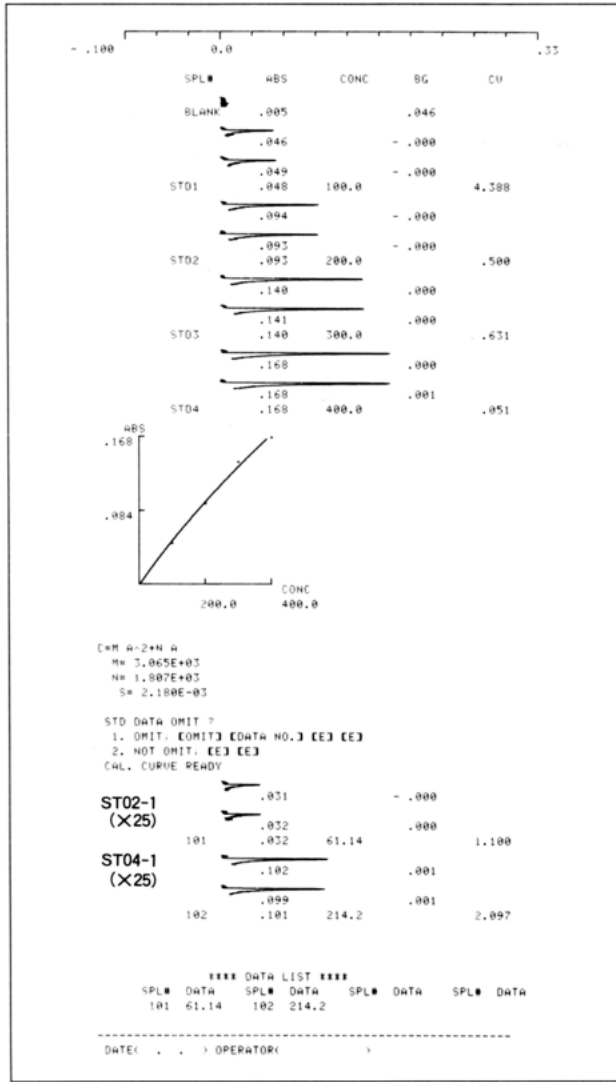


Fig.3 コバルトの測定例
Measurement of Cobalt

銅の測定 Determination of Copper

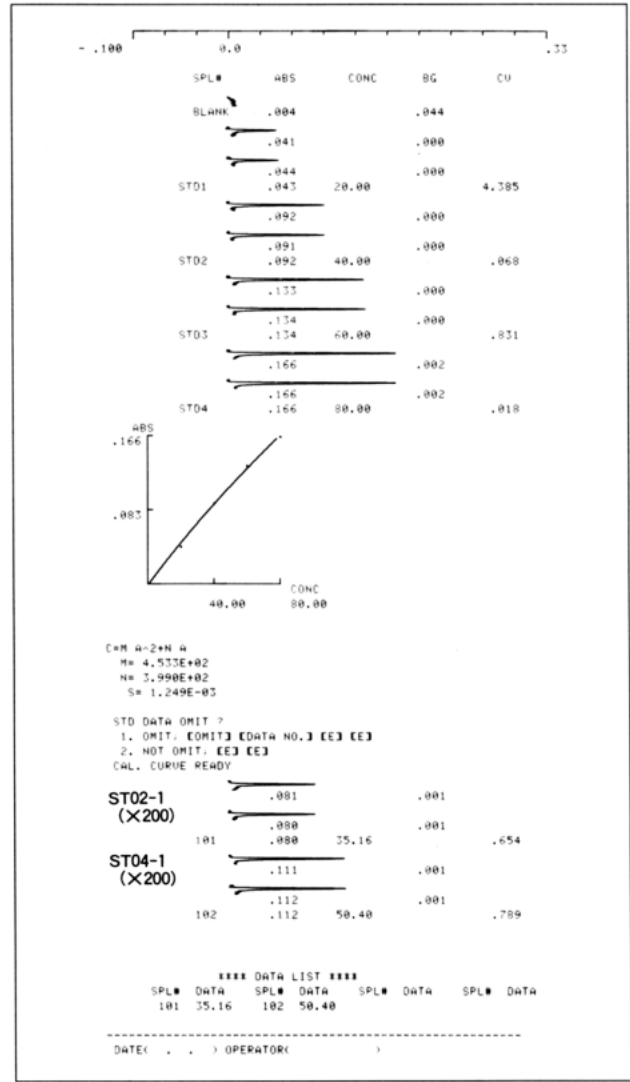


Fig.5 銅の測定例
Measurement of Copper

Final Result										
ACTUAL CONC = CONC x M x L / W										
SPL#	ABS	CONC	W	M	L	ACTUAL CONC				
101	0.0807	35.164	ppb	0.5	μ	200	50	ml	0.0703	ST02
102	0.1120	58.408	ppb	0.5	μ	200	50	ml	0.1008	ST04

Fig.4 コバルトの最終濃度計算
Final Result for Cobalt

Final Result										
ACTUAL CONC = CONC x M x L / W										
SPL#	ABS	CONC	W	M	L	ACTUAL CONC				
101	0.0820	61.143	ppb	0.5	μ	25	50	ml	0.0816	ST02
102	0.1011	214.22	ppb	0.5	μ	25	50	ml	0.0838	ST04

Fig.6 銅の最終濃度計算
Final Result for Copper