

(475)

ICPの鉄鉱石分析への適用

川崎製鉄(株) 水島製鉄所 工博 遠藤芳秀 ○坂尾則隆
滝沢佳郎 神藤忠良

1. 緒言 高周波誘導結合プラズマ・発光分光分析法 (ICP) による鉄鋼および原材料分析への適用領域の拡大を目的とし、著者らは先に基礎実験と鉄鋼への適用例^{1), 2)}を報告した。この報告においてICPは試料溶液が炎中に円滑に導入されるため、測定値のバラツキが少く、操作が簡易であり、実用鋼の成分およびその濃度範囲においてはC, Sを除くすべての元素が定量でき、しかも多元素が迅速に精度よく同時定量できるので、鉄鋼の溶液分析法として、原子吸光と発光分光分析法との特徴を具備した極めて将来性のある有力な分析法であることを述べた。今回はそれらの基礎実験とその後に得られた知見をもとに鉄鉱石分析への適用について実験したので報告する。

2. 装置 JARRELL ASH 製 Plasma Atom Comp. 96-975型を用いた。

3. 実験結果および考察 (1)分析精度はほとんどの元素について 10^{-4} % オーダまでの検出ができ、直線域のダイナミックレンジも広く、濃度に応じた分液、試料量の変更が不要である。しかし極微量域を対象とするときは図1に示す例のようにバックグラウンドの影響を受けるのでバックグラウンドの補正の必要がある。またICPは発光現象を用いるため共存元素の近接線の影響を受けやすく、その度合いが大きい場合は相対的に定量値の信頼性が乏しくなる。(2)鉄鉱石は融解剤に無水炭酸ナトリウム-無水ほう酸ナトリウム各0.5g等量混合剤を用いたところ試料の分解も完全であり迅速であった。融解後HNO₃に溶解すれば、けい酸のゲル化の懸念もなく表1に示すように約16%のSiO₂でも十分定量でき、精度も表2に示すように現行JIS化学分析法あるいはガラスビード・蛍光X線法に比し遜色のない結果が得られた。またこの方法は溶液で標準化できるので正確性がある。表2 分析精度の対比 (n=5, %)

成分	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	TiO ₂	Mn	P
\bar{x}	5.24	2.13	1.05	0.68	2.03	1.95	0.038
ICP σ	0.041	0.041	0.025	0.011	0.004	0.002	0.0012
ガラスビード法 σ	0.062	0.063	0.028	0.020	0.006	0.006	0.0011
化学分析 [※] σ	0.045	0.040	0.030	0.020	0.005	0.008	0.0020

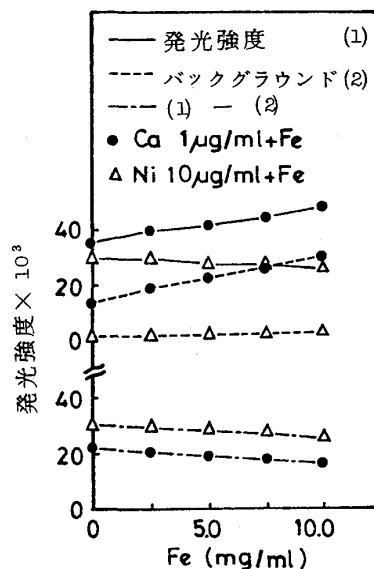


図1 Feの影響(例)

表1 鉄鉱石定量結果の一例

※ JIS M 8202 (1971) により算出した。

(%)

試料		SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	TiO ₂	Mn	P	Cu	Zn	V	As
JSS800-2 ロンビン	標準値	2.61	2.01	0.02	0.22	0.09	0.22	0.042	0.064	0.101	0.006	0.033
	ICP	2.63	1.97	0.03	0.22	0.09	0.22	0.042	0.066	0.103	0.005	0.033
		2.65	2.00	0.03	0.22	0.08	0.22	0.042	0.065	0.102	0.005	0.033
※ KSS 601 茂山	標準値	1.665	0.58	0.68	0.51	0.07	0.03	0.040	0.001	0.004	0.002	0.001
	ICP	1.657	0.56	0.73	0.53	0.08	0.03	0.040	0.001	0.005	0.002	0.001
		1.659	0.59	0.68	0.52	0.07	0.03	0.039	0.001	0.004	0.002	0.001
KSS 605 ロメラル	標準値	4.70	0.72	1.71	1.15	0.36	0.05	0.132	0.006	0.002	0.55	0.001
	ICP	4.78	0.70	1.76	1.13	0.37	0.05	0.130	0.006	0.002	0.55	0.001
		4.74	0.72	1.71	1.15	0.35	0.05	0.128	0.007	0.002	0.55	0.001

※川崎製鉄(株) 社内標準試料

4. 参考文献 1) 遠藤ほか: 鉄と鋼 64 (1978) 6. P 797 2) 遠藤ほか: A & R 17 (1979) 3. P 105