

(303)

炭素分析条件の基礎検討

(超微粒子生成 - プラズマ発光分光法による鉄鋼分析 - 2)

新日本製鐵(株) 第一技術研究所 小野昭紘 ・千葉光一
佐伯正夫

1. 緒 言

現在、ICP発光分光法は高感度、高精度、広い検量範囲を有することから、鉄鋼分析の分野でも溶液試料の分析法として広く用いられている。しかし、鉄鋼中の炭素の分析に対して溶液ICP発光分光法を適用することは、試料の溶液化および感度の面から問題があり、実際に適用された例はほとんどない。そこで、スパーク放電を固体試料の蒸発源として生成した試料の超微粒子をICPに導入する超微粒子生成 - プラズマ発光分光法(UFP-ICP)を用いて、鉄鋼中炭素の直接分析について検討した。

2. 実験方法

ICP発光分光装置およびスパーク放電用電源には島津製作所製ICPV-1000PおよびHPSG-1000を用い、ICPとスパーク放電装置とは内径2mmφ、長さ7mのステンレス管で接続した。各装置の実験条件はTable 1に示した。分析用試料には炭素鋼標準試料(JSS162~164)、銑鉄標準試料(White Cast BS1~7)などを用いた。

Table-1 Operating Conditions

ICP:	
Coolant Gas	14 ℓ/min
Plasma Gas	1.5 ℓ/min
Observation Height	15 mm
RF Power	1.4 kW
Discharge:	
Electrode Gap	4.5 mm
Carrier Gas	3.0 ℓ/min
Preflush and Cyclon Gas	6.0 ℓ/min
Preburn Time	10 s
Integration Time	20 s
Discharge Paramator	200 Hz
	1000 V
	10 μH
	3 μF
	1 Ω

3. 実験結果

炭素の分析線としては従来からC(I)193.1nmが用いられているが、最近の固体発光分析ではC(I)165.8nmが使用されはじめています。そこで、ICPを光源とした場合のC(I)193.1nmおよびC(I)165.8nmの発光スペクトルについて検討した。まず、溶液ICPを用いて各分析波長の近傍について炭素、鉄およびバックグラウンドの発光スペクトルを観測した。C(I)193.1nmの近傍では炭素に基づく発光線だけしか観測されず、また、実際の分析上で特に問題となるような妨害元素も見いだせません。これに対し、Fig. 1で示したように、C(I)165.8nmの近傍では

C(I)165.8nmとほとんど重なる位置にFeの発光線が観測された。このため、この波長を用いるICPでの鉄鋼中炭素の分析は非常に困難である。しかしながら、Fig.1のスペクトルにはC(I)165.7nmの強い発光線も観測されており、この発光線を用いれば真空紫外領域での炭素の分析が可能である。

次に、炭素鋼標準試料などを用いて、C(I)193.1nmおよびC(I)165.7nmを分析線として、UFP-ICPによる炭素の検量線を作成した。どちらの分析線でも、0.03%から0.5%の範囲で直線性のよい検量線が得られた。感度の面ではC(I)165.7nmの方が若干優れていると思われるが、UFP-ICPでは炭素のブランク発光が高いため、BECなどによる厳密な比較はできない。また、C(I)165.8nmの発光線では、上述のように、Feの強い分光干渉を受けるために、得られるシグナルはFeの蒸発量に依存し、検量線の作成は困難であった。

このように、UFP-ICPでは鉄鋼中炭素を0.03%以下まで直接分析することができる。

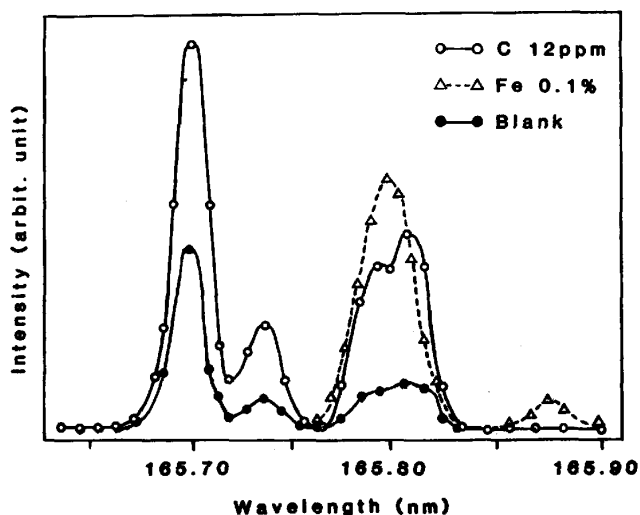


Fig. 1 Spectra near 165.80nm