

大同特殊鋼㈱ 中央研究所 伊藤六仁 柳田 稔  
鈴木敬彦○茂木文吉

1. 緒言 ICPを同時多元素分析法として鉄鋼試料に適用する場合、沈殿のない均質な溶液を得ることが難しい場合が多々ある。Wを含有する鋼ではタングステン酸が生成して沈殿し易い。Wはりん酸の過剰によってタングステン酸錯塩を生成して溶解する。そこでW含有鋼の溶解酸に硫酸とりん酸を用いる方法について検討し、Wが20%まで含有する鋼中の主成分元素の定量法を確立したので報告する。

2. 実験装置 島津ICPV-1000

3. 結果と考察

(1) ICP測定におけるりん酸の影響 W含有鋼の代表成分としてWとCrについてその影響を調べた。試料はFe+W+Crが0.5gになるように試料液として合成した。この試料液に分解酸としてりん酸量を変えた混酸(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5ml, H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 5~25ml, H<sub>2</sub>O 20ml)を加え、(2)で述べる方法で操作をし、発光強度を測定した。Fig. 1にりん酸の使用量と検量線の感度の関係を示した。ブランク値はりん酸の使用量に影響されなかった。りん酸量の増加にしたがい感度は低下し、その傾向はほぼ直線的である。Fig. 2は、りん酸の使用量とCrならびにWの発光強度の2回連続測定(1回の積分時間は20秒)における精度で含有率に換算をした変動係数(C.V)との関係を示している。C.VはW, Crの含有率が1, 3, 5%におけるC.Vの平均で、それぞれの含有率におけるC.Vは同程度であった。Fig. 2においてりん酸量の増加に対するC.Vの増加の傾向は対数的に急激であり、明らかにFig. 1の直接的な傾向とは異なる。この傾向の相異は今後の検討に待つ所が多いが、精度の劣化は単に感度の低下に起因しているということだけでは説明し難い。Fig. 2の対数的な変化の傾向は、二成分系溶液の組成と粘度の関係に類似している。試料液の粘度はネブライザーでの噴霧における噴霧量あるいは液滴の粒径などに影響することから、りん酸量の増加が、噴霧過程あるいはその後の過程に何らかの影響をしているものと考えられる。

Wの沈殿を防止するためには、W 1mg 当り 0.2ml のりん酸が必要であったので、使用するりん酸量は、Wが20%まで含有する鋼を対象にし、精度上許容範囲にある20mlを使用することにした。

(2) 実際試料の分析 試料0.5gを混酸45ml(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5, H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 20, H<sub>2</sub>O 20)で溶解し硝酸で酸化後、硫酸白煙処理をして内標準にYを加え、100mlに希釈して測定した。JSSなどの各種標準試料を定量した結果をTable 1に示す。

Table 1. Analytical results

Element		Mn	Cu	Ni	Cr	Mo	W	V	Co
Specimens	Number	16	18	18	16	15	15	16	11
	Range (%)	1.24/ 0.19	0.29/ 0.02	1.02/ 0.06	5.03/ 0.49	8.97/ 0.04	19.38/ 0.52	8.31/ 0.01	14.71/ 0.03
	Mean (%)	0.42	0.09	0.20	8.24	2.85	8.77	1.20	5.67
Precision*	$\sigma_{R_2}$ (%)	0.0020	0.0014	0.0022	0.012	0.015	0.054	0.005	0.021
Accuracy	$\sigma_d$ (%)	0.0038	0.0039	0.0056	0.025	0.025	0.081	0.025	0.030

\* Daily measurement

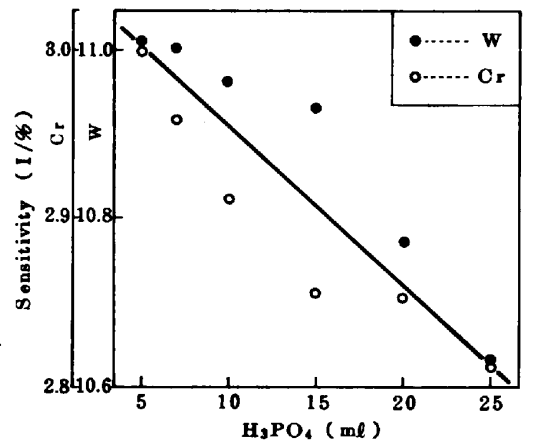


Fig. 1 Effect of H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> on sensitivity.

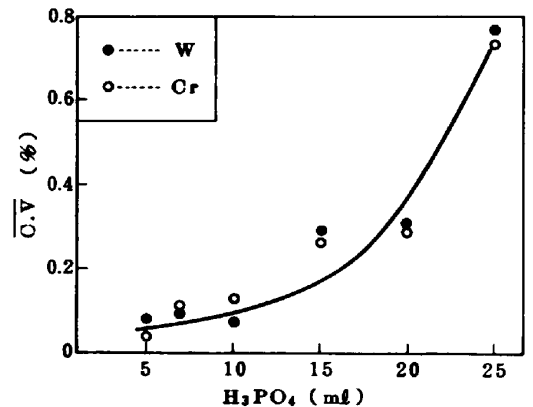


Fig. 2 Effect of H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> on coefficient of variation.