

川崎製鉄 水島製鉄所 工博 速藤秀秀・中原終紀
 島津製作所 今井 寛 相原 亘 大森良久

1. 緒言

Fasselら¹⁾により開発されたICP (Inductively Coupled Plasma) は発光分析法を用いた溶液分析に多くの可能性を有している。この方法は広い濃度範囲での直線性、多元素の同時定量という点で原子吸光法より有利であると同時に、その検出感度においても原子吸光と同等かそれ以上である。

ここではICPのrefractory elementsの検出感度が高いことに着目し、特に鉄鋼中の酸可溶性AlおよびCe, Laの定量を検討した。

2. 実験および考察

(1) 装置 概略を図1に示す。プラズマは高周波発生装置から高周波エネルギーを発生させ、誘導コイルにより磁場を形成し、この磁場中にArガスを送り込むことにより形成される。試料溶液はネブライザーによりプラズマ中に導入され、7000°K以上の高温で励起される。

(2) 測定条件 表1に示す。

(3) 鉄および酸の干渉 表1の分析線ではFe 10 mg/mlまでの干渉はほとんど認められなかった。酸の干渉はプラズマの状態およびその位置によって異なるが、干渉の傾向は各酸とも一様で、HCl, HNO₃, HClO₄, H₂SO₄, H₃PO₄の0.7~1.5Nの濃度範囲ではintensityの差もほとんど無視できる。

(4) 定量操作 AlとCe, Laはそれぞれ別に処理して測定溶液とした。酸可溶性Al: 試料1gをHCl(1+1) 20mlおよびHNO₃ 5mlで加熱分解する。ろ紙(5種C)でろ過後正確に200mlにうすめて測定する。

Ce, La: 試料1gをH₂SO₄(1+4) 40mlおよびHNO₃ 5mlで加熱分解する。ろ紙(5種A)でろ過後正確に200mlにうすめて測定する。

検量線用混合溶液はAlあるいはCe, La不含有の純鉄を試料と同様に処理し、各標準溶液を段階的に添加した後正確に200mlとした。

(5) 定量結果 表2, 3に実際試料の定量結果を示す。測定精度は例えばAl 0.002%でC.V 3.5%, Ce 0.006%で5.8%, La 0.005%で1.2%の値を得た。Alについては精度、正確さについて一応満足できる結果を得るとともに定量下限は0.001%

が期待できる。Ce, Laの定量性は現状でも良好な結果を得ているが、更に微量域の精度向上のための検討が必要と考える。

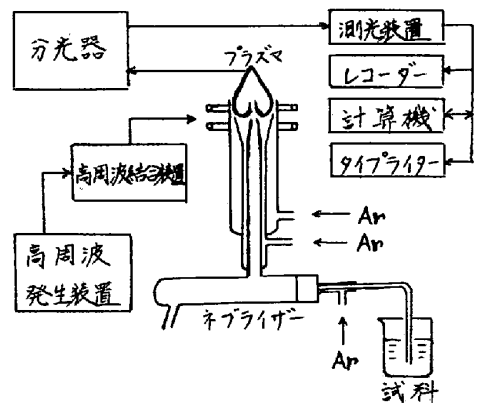


図1. 装置

表1. 測定条件

分光器	1.7m エバート型
発光部(ICP)	27MHz, 1.6KW
積分時間	20 sec
Ar 流量	12 l/min
試料量	3 ml/min
分析線	Al 396.1nm
	Ce 413.8nm
	La 398.8nm

表2. 酸可溶性Al定量結果(%)

試料	標準値	定量値
JSS 168-2	0.047*	0.048 0.048
JSS 172-2	0.014*	0.014 0.013
NBS 65d	0.050*	0.051 0.052
KSS 114	0.007	0.008 0.008
KSS 37	0.036	0.037 0.036
KSS 24	0.002	0.0016 0.0018

* 原子吸光定量値

表3. Ce, La 定量結果(%)

試料	標準値 (金布土類)	Ce 定量値	La 定量値
KSS 37	0.014	0.006 0.007	0.004 0.004
KSS 38	0.037	0.018 0.019	0.009 0.008
実際試料	0.044	0.021 0.020	0.015 0.015

文献 1) Velmer A. Fassel, Richard N. Kniseley: Anal. Chem., 46 (1974) 1110A