

## (219) ペレット試料による定量発光分光分析

(ダイレクトリーターによる鉄鋼分析-V)

特殊製鋼(株) 津金不二夫 沢井富美雄 O寺岡英喜

1. 緒言 光電測光式分光分析法による適用試料は一定の大きさ、厚さを必要とするため、切粉、薄板、小片試料などについては湿式化学分析によらざるをえない。このような分光分析の試料形状による欠点を補い、適用範囲を拡げるためにペレット試料による分析法を検討し、その実用性を確認した。

2. 方法 切削試料を白金ルツボ中で少量の酸( $\text{HNO}_3(1+3)$ )に溶解、赤外線ランプで蒸発、乾固後  $1000^\circ\text{C}$  で灼熱して酸化物とする。この粉末残渣を黒鉛で稀釈、混合後、ブリケットマシンを用いてペレットに成形し、通常の固体試料と同様な条件で分光分析を行なう。

3. 結果 炭素鋼、合金鋼などの Si, Mn, Ni, Cr, Mo, Cu, につきぎの項目の検討を行なった。

1) 試料調整 ペレット試料の裏表について2回の繰返し分析を行なった結果、測定値に差は認められず、均一性は良好であったが、各ペレットの厚さを変えた場合の測定値の変化は図1のごとく Si, Cr, Cu 等の元素が変動するため、定量分析にはペレットの厚さを一定にする必要がある。しかし、ペレット重量と厚さの間には直線的関係があり、ペレット成形前の重量を一定にすれば、厚さも一定にすることが可能となった。また、残渣と黒鉛との混合割合を変化させた場合、測定値に対する影響はほとんど認められなかった。

2) 精度および正確度 含有量既知の合金鋼( $n=30$ )を用い、ペレット試料の2回繰返し精度を求めた結果、平面試料の精度とほとんど異なり、再現性は良好であった。また、ペレット試料の検量線の勾配は、灼熱時に昇華する Mo を除き、平面試料の勾配とまったく一致して、Mo も若干勾配は変っているが、分析上とくに問題はなかった。正確度については標準試料を用いて検量線からのバラつきを求めた結果、とくに問題となる元素もなく、日常分析への実用性が確認された。一例として Cr の検量線を図2に示す。

3) 特殊微量元素の分析 B. C. S. 標準試料(微量元素シリーズ)を用いて、分析精度、正確度、適用範囲について検討した結果、Ni, Cr, Mo, Cu, V, Al, Ti, Zr, Nb, W, Sn, Co の12元素について良好な結果が得られ、ほぼ満足すべき定量範囲は表1のごとくである。

以上、ペレット分析法は試料形状による分光分析の適用範囲を拡げるとともに、化学分析では困難な特殊微量元素も迅速簡易に分析でき、その有効性が確かめられた。

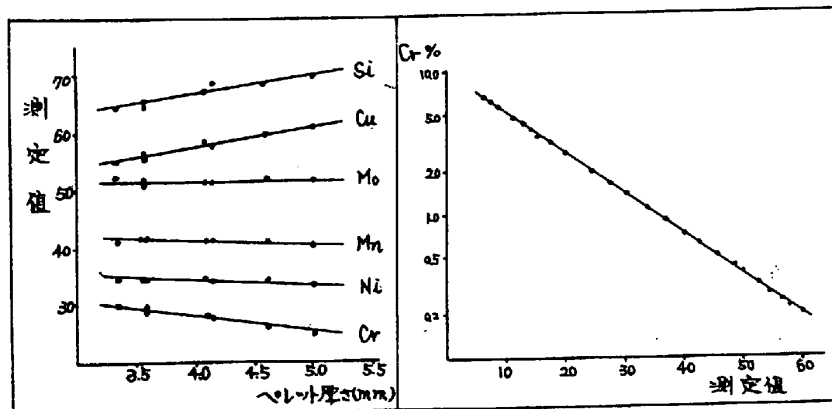


図1 ペレット厚さと測定値の変化

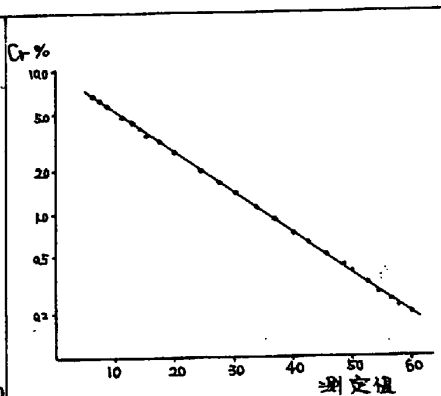


図2 ペレット試料によるCrの検量線

表1. 微量元素の定量範囲(B.C.S. 試料)

元素	定量範囲	元素	定量範囲
Ni	0.015~0.235%	Zr	0.005~0.045%
Cr	0.025~0.185	Mo	0.01~0.190
Al	0.008~0.068	Co	0.012~0.250
V	0.01~0.105	Cu	0.010~0.205
Nb	0.0055~0.110	W	0.01~0.28
Sr	0.005~0.110	Ti	0.005~0.095