

# (493) ほう素の誘導結合プラズマ発光分光分析法

日新製鋼(株) 呉研究所 ○鞍掛幸広 市岡友之 助信 豊  
世羅勝治 田中清之

## 1. 概要

鋼中ほう素(10ppm以下)の定量方法としては、蒸留分離-吸光光度法、有機溶媒抽出-吸光光度法がJIS法として採用されている。しかし、これらの方法は操作が煩雑なうえに条件が厳密で熟練を要し、操作時間が長く、器具、試薬からの空試験値が高いことから定量精度にも問題があり、より簡単で迅速性のある方法が望まれている。

そこで我々は、蒸留分離-クルクミン吸光光度法と、さらに希釈を一定の重量とする方法により簡易を高め、分析範囲の拡大を図る方法として蒸留分離-ICP発光分光分析法を試み、微量ほう素の定量において良い結果を得たので報告する。

## 2. 実験

### 2-1 装置

蒸留装置はJIS法に準じ石英製のものを使用し、蒸留液受器に蒸発効率を高めるため、ステンレス製ビーカーにテフロンコーティングしたものをを用いた。

測定には島津製ICPV-1000型発光分光分析装置を使用した。

### 2-2 水酸化ナトリウムの影響と観測位置

ほう酸メチルの捕集液とする水酸化ナトリウム溶液が発光強度におよぼす影響について調査した。その結果、水酸化ナトリウム0.1Mまでは感度は増す傾向にあるが、観測位置やガス流量による発光強度の変化に比べ、大きく影響しないことを確認した。

プラズマトーチの観測位置は、Fig. 1に示すようにプラズマの下部に高輝度を得られ、他の中性原子線と同様な傾向であることを知った。設定位置は、操作性を考慮して13.0mmとした。

## 3. 結果

(1) 検量線の一例をFig. 2に示すが、鋼中1~10ppmの極微量域でも十分な直線性のあることを確認した。

(2) 実際試料での蒸留分離-クルクミン吸光光度法と本法の比較を行なったが、極微量の市販標準試料が入手できないため合成試料を用いた。その結果をTable. 1に示した。

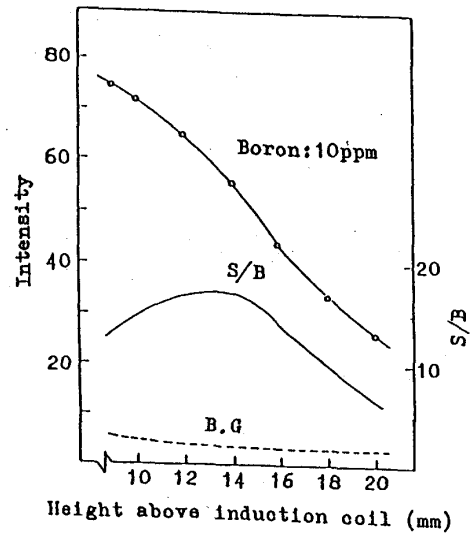


Fig. 1 Boron emission intensity as function of height above induction coil

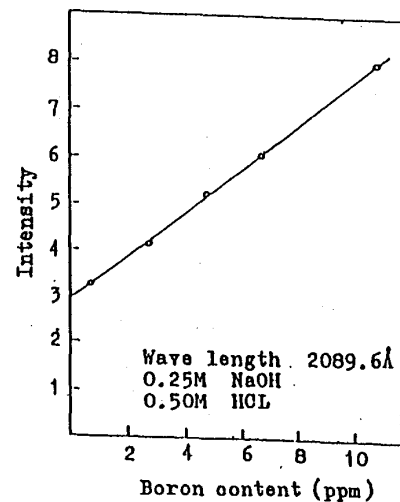


Fig. 2 Calibration curve of Boron

Table. 1 Analytical results of Boron (ppm)

Sample	Distillation Curcumin method	Proposed method	
N-1	2.4	2.2	2.2
N-2	4.1	3.2	4.3
N-3	4.9	4.7	3.9
N-4	8.7	8.8	9.0
JSS ※ 361-1	8.3	7.7	9.0

※ Std. val 9 ppm