

(441) 高周波誘導結合アルゴンプラズマ発光分光分析法によるステンレス鋼の分析

日新製鋼(株) 周南製鋼所 志賀忠成 松本博人
前北泉彦 神余隆義

1. 緒言 : 近年 Fassel らにより開発された高周波誘導結合アルゴンプラズマを発光源とする発光分光分析法が各分析分野で脚光をみびており、すでに鉄鋼試料への適用性については数多くの研究がなされ、いずれも良好な結果を得ていることを報告している。本研究はステンレス鋼へ適用することを目的とし、装置特性及び分析操作上の諸因子について究明するとともに実試料への適用を試みた。

2. 装置及び測定条件 : 2.1 装置. Jarrel ASH製 Plasma Atom Comp. 96-975型を用いた。

2.2 測定条件と分析線を表1に示す。

表1 測定条件

周波数	27.12MHz	測定波長 (nm)			
		Al	308.2	Nb	319.4
出力	1.2KW	B	298.6x2	Ni	231.6x2
アルゴンガス圧力	16.0PSI	Ca	396.8	P	214.9x2
冷却アルゴンガス流量	17.0/min	Ce	418.6	Pb	220.3
プラズマアルゴンガス流量	0.5L/min	Co	228.6	Si	251.6
試料アルゴンガス流量	0.4L/min	Cr	205.5x2	Sn	189.9
試料噴霧量	1.3ml/min	Cu	324.7	Tl	334.9
トーチ高さ	176mm	Fe	259.9	V	292.4
		La	403.1	W	207.9
		Mg	279.5	Y	371.0
		Mn	257.6	Zn	213.8
		Mo	202.0	Zr	339.1

3. 実験結果 : 3.1 酸の影響 鋼の溶液化に用いる無機酸として (HCl, HNO₃, 王水, HClO₄, H₂SO₄, H₃PO₄) を選び、これらの無機酸が各元素(24元素)のスペクトル線強度に及ぼす影響について検討した。その結果 H₂SO₄, H₃PO₄は、各元素とも濃度の増加にともない発光強度は減少するが、その他の酸については、ほぼ一定の強度が得られた。3.2 内部標準法 ICAP 発光分光分析法において、光電測光を行なう場合、絶対強度法と内部標準法が用いられるため両者について比較検討した。この結果、内部標準法を採用することにより、装置や試料調整の変動が緩和でき、分析精度、正確度が飛躍的に向上した。3.3 共存元素の影響 ICAPは原子吸光とは異り、化学干渉は極めて少ない反面その機構が発光であるため、近接線による分光干渉を受けやすいため、その影響について検討し、補正係数として求めた。その結果ほとんどの元素が多少は共存元素の影響を受けるが、これらの影響は一次式として容易に補正ができる。3.4 実試料の定量 本法の適用性を確認するため11種類の異った日本鉄鋼標準試料を用いて分析を行なった。その結果を表2に示す。この結果から各試料のいずれの元素もよい精度で分析されており、本法がステンレス鋼及び炭素鋼試料の分析に十分適用することができ、しかも多元素同時定量が可能となり、従来の原子吸光法にくらべ作業能率が著しく向上した。

表2 実際試料の定量結果

試料	Si		Mn		P		Ni		Cr		Cu		Mo		Co		Al	
	標準法	本法	標準法	本法	標準法	本法	標準法	本法	標準法	本法	標準法	本法	標準法	本法	標準法	本法	標準法	本法
JSS652-5	0.54	0.53	1.95	1.97	0.038	0.039	11.80	11.78	17.40	17.40	0.22	0.23	2.46	2.47	0.41	0.42	—	—
653-4	0.73	0.72	1.61	1.62	0.038	0.037	13.69	13.65	22.51	22.53	0.054	0.056	0.084	0.083	0.33	0.34	—	—
654-4	0.70	0.70	1.54	1.55	0.021	0.022	19.80	19.82	24.71	24.70	0.065	0.067	0.071	0.074	0.33	0.34	—	—
655-4	0.60	0.59	1.58	1.57	0.033	0.031	11.48	11.45	18.54	18.51	0.088	0.090	0.051	0.051	0.28	0.29	—	—
650-5	0.32	0.32	0.44	0.44	0.024	0.023	0.21	0.21	16.18	16.15	0.026	0.026	0.008	0.008	0.032	0.33	—	—
651-7	0.72	0.73	1.72	1.72	0.028	0.027	9.20	9.18	18.60	18.61	0.082	0.081	0.084	0.085	0.22	0.23	—	—
652-7	0.74	0.75	1.68	1.68	0.028	0.027	11.31	11.30	17.26	17.28	0.31	0.31	2.33	2.35	0.22	0.23	—	—
023-3	0.02	0.03	0.54	0.55	0.022	0.022	0.014	0.011	0.022	0.023	0.013	0.013	—	—	—	—	0.052	0.056
030-2	0.26	0.25	0.72	0.74	0.018	0.017	0.021	0.020	0.018	0.020	0.017	0.018	—	—	—	—	0.029	0.032
057-2	0.24	0.23	0.69	0.70	0.021	0.020	0.019	0.018	0.027	0.029	0.014	0.014	—	—	—	—	0.030	0.031
066-2	0.26	0.26	0.71	0.72	0.013	0.012	0.016	0.015	0.021	0.023	0.012	0.012	—	—	—	—	0.025	0.026

参考文献

- 1) 遠藤, 齊藤, 中原 : 鉄と鋼 64(1978) P 797
- 2) 田中, 田原, 大槻 : 分析化学 28(1979) P 371