

(303) 高分解能・波長走査型高周波誘導結合プラズマ発光分光分析装置による鋼中微量P, Bの定量(最適分析線の選定および精度向上)

川崎製鉄(株) 技術研究所 黒河内京子 ○松村泰治
合田明弘 針間矢宣一

1. 緒言

ICP分析は優れた精度と高い感度を利点としているが、鉄鋼微量分析では十分な精度のない場合が多いため真空分光器の採用などが試みられている。しかし従来の装置ではFe などマトリックスの影響が大きいこと、および近接スペクトルの分離が不十分などの問題が残されている。そこで分解能が高く、しかも真空中で波長走査が可能な分光器を用いて、鋼中P, Bを対象に最適分析線を選定し、その精度向上を図った。

2. 装置

測定には島津製作所製ICPS-100V を使用した。この装置は波長走査型の真空分光器を具備しており焦点距離1 m, 刻線数3600本/mmの回折格子を内蔵している。

3. 実験および考察

(1) 最適分析線の選定: MIT波長表などで強度の大きい分析線を対象にステップスキャンのプロファイルから近接スペクトルの分離状況を調べFig. 1 にBの例を示したが、スリット巾を狭くするにつれピークの分離が明瞭になっている。一方Fe 共存溶液中でのB E Cおよび近接スペクトルの干渉をTable 1に示した。分光器の逆線分散2.2 Å, スリット巾30μ の条件により高い分解能が得られ近接スペクトルの影響が少なくなっている。これらの結果からB E Cが小さく、強度もあり、共存元素の重ならない分析線としてP(I)1782.9Å, B(I)1826.4Åを選んだ。

(2) 微量分析への適用: 選定した分析線を用いた、鋼中の微量P, Bの定量結果をTable 2に示した。ここでP分析には混酸分解法を、B分析にはS近接スペクトルのテーリングを考慮して混酸分解-炭酸ナトリ

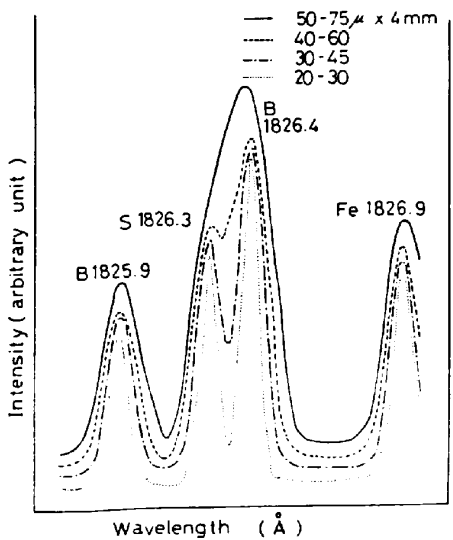


Fig. 1 Profile of spectrum neighboring B(I)1826.4 Å

Table 1. Comparison of P, B analytical lines

Wavelength(Å)	P						B				
	1774.9	1782.9	2136.2	2149.1	2136.2×2	1879.6	1825.9	1826.4	2088.9	2089.6	2496.7
Relative Intensity	1.18	1.00	3.36	3.52	0.75	-	0.58	1.00	1.17	1.66	0.46
B E C (ppm)	0.64	0.77	1.53	4.03	1.53	-	0.63	0.32	0.75	0.38	1.08
Neighboring Spectrum(Å)	Cu 1774.9	-	Cu 2136.0	Fe 2149.2	Cu 2136.0×2	-	S 1826.3	S 1826.3	Ni 2089.0	Mo 2089.5	Fe 2496.5
Necessity of Correction	○	× (BG)	○	○	× (BG)	-	×	× (BG)	-	○	○

Table 2 Analytical results (ppm)

	P	sol. B	total B
Range	5~5.0	5~9.5	5~9.5
Average	2.3.0	3.9.5	4.1.5
σ	2.0	0.6	0.4

ウム融解法を適用した。またFeなどによるバックグラウンドは、Pに対して1783.2Å, Bでは1826.7Åの強度を測定し補正した。P, Bとも良好な精度を得たが、これは前述したような高い分解能で近接スペクトルの影響をなくし、スリット巾を狭くしてバックグラウンドの影響を小さくしたことで、および分析線の極く近傍でバックグラウンドを正確に補正したことによっている。なおB分析には通常硫酸分解法を用いているが、実用鋼および標準試料での分解方法によるsol. B値の差は認められなかった。また鋼中S分析についても検討し良好な結果を得た。

参考文献 1)遠藤ほか:鉄と鋼, 67(1981), S1090 2)佐伯ほか:鉄と鋼, 68(1982), S310