

(340) プラズマ発光分光分析法による鉄鋼および超合金中のイットリウムの定量

新日本製鐵 基礎研究所 松本龍太郎 田口 勇
○香山武夫

1. 序 言

鉄鋼および超合金中のイットリウムの定量は、原子吸光法では定量下限が不十分であり、吸光光度法では共存元素の影響が大であり、操作も煩雑である。そこで直流アークプラズマ発光分光分析法を検討し、鉄鋼および超合金中の 0.001% 以上のイットリウムを精度よく定量する方法を確立した。

2. 装置および測定条件

使用した装置は米国のスペクトラメトリックス社製の Spectra-Span A E D R - 1 2 P 型プラズマスペクトル分析装置である。試料溶液の導入部には当所で開発試作した霧化装置を用いた。ガスはアルゴンを使用した。電極用ガス流量 1.5 l/min、ネブライザー用ガス流量 3.5 l/min、入口スリット 200 μ × 300 μ 、出口スリット 100 μ × 200 μ 、プラズマ電流 8 A、プラズマ電圧 45 V で実験した。

3. 検討事項

3.1 分析線の選択 主要分析線の発光強度を比較した。360.073 Å を 100% とすると、324.228 Å は 33%、371.029 Å は 230%、437.493 Å は 100% であった。371.029 Å は Fe が、437.493 Å は Cr が多量に存在するとベースラインに対して発光強度が大きく負側にずれたので、360.073 Å を選んだ。

3.2 共存元素の影響 Ni 1.000 mg、Fe 1.000 mg、Mo 1.00 mg、Ti 1.0 mg、V 1.0 mg、Zr 1.0 mg までの共存は影響しない。Cr は 250 mg 以上共存すると高値を示すので、Ni を添加して抑制した。Co が 1.0 mg 以上共存する場合は、共存量に依って補正する必要がある。Al は 5 mg 以上共存すると Y の発光強度が低くなるので、その場合は標準添加法を用いる。

3.3 その他 酸の影響、フレイム測定位置、マトリックス量と発光強度の関係などについても検討を加えた。

4. 結 果

4.1 定量操作 試料 1 g を王水 20 ~ 30 ml で加熱分解したのち、液量を 10 ~ 15 ml に濃縮する。濾紙 (5 種 B) を用いて 100 ml メスフラスコに濾過する。塩化ニッケル溶液 (NiCl₂ · 6H₂O 8.2 g を水に溶解して 1 l とする) 10 ml を加え、水で標線までうすめる。この溶液の 360.073 Å における発光強度をプラズマ発光分光法で測定して検量線よりイットリウムの含有率を求める。検量線溶液は塩化第二鉄溶液 (100 mg Fe / ml) 10 ml、塩化ニッケル溶液 10 ml、塩酸 3 ml、硝酸 2 ml を 100 ml メスフラスコに加え、標準イットリウム溶液 (10 μ g Y / ml) を段階的に加え水で標線までうすめて調製する。

4.2 実際試料の分析 実際試料の本法による分析結果を吸光光度法の分析結果と比較したところ良好な一致を示した。

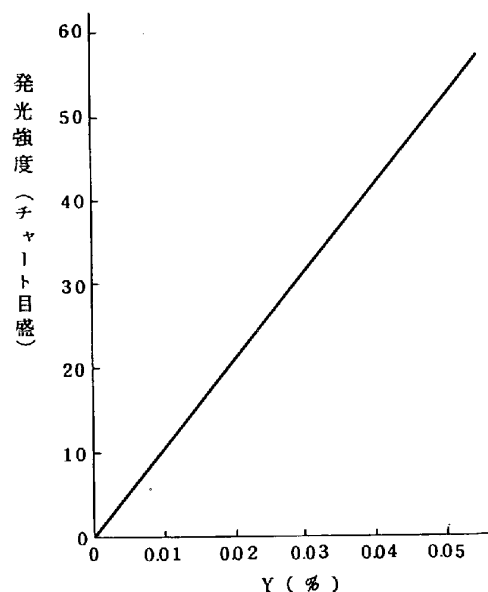


図1 検量線の一例