

(382) ICPによる鉄鋼および電子材料中のP, Bの分析

住友特殊金属㈱ ○早川徹治 菊井文秋
住友金属工業㈱ 中技研 真鍋 浩 遠藤 文

1. 緒 言

ICPによる溶液発光分光分析法が近年管理分析として多く用いられているが、光源の構造による制約などから、200 nm以下の短波長スペクトルを利用した分析例は少ない。今回、プラズマトーチと集光レンズの間を、従来の大気雰囲気からArで流気する方法を採用した結果、200 nm以下の波長を測定スペクトル線として利用することができるようになった。これにより、P, Bの定量分析が、近接線妨害の少ない条件下で行なえるようになったので、その結果を報告する。

2. 実験方法

- 2.1 実験装置 ICP発光分光分析装置(島津製) 分光部真空型, Ar流気置換光路付属
- 2.2 測定条件を表1に示す。
- 2.3 標準試料・調製方法を表2に示す。

表 1. 測定条件

表 2. 標準試料

周波数	27.12MHz	P測定波長	178.287 nm	標準試料	鋼
出力	1.3 KW	B測定波長	182.640 nm		BCS, JSS
冷却 Ar ガス流量	10.5 ℓ/min	逆線分散	0.46 nm/mm	秤 量	0.5 g
プラズマ Ar ガス流量	1.5 ℓ/min	入 スリット幅	30 μm	分解 自	HCL 10 ml
キャリア Ar ガス流量	1.2 ℓ/min	P, B出口スリット幅	30 μm		HNO ₃ 10 ml
置換 Ar ガス流量	3.5 ℓ/min	光源観測高	15 mm	希 釈	100 ml
試 料 吸 上 量	2.7 ml/min	積分時間	20 sec		

3. 実験結果

3.1 Pの定量(測定波長 178.287 nm)

標準試料を測定した結果を図1に示す。その検量線は直線性を示し、バックグラウンドの2倍の強度を与えときのP含有率は0.06%であった。また、0.003%の最低P含有率に対して行なった測定結果から、バックグラウンドの標準偏差は0.0002%以下と見込まれる。さらに、共存元素(Co, Cr, Ni, Cu)の影響としては、いずれのスペクトルもわずかな重なりしか示さなかった。したがって、Fe-Ni合金、Cu合金においても、直線性の良い検量線が得られた。

3.2 Bの定量(測定波長 182.640 nm)

標準試料を測定した結果を図1に示す。バックグラウンドの2倍の強度を与えときのB含有率は0.02%であって、Pに比べて感度は高い。また、0.001%の最低B含有率に対して行なった測定結果から、バックグラウンドの標準偏差は、0.0001%以下と見込まれる。さらに、共存元素(S)の影響は、補正できる程度にわずかであった。

3.3 正確度

標準試料について正確度を調べた結果を表3に示す。P, Bともに実用化できる正確度である。

4. 結 言

ICP溶液発光分光分析法において、真空紫外部の測定が可能となった。今後さらに、Sを含めた発光条件の適正化、測定精度向上、適用鋼種拡大を計りたい。

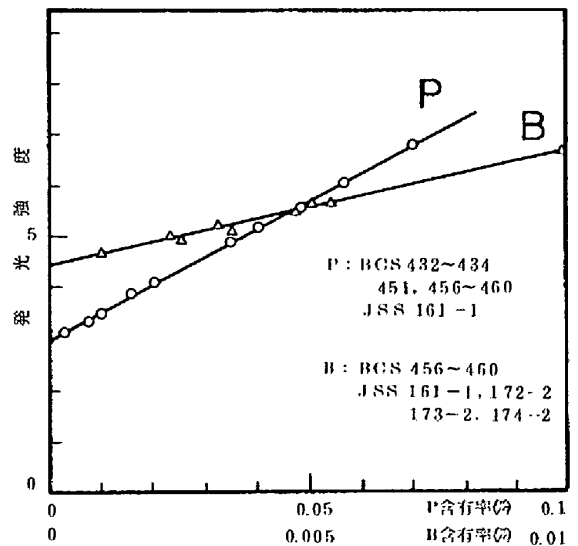


図 1. P, B の検量線

表 3. 正 確 度

		P	B
実験範囲%		0.003~0.070	0.001~0.010
n		10	9
平均含有率%		0.031	0.003 ⁸
正確度	\bar{d} %	0.000 ⁵	-0.000 ⁷
	σ_d %	0.001 ³	0.000 ⁴