

(305) 秤量の異なる鉄鋼の高周波誘導結合プラズマ発光分光分析法の検討

新日本製鐵(株) 基礎研究所 佐伯正夫 ○横大路照男
 生産技術研究所 小野田維
 室蘭製鐵所 坂口 聰

1. 緒言

従来、鉄鋼の湿式化学分析法は供試料の一定量をはかりとり、溶液化した後、種々の方法で各元素の定量をおこなうのが常識とされてきた。しかし、高周波誘導結合プラズマ発光分光分析(以下ICPと略記)が普及し、溶液サンプルが準備された後は、極めて短時間で多元素同時定量が可能となった。一方、溶液サンプルの調製は化学天秤で試料をはかりとり、酸を加え、試料を分解して、希釈定容するという旧態依然の作業形態で行われ、人手と多くの時間を要している。そこで、この溶液サンプル調製作業の迅速化及び自動化を目的として、試料をはかりとることなく、適当量を酸で分解し、直ちにICPで分析する方法について検討した。

2. 実験装置

島津 ICPV-1000

3. 実験結果

図1はけい素含有率0.24%の炭素鋼を0.3~0.7gの範囲ではかりとり、100mlに溶液化したときのICPにおける鉄とけい素のスペクトル強度及びその強度比を示したものである。強度比(各々のブランク強度を差引いた値の比)は試料はかりとり量に関係なく一定になっている。他の元素についても同様な関係が得られる。

図2は鉄濃度比法で作った鋼中けい素の検量線の一例を示したものである。これは標準試料(炭素鋼, 低合金鋼)を0.3~0.7g/100mlの範囲で溶液化したものであるが、いずれも直線上に乗っている。その他、通常、ICPで分析される元素について調査した結果、含有率4%程度までは、いずれの元素も良い直線性を示した。従って、直読式発光分光分析で用いられる鉄濃度比法、すなわち

$$R_i(\%) = f \times \left(\frac{I_{Ri}}{I_{Fe}} \right) \times \frac{100}{1 + \sum_{i=1}^n \left(\frac{R_i(\%)}{F_e(\%)} \right)}$$

の関係をICP分析に適用することにより、試料をはかりとることなく溶液化したサンプルで鋼中の各元素を定量できる。表1は、この方法で鋼中各元素を定量したときの分析精度の一例を示したが、従来の方法と同等の分析精度が得られることがわかった。

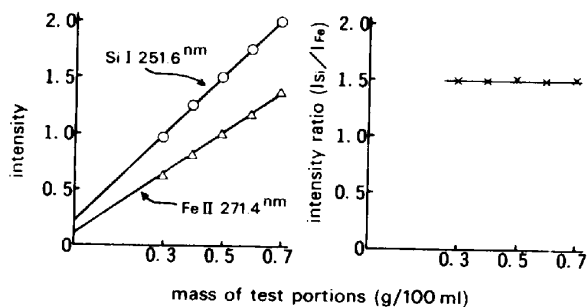


Fig. 1 Effect of mass of test portions on intensities and intensity ratios of Fe and Si

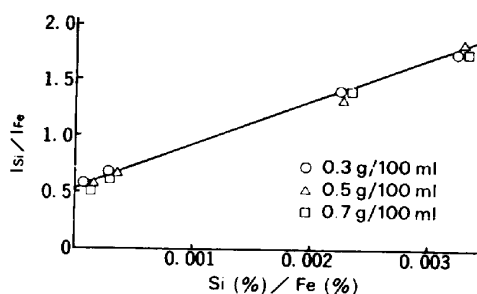


Fig. 2 Calibration curve for Si in various mass of test portions

Table 1 Precision data (mass of test portions : 0.3~0.7 g/100 ml)

	Si	Mn	Ni	Cr
\bar{x}	0.23	0.70	0.012	0.021
\bar{d}	0.004	-0.004	0.0005	0.0007
σd	0.001	0.007	0.0011	0.0002