

(495) レーザー サンプリング-誘導結合プラズマ発光分光分析法による 鉄鋼試料の迅速分析

日本鋼管(株)中央研究所 ○望月 正 坂下明子 秋吉孝則

1. 緒言 近年、溶鋼・溶鉄の直接分析法として、レーザー発光法、超微粒子生成-ICP法、塩化物搬送法など種々の分析法が研究・開発されているが、実用化された方法は少ない。一方、レーザーによるサンプリング-ICP法が固体試料の直接分析法として開発されたが、本法は溶鋼・溶鉄の直接分析法としても有用だと思われる。そこで、レーザー-ICP法の測定条件の影響、精度・正確さ等について、まず最初に固体試料を用いて検討した。

2. 実験方法 レーザー-ICP分析システムをFig.1に示した。使用したレーザーは、Carl Zeiss Jena社製ルビーレーザー-LMA-10(max. 1.0J)で、可飽和色素式Qスイッチモードで使用した。レーザー照射により生成した試料粒子は、アルゴンキャリアーにより直接ICPのプラズマトーチ中に導入され、各元素のスペクトル強度を測定した。また、レーザー照射前にバックグラウンド強度を測定し、バックグラウンド補正を行なった。

使用した標準試料はJSS162~175などで、アルミナ系400番で研磨後アルコール洗浄して分析に供した。

3. 実験結果

(1) 分析条件 レーザーのエネルギーとQスイッチセルを変えることにより、試料粒子生成量を変化させ、レーザーパルスの影響を検討した。最も生成量の多い条件で最も高い発光強度が得られた。また、この条件で生成する粒子量は鋼種によって異なるが、純鉄の場合約 $1.5 \mu\text{g}/\text{パルス}$ で、顕微鏡観察の結果その形状は繊維状であることがわかった。次に、試料粒子の搬送条件として、搬送距離(100~1080cm)及び搬送用Arガス流速(0.3~1.0 l/min)の影響を検討した。Arガスの流速0.5及び1.0 l/minにおける搬送距離の影響は少ない。また、流速0.4~0.6 l/minにおいては一定の発光強度が得られ、これ以上でも、またこれ以下でも強度は低下した。ICP測定条件としては、ICPパワー(1.0, 1.4, 1.8 kW)と測光高さ(ワークコイル上13~23cm)の影響について検討した。パワーは高いほど、高さは低いほど高い強度が得られるが、バックグラウンド強度も増大した。上記の各検討項目において、Feを内標準とした場合それらの影響はかなり緩和でき、繰返し測定精度が向上した。

(2) 検量線 Fig.2に検量線の一例を示した。Si, Mn, P, Al, B, V, Ni, Cr等多くの元素について直線性の良好な検量線が得られた。炭素については、バックグラウンドが高く、ばらつきが大きかった。

(3) 分析精度 測定精度(6パルスの繰返し測定)については、不十分な元素が多く精度向上のためにはデータの積算が不可欠である。よって、他のレーザーによる精度向上を検討中である。

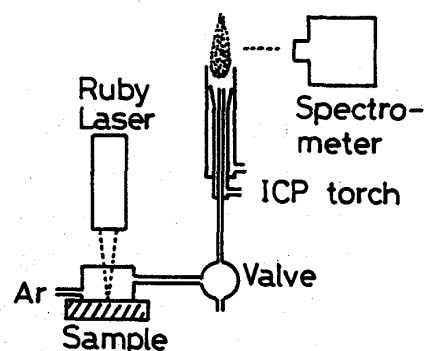


Fig.1 Laser-ICP System

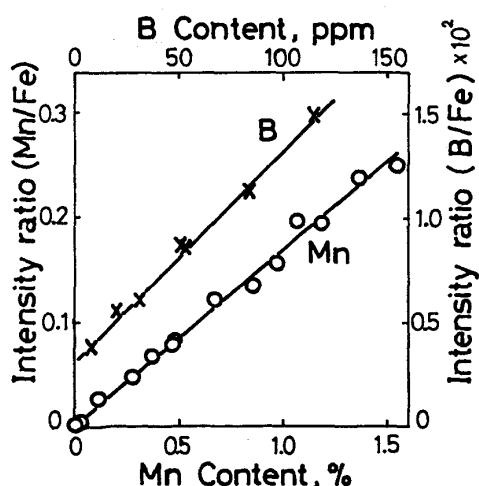


Fig.2 Calibration Curves for Mn and B in Steel