

(301) 溶媒抽出による高周波プラズマ発光分光分析

日新製鋼(株) 呉研究所 助信 豊 ○市岡友之
田中清之

I. 緒言

近年鉄鋼材料の研究は、微量不純物をできるだけ取り除き、高品質化を図る傾向にあるが、必ずしも極微量の分析は、精度面において満足するものではない。

前回、鉄鋼の分析として、酸溶解法による鋼中P(20~500ppm)の分析を報告¹⁾したが、今回、有機溶媒抽出とプラズマ発光分光分析を組み合わせた分析法によって、鋼中20ppm以下のPの定量を試みたので、その結果を報告する。

II. 実験装置

島津ICPV-1000(真空型分光器)

III. 実験結果

1) 発光条件の検討 有機溶媒のプラズマ発光は、水溶液の場合と比較して、トーチの点火条件が重要である。したがって、高周波出力、キャリアガス流量、光源の位置などの条件について検討した。主な条件である、キャリアガス流量と発光強度の関係を求めた結果を図1に示した。

2) 抽出条件の検討 MIBK中へのPの抽出度と硝酸濃度との関係を求めた結果を図2に示した。低硝酸濃度では、未反応のPも抽出することを示し、安定するためには2.9N以上の濃度が必要であることを示している。

微量のPをモリブデン酸アンモニウムの錯体にするためのモリブデン酸の添加量や、MIBKに完全に抽出させる諸条件を決定した。

検量線は、リン酸-カリウムを標準物質として作成した。その一例を図3に示した。

共存元素として、Ni, Cr, Mnは抽出液中20mg(鋼中2%相当)Ti, V, Cuは10mg(1%相当)まで影響がないことを確認した。

本法で鉄鋼標準試料と社内標準試料を分析し、その結果を表1に示した。 \bar{x} 12ppmのもので、CV11%で分析可能であった。

Table 1 Analytical precisions of P in steel (n=10)

Standard sample	BCS 088-1	JSS 001-1	NKSS 145	NKSS 146
	42ppm	12 ppm	(2 ppm)	(2 ppm)
\bar{x}	39.7	12.4	2.09	1.67
s	1.87	1.37	0.14	0.22
CV(%)	4.71	11.06	6.91	13.67

1) 森田, 田中, 市岡, 鉄と鋼 67 (1981) S 1092

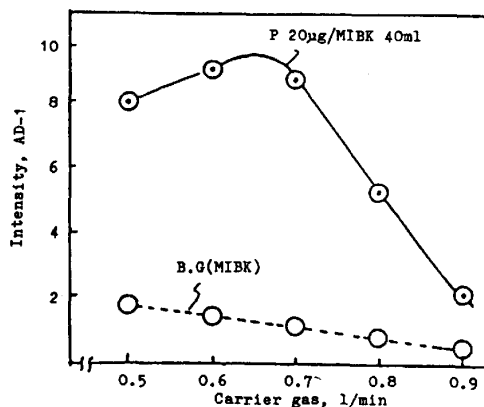


Fig. 1 Effect of carrier gas on emission intensity

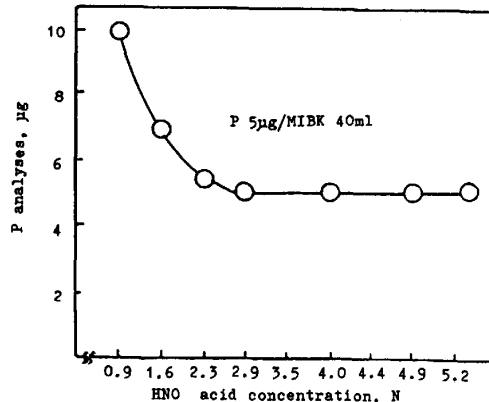


Fig. 2 Effect of HNO3 acid concentration on P analyses

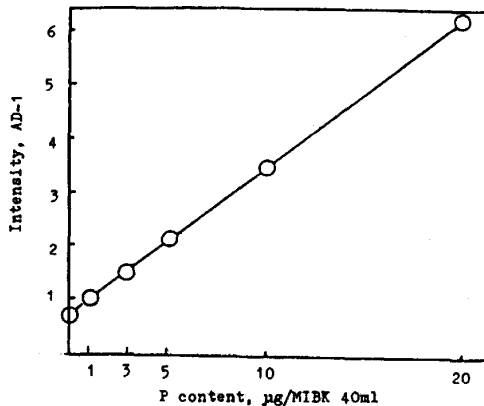


Fig. 3 Calibration curve for P in steel