

## (383)

## 鉄鋼の ICP 分析における内部標準の選択

川崎製鉄㈱ 水島製鉄所 工博 遠藤芳秀 ○坂尾則隆

## 1. 緒言

高周波誘導結合プラズマ・発光分光分析法 (ICP) は鉄鋼分野においてもその優位性が認められ、各方面で多用されている。この方法の応用範囲の拡大のためには内部標準の選択が重要な課題である。積分には定時間積分法が用いられることもあるが、内部標準法と比較して精度の低下は免がれない。著者らは先に鉄鋼の分析に Fe 内部標準を用いる方法<sup>1)</sup>、更には Concentration Ratio 法<sup>2)</sup>による Fe 含有量の相違補正方法について報告した。後者の方法は実作業において好結果が得られているものの手順が複雑で、多くの標準試料を必要とした。したがって試料に含有されていない元素を内部標準とすることができれば、より操作が簡易化されることは明白である。しかしながら内部標準選択には試料中の目的成分と内部標準元素の追従性のあることが不可欠の条件となる。そこで内部標準元素溶液として各種溶液を調製し、鉄鋼を対象とした比較実験を試みた。

## 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) ICP 分析における各元素の発光強度は高周波出力、トーチの高さ、クーラント Ar ガス流量、プラズマ Ar ガス流量あるいはサンプル吸い上げ量など物理的条件により異った挙動を示し、その傾向は元素により、必ずしも一様ではない。図 1 にトーチの高さと各元素の発光強度との関係を示した。

これによると測定元素の波長がイオン線であるか、中性線であるかによってその傾向が a 型、b 型にほぼ大別できる。高周波出力、サンプル吸い上げ量もイオン線、中性線により分類することができる。クーラント Ar ガス流量、プラズマ Ar ガス流量についてはその傾向は少ない。したがって、内部標準元素は厳密には目的元素と挙動を同じくするものから個々に選ぶ必要があり、この場合イオン線、中性線が一つの重要な尺度となる。

(2) 通常 of 多元素同時定量の設定条件で内部標準を一元素のみに絞った場合、表 1 の精度から見られるように内部標準の追従性は Y, Co, Sb, Ce, Fe, Al の順であり、Y が最もすぐれた結果を得た。

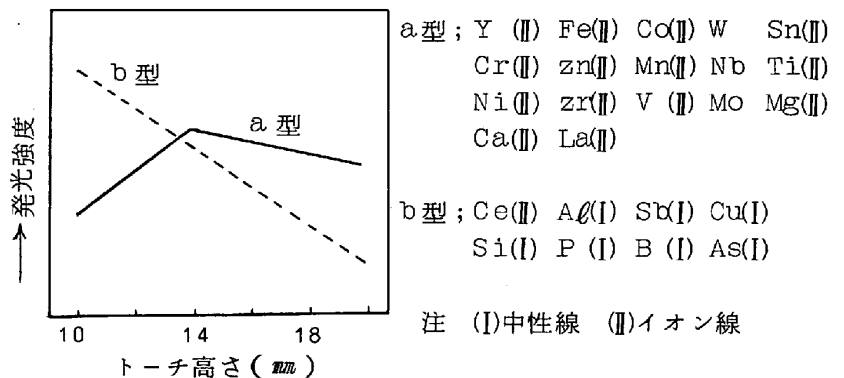


図 1 トーチ高さと発光強度の挙動

表 1 各種内部標準による分析精度

元 素	Y	Co	Sb	Ce	Al	Fe
Mn (含有率 0.50%) σ%	0.0005	0.0006	0.0013	0.0013	0.0024	0.0018
Ni (含有率 2.91%) σ%	0.0008	0.0009	0.0016	0.0022	0.0035	0.0030
B (含有率 0.004%) σ%	0.00004	0.00006	0.00005	0.00006	0.00011	0.00007
Ca (含有率 0.003%) σ%	0.00002	0.00002	0.00004	0.00004	0.00020	0.00010

4. 参考文献 1) 遠藤ほか: A&R 17(1973)3, P105 2) 遠藤ほか: 鉄と鋼 66(1980)4, S404