

川崎製鉄㈱ 水島製鉄所 工博 遠藤芳秀 ○坂尾則隆

1 緒言 高周波誘導結合プラズマ・発光分光分析法(ICP)は将来性のある有力な分析法として最近各分析分野において脚光をあびている。著者らはこの方法による鉄鋼および原材料分析への応用として、先に基礎実験と鉄鋼¹⁾、²⁾ および鉄鉱石³⁾への適用例について報告した。このうち鉄鋼分析では精度の向上を図るため内部標準法(Fe)を用いてきたが、Fe量の異なる炭素鋼と高合金鋼では内部標準をそのまま適用することはできない。そこで今回、ICPにConcentration Ratio法によるFe量補正⁴⁾の機能を持たせ、高合金鋼分析における精度および確度の向上を図った。

2 装置 JARRELL ASH 製 Plasma Atom Comp. 96-975 型を用いた。

3 実験および考察 ICPによるConcentration Ratio法は次により求める。①例えば図1のNiの検量線に示すように、横軸に数種の含有量既知の試料によりNi量とFe量との濃度比(目的元素の濃度(%) / Fe量(%))を計算で求める。次に縦軸にこれら既知試料をICPで発光させてNiとFeとの強度比(目的元素の強度 / Feの強度)を測定し、両者の対応によりNiの検量線を作成する。他の全元素についても同様にして検量線を作成する。②実試料の定量は上記で求められた検量線より未知試料のNiとFeとの強度比を求め、それより未知試料のNiとFeとの濃度比を得る。これより目的元素の含有率は次式により全元素の決定を待つて求める。

$$C_i = R_i \times 100 / (R_k + 1)$$

但し、 C_i :目的元素iの含有率(%), R_i :目的元素iの鉄濃度比 R_k :Feを除く分析元素の鉄濃度比の総和

供試料はFe量の範囲として炭素鋼から高合金鋼に到る約99~60%のものについて行なった。結果はこれらの鋼を同一の検量線で同時定量でき、正確さ(σd)も表1に示すように定時間積分に比しすぐれた結果を得た。ただしこの補正法は全成分の分析結果がわからないと正確な補正ができない。またFeのバックグラウンドはこの方法では補正できないことに留意すべきである。

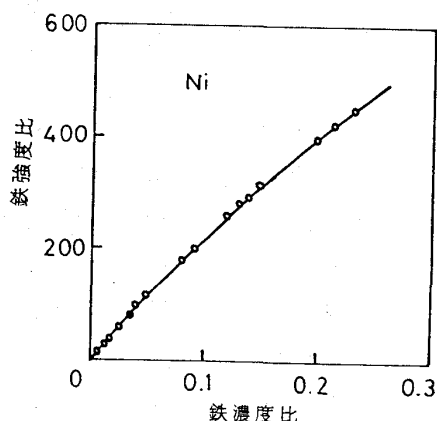


図1 Niの検量線(例)

表1 定量結果

(Fe量60~99%)(wt.%)

元 素	Si	Mn		P	Al	Cu		V
定 量 範 囲	0.01~1.1	0.09~1.0	1.1~1.8	0.006~0.08	0.002~0.06	0.05~0.10	0.11~0.4	0.002~0.5
$\bar{x}$	0.39	0.56	1.65	0.021	0.025	0.076	0.219	0.026
本 法 σd	0.0041	0.0076	0.0141	0.0008	0.0007	0.0017	0.0022	0.0015
定時間積分 σd	0.0097	0.0198	0.0377	0.0021	0.0025	0.0025	0.0075	0.0026

元 素	Ni			Cr			Mo	
定 量 範 囲	0.02~1.0	1.1 ~5	8 ~15	0.02 ~1.0	1.1 ~5	17~19	0.004~0.1	0.11~3.0
$\bar{x}$	0.27	2.56	10.56	0.35	2.45	18.36	0.018	0.738
本 法 σd	0.0058	0.0188	0.0268	0.0059	0.0152	0.0382	0.0007	0.0087
定時間積分 σd	0.0128	0.0344	0.0836	0.0154	0.0333	0.1030	0.0021	0.0142

- 4 参考文献 1)遠藤ほか:鉄と鋼 64(1978)6,P797 2)遠藤ほか:A & R 17(1979)3, P105
3)遠藤ほか:鉄と鋼 65(1979)11,S989 4)J I S G - 1202(1975)