

(407) ふっ化物分離-誘導結合プラズマ発光分光分析法による  
鋼中微量けい素の定量

日本鋼管(株) 福山製鉄所 ○岡野三治 吉岡豊・石橋耀一

1. 緒言

近年鋼材の材質改善に伴い鋼中に含まれる種々の微量元素の定量が必要となっている。鋼中微量けい素の定量については、従来法の吸光光度法<sup>1)</sup>や直接ICP分析法ではPPMレベルまでの定量は、困難である。このため鋼中の微量けい素を、ふっ化物として分離したのちICP分析法により定量する方法について検討した。

2. 実験装置

ふっ化けい素の発生装置は、細谷ら<sup>2)</sup>に準じたものを用い、けい素の測定にはJarrell-Ash社製Plasma Atomcomp 96-963型ICP発光分析装置を用いた。

3. 実験方法

試料1gを硫酸(1+4)20mlで加熱分解する。冷却後過酸化水素水5mlを加え鉄を酸化しさらに加熱して過酸化水素を分解する。冷却後50mlメスフラスコに移し水を標線まで加える。これより10mlを分取し、ふっ化けい素発生装置に移し硫酸20mlとふっ化水素酸(0.2%)1mlを加えた後酸素を1l/minの流量で20分間通気する。発生したふっ化けい素をほう酸(0.05w/v%)10mlに吸収させる。この吸収液中のけい素をTable.1の条件でICPにより測定する。なお、ふっ化けい素としての分離条件は、細谷ら<sup>2)</sup>の方法を参考にした。

4. 結果

- (1) けい素の測定波長としては、251.6nmが適当であり、鉄のブランクや近接線の影響が除かれることにより、直接ICP分析法に比較してSN比が向上した。
- (2) 検量線の1例をFig.1に示すが、上限約0.05%まで検量線の直線性があることが確認できた。
- (3) 鋼中けい素5ppmでの分析精度を、標準偏差で示すと0.3ppmであり定量下限は1ppmであった。

Table.1 Analytical conditions

Power	1.3KW
Wavelength	251.6nm
Coolant gas	Ar 18 l/min
Plasma gas	Ar 0.4l/min
Carrier gas	Ar 0.5l/min
Integration time	10sec
Observation height	14mm

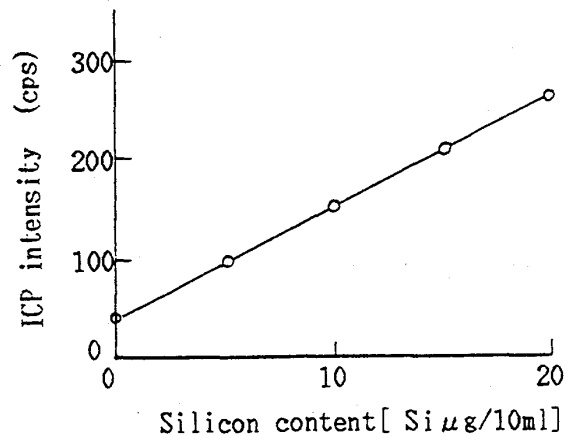


Fig.1 Relation between silicon content and ICP intensity

5. 参考文献

- 1) JIS G 1212-1981 鉄及び鋼中のけい素定量方法
- 2) 細谷ら, 分析化学, 33, 80 (1984)