

(442) 高周波誘導プラズマ発光分光分析による鉄鋼の分析

日新製鋼(呉)研究部

森田有彦 田中清久
○市岡友久

I. 緒言 近年、高周波誘導結合プラズマ・発光分光分析(ICP)は鉄鋼分析法として各所で研究されている。これらは、いずれも大気中で分光分析を行なうため、短波長側にスペクトル線を持つ元素の分析感度が悪く、特にSの分析は困難である。今回、真空式ICP分析装置(ICPV)を採用し、鋼中P(1782.9Å)およびS(1807.3Å)の分析方法に検討を加えた結果、他の元素と共に鉄鋼分析法として実用化することができたので、2・3の応用例について報告する。

II. 実験装置 島津ICPV-1000(真空型分光器、Arガス気流光路置換部品付)

III. 実験結果 1. 分析条件の検討; 各元素の発光強度は高周波出力、Arガス流量、光源の位置などの条件に依存することから、多元素同時定量を前提に最適条件を決定した。この結果、主な要因の検討結果の一部を図1、図2に示す。発光強度はキャリヤガス流量、光源観測高さの影響を受け、P、Sについては同一傾向であり、適切な範囲に条件を設定すれば、発光強度はほぼ一定となり多元素同時定量が可能であることがわかった。

2. 鋼中P、Sの定量; 強酸化剤溶解方法を使用し、鋼中P、Sの分析精度を検討した。結果は表1に示す。Pは0.015~0.050%でCV3%、Sは0.01~0.05%でCV5%以内の分析精度で定量可能となり、微量域についても定量可能であることを確認した。3. 鋼中TiSの定量; TiSの形態分析は塩酸溶解で抽出した残渣(Ti₄C₂S₂など)からTiCは吸光光度法、TiSは燃焼法と別々に定量していたが、Ti₄C₂S₂を硝酸で溶解し、本法によってTiおよびSを同時定量した。結果は表2に示すように良好であり形態分析への応用が有効であることが認められた。4. 鋼中微量成分の定量; 微量成分の分析法として本法を検討した。定量結果を表3に示す。この結果、多元素同時定量法としての溶解方法は一様ではないが、微量Al、湿式分析で分離定量困難なLa、Ceまた、原子吸光分析では感度の悪いB、Nbなどの元素を高精度で測定することができた。

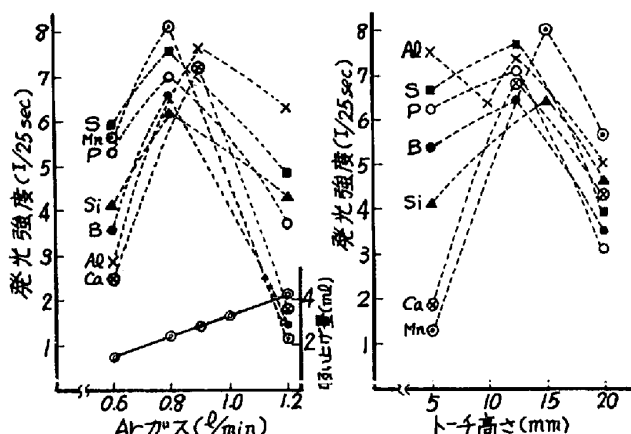


図1. キャリヤガス流量

図2. 光源観測高さ

表1. 鋼中P、Sの分析精度 (n=10)

試料No.	元素 (%)	P			S		
		Content	σ	CV	Content	σ	CV
JSS	162-2	0.002	0.00022	11.00	0.014	0.00048	1.17
	163-2	0.018	0.00035	1.94	0.019	0.00036	1.89
	164-2	0.052	0.00035	0.67	0.006	0.00043	7.11
	152-5	0.016	0.00035	2.18	0.021	0.00054	2.75
BCS	260-4	0.006	0.00032	5.33	0.004	0.00030	7.50
	457-2	0.020	0.00055	2.75	0.048	0.00048	1.00
	460-2	0.040	0.00042	1.05	0.009	0.00045	5.00

表2. 鋼中Ti形態分析

試料No. (%)	従来法			ICPV法		
	A	B	A-B	A	B	A-B
	吸光度法Ti 炭化物Ti	燃焼法S Ti ₄ Si	Ti ₄ SiC	炭化物Ti	Ti ₄ Si	Ti ₄ SiC
209	0.025	tr	0.025	0.023	tr	0.023
210	0.034	0.001	0.033	0.037	0.001	0.036
211	0.123	0.012	0.111	0.125	0.013	0.112
212	0.305	0.007	0.298	0.305	0.008	0.297
213	0.686	0.008	0.678	0.698	0.009	0.689

表3. 鋼中微量成分の分析精度 (n=10)

試料No. (%)	Content	σ	CV	試料No. (%)	Content	σ	CV	
								試料No. (%)
JSS	0.014	0.0005	3.57	BCS	456	0.001	0.0001	
								172-2
JSS	0.0044	0.0004	9.09	BCS	328	0.004	0.0001	
								330-2
BCS	260/4	0.003	0.0002	6.66	JSS	172-2	0.010	
								260/4
Si	0.046	0.0021	4.56	JSS	174-3	0.024	0.0002	
								457
La	0.016	0.0004	2.50	BCS	459	0.012	0.0005	
								RE-1
Ce	0.051	0.0005	0.98	BCS	458	0.050	0.0004	
								RE-1