

(304) 蒸留分離—高周波誘導結合プラズマ発光分光分析法による鋼中微量ほう素の分析

日本鋼管㈱ 福山製鉄所 石井照明 石橋耀一 ○竹内 力

1. 緒言 最近極微量域ほう素の鋼材の特性におよぼす影響が問題になっており、高精度の定量が必要とされている。鉄鋼中のほう素定量方法として、蒸留分離—クルクミン吸光光度法やメチレン青抽出—吸光光度法があるが、これらの方法は定量下限が数ppmである上に、分析操作が繁雑で高度の熟練を必要とするため、微量域におけるほう素の影響を解明する分析方法としては十分満足できるとは言えない。そこで本実験では鋼中ほう素を1ppm以下まで定量することを目的として、ICP分析装置を利用する方法を検討した。

2. 実験装置 蒸留装置はJIS G1227に準拠したものをを用い、測定にはJarrell-Ash社製 Plasma Atomcomp 96-963 型ICP発光分析装置を用いた。

3. 実験結果 1) ICP測定時の分析溶液について検討した結果、0.04N-NaOH水溶液が分析精度も高く高感度である。 2) 10 μ g以下のほう素に対して蒸留時の鉄共存量を0-1gに変化させ、ほう素の回収率を調査した。その結果鉄共存量0.5gまでのほう素回収率はほぼ100%である。また鉄共存量が1gの場合は回収率が低下しバラツキも大きくなる。 3) Fig. 1にほう素量とICP強度の関係を示す。本法によれば分析試料中のほう素量が2.0mg(鋼中ほう素濃度換算で0.4%)まで同一条件で定量可能であり、また検量線作成時に蒸留操作を必要としない。 4) 試薬による空試験値は鋼中ほう素濃度換算で約2ppmである。その内訳は硫酸73%、硝酸20%であり、精度良く分析するには硫酸の吟味と正確な添加が必要である。 5) 確立した分析方法は、Table.1に示す条件で試料を分解したのち、ほう素をほう酸メチルとして蒸留分離し、蒸留液をアルカリで分解し、メチルアルコールを蒸発分離したのち、ICPによりほう素を測定する方法である。 6) 実用鋼について分析した結果をTable.2に示す。本法における定量下限は0.2ppm程度である。

Table.1 Operating conditions of analysis of boron in steel

Procedure	Condition
Sample	0.5 g
Dissolution	HNO ₃ (1+1) 10 ml H ₃ PO ₄ :H ₂ SO ₄ (3:1) 10 ml
Distillation	CH ₃ OH 40 ml Distilled to 25 ml Absorbent:NaOH (0.2N) 5 ml
Evapolation	On water-bath
Dilution	Water, using 25ml-volumetric flask
Measurement	Wavelength: 249.77 X2 nm, using ICP emission spectrometer

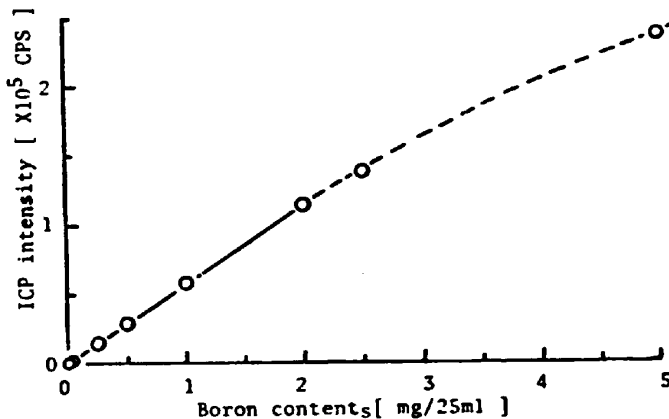


Fig.1 Relation between boron contents and ICP intensity

Table.2 Accuracy and repeatability of this method (ppm) (n=6)

Sample	Standard value (A)	Found (B)	Accuracy (B-A)	Repeatability (σ)
JSS 174-3	53	52.2	- 0.8	0.9
JSS 175-3	33	32.6	- 0.4	1.4
BCS 457	25	23.2	- 1.8	1.2
JSS 172-3	20	20.4	0.4	0.4
JSS 159-2	15	12.9	- 2.1	0.2
No.1		9.8		0.3
No.2		5.0		0.2
No.3		3.3		0.2
No.4		1.5		0.1
Pure Iron		0.3		0.04

Sample No.1 to No.4 are low alloy steels.