

(334) 誘導結合高周波プラズマによる鉄鋼試料の 発光分光分析

新日本製鐵基礎研究所 ○田中 勇
黒沢 文夫, 佐藤 公隆, 大槻 孝

1. 緒言

誘導結合高周波プラズマ (ICP) を光源とする発光分光分析法を鉄鋼試料へ適用することを目的として, すでに分析関与因子を詳細に検討しそれぞれの最適条件を明らかにするとともに, 鋼中主要元素の検出限界を求めフレイム原子吸光分析法と比較してもまさるとも劣らない性能を有することを確かめた¹⁾。今回は, その結果をもとに低合金鋼試料と鋼中析出物抽出分離残さの分析への適用を試みた。

2. 実験

低合金鋼試料としては, 日本鉄鋼協会, NBS, BASの合せて35種の標準試料を用い, また高合金鋼の中でもNb, Ti, Mo, Vなどを含む複雑な系について析出物を抽出し分析を行った。

3. 結果

(1) 低合金鋼試料の分析結果は表1に示すようになり, 正確さ(σ_d)は0.0008~0.0065%でいずれも精度のよい分析が可能である。なお, 分析後のトーチ内部の洗浄は, 水では適当でなく希塩酸を用いるのがよく, またNa塩で融解処理した試料を分析する場合はNaがプラズマ炎中にFeよりも長く滞留するので注意が必要である。

表 1 低合金鋼試料の分析結果 (Wt%)

	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Cu	V	Co	Ti	Al	Sn	As
Analytical range												
Upper	0.63	1.50	2.29	1.16	1.33	0.30	0.43	0.30	0.28	0.052	0.094	0.092
Lower	0.020	0.27	0.004	0.009	0.003	0.013	0.001	0.008	0.003	0.025	0.002	0.004
Mean value	0.23	0.66	0.20	0.34	0.14	0.11	0.06	0.10	0.07	0.034	0.032	0.032
Sample number	35	35	33	32	29	35	19	6	9	6	6	6
Accuracy (σ_d)	0.0045	0.0065	0.0055	0.0038	0.0030	0.0040	0.0008	0.0046	0.0010	0.0034	0.0021	0.0020

cf) Standard samples used: NBS 81, 11g, 12g, 15f, 65d, 72f, 129b, 152, 156, 170a, BCS 214/1, 218/2, 276, JSS 151-4, 153-4, 154-4, 155-4, 156-1, 157-1, 158-1, 159-1, 161-1, 500-1, 501-1, 505-3, 506-2, 507-2, 510-2, 512-1, 513-2, 514-2, 515-2, 420-2, 450-1, and 023-1.

(2) 鋼中析出物抽出分離残さの検討結果はつぎのようにまとめることができる。a) 抽出残さ中の金属成分は同時分析が可能であり, 共存元素の影響もない。b) 融解剤としてのピロ硫酸ナトリウムは3%を添加すれば安定な分析ができる。Nbなどを含有していても酒石酸20%溶液で分析が可能である。c) 電解抽出が一回ですみ, 分析時間も短縮することができる。分析結果の一例を表2に示す。

表 2 鋼中析出物抽出分離残さの分析例 (Wt%)

Sample	Method	Nb	Cr	Fe	Mo	Mn
A	ICP	0.066, 0.066	0.040, 0.041	0.007, 0.007	0.007, 0.007	0.007, 0.007
	Chemical	0.065, 0.066	0.040, 0.040	0.007, 0.007	0.007, 0.007	0.007, 0.007
B	ICP	-	0.400, 0.402	1.930, 1.937	0.024, 0.024	0.144, 0.144
	Chemical	-	0.401, 0.398	1.940, 1.938	0.024, 0.024	0.143, 0.144

Chemical methods used. Nb, Fe, Mo and Mn: Spectrophotometry, Cr: Atomic absorption Spectrometry.

1) 田中 勇, 田原貞夫, 大槻 孝, 佐藤公隆, 松本龍太郎: 第14回応用スペクトロメトリー東京討論会(1978.10; 日経ホール)講演要旨集 P.80.