

(290) 高周波誘導結合プラズマ・発光分光分析法による鋼中微量Bの定量

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（以下ICPと略記）は検出感度が優れ、かつ多元素同時定量ができるという効率性から、鉄鋼分野においても急速に普及し、その実用化が進められている^{1)~3)}。著者らは先にこの方法による鉄鋼中の微量元素定量の検討を行ない、微量域ではバックグラウンド補正の必要性と共存元素の影響などについて述べた⁴⁾。今回は鋼中の微量Bを対象として、近接線法によるバックグラウンド補正を行なうとともに定量における問題点について考察した。

2. 装置 JOBIN YVON社製JY48P型を用いた。

3. 実験および考察 (1)鉄溶液におけるBの分析線 2089.6Å±10Å波長のプロファイルはFig.1に示すように全波長域にわたり鉄の発光強度が数多く認められる。近接線によるバックグラウンドの補正線は前回報告したように、鉄および共存元素の影響を受けない波長を選ぶ必要がある。Fig.2は鉄の影響を受けない数点の補正線におけるMn, Ni, Moなどの影響をみたもので、補正線としては共存元素の影響を受けない2083.1Å(a)が適当である。(2)Bの分析線に対する共存元素の影響はFig.2で明らかのようにFe, Mn, Moなどの近接線の重なりの影響があり、その補正は次の式で示される。

$$B \text{ (ppm) true} = B \text{ (ppm) obs.} - (0.275\text{Fe} (\%) + 8.6\text{Mn} (\%) + 221.2\text{Mo} (\%) + 3.3\text{V} (\%) + 2.2\text{Co} (\%))$$

したがって、微量域の定量では共存元素の影響が大きいときはその補正が極めて正確でないと誤差の原因となる。(3)溶液中に insol. B が混在しているとプラズマ炎が高温のため一部解離し、Table 1に示すように正の誤差を与える危険がある。したがって sol. B の定量はろ過後行なう必要がある。(4) 本法による検出下限（バックグラウンドの2σ）は0.58ppmであり、実用鋼の定量精度は含有率10ppmのときσ=0.32ppmで通常の微量域定量に

は十分の精度をもっている。

Table 1 Effect of no-separated insoluble B on determination of soluble B by ICP

Sample	Chemical value			(ppm)	
	total B	sol. B	insol. B	Without filtering	After filtering
No. 1 (carbon steel)	11.8	5.1	6.7	7.3	5.4
No. 2 (")	19.5	3.7	15.8	9.4	4.3
No. 3 (")	17.7	6.3	11.4	7.6	6.1

4. 参考文献 1)遠藤ほか：A&R 17 (1979) 3, P105 2)遠藤ほか：鉄と鋼 66 (1980) 9, P119
3)遠藤ほか：分析化学 30 (1981) P433 4)遠藤ほか：鉄と鋼 67 (1981) 12, S 1090

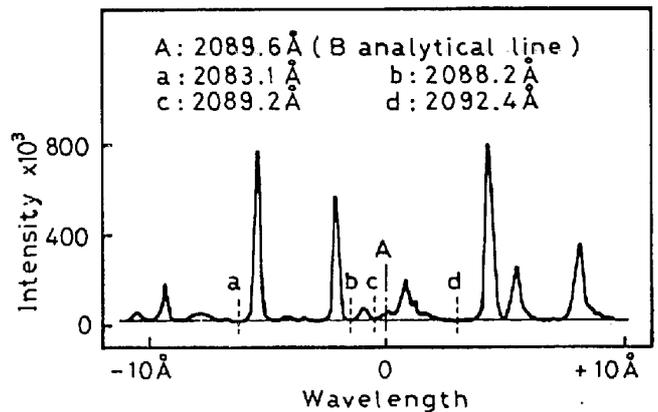


Fig.1 Profile of Fe spectrum neighboring

B analytical line

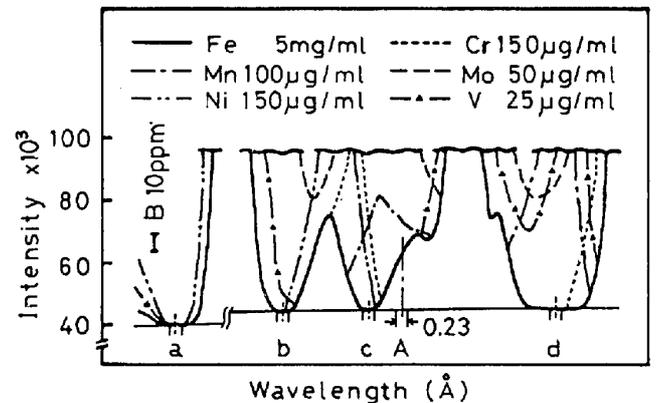


Fig.2 Spectra overlap of coexisting elements to several background measuring line of B