

(405) 高周波誘導結合プラズマ発光分光分析法によるチタン合金の分析

大同特殊鋼(株) 中央研究所 鈴木敬彦 成田正尚
○茂木文吉

1. 緒言

高周波誘導結合プラズマ発光分光分析は、適用含有率範囲が広く、高能率であることから湿式化学分析に代る方法として鉄鋼・非鉄などの分析に広く活用されている。著者らは先に本法によるチタン・チタン合金中の不純物元素の定量について報告¹⁾した。今回はチタン合金中の主要元素を定量する時の試料調製・耐ふっ酸ネブライザーの使用条件・共存元素の影響補正について検討したので報告する。

2. 装置・測定条件

装置はICPV-1000型を用い、その測定条件・測定元素の波長などをTable 1に示した。

3. 結果

(1) 分析試料溶液の調製 Table 1に示す元素を同時に定量するため試料溶液の調製は、試料0.5gをHF(1+1)5ml, HNO₃(1+1)5ml, H₂O 30mlで分解し、100mlに希釈する方法とした。また内標準としてSr溶液(1mg/ml)を10ml加えた。

(2) 耐ふっ酸ネブライザーの使用条件 テフロン製耐ふっ酸ネブライザーで良好な分析精度を得るためには(i)分析溶液に界面活性剤(トリトンX-100)2.2V/V%2mlを加えテフロンとの濡れ性を改善、(ii)高含有率試料分析直後に低含有率試料を分析した時の影響を防止するため洗浄回数を増すなどの必要があった。

(3) 共存元素の影響補正 Table 2に示すような広含有率範囲を定量する場合のマトリックス効果をTi-定量元素-共存元素の三元系溶液を用いて検討した結果、Fig. 1に示す定量元素Cuに対する共存元素Alの影響の例のように定量元素と共存元素含有率の積に比例する誤差が生じることが判った。この補正法として鉄鋼の蛍光X線分析法²⁾で用いられている(1)式の補正式を適用した結果、Table 2に示したように良好な正確さを得た。またスペクトル線の重なりは、Ti-共存元素二元系試料から得た係数で補正した。

$$\hat{W}_i = X_i \cdot (1 + \sum d_j \cdot W_j) - \sum l_j \cdot W_j \quad \dots (1)$$

$\hat{W}_i$: 補正後定量値(%) d_j, l_j : 補正係数

X_i : 未補正定量値(%) W_j : 共存元素含有率(%)

4. 結言

高周波誘導結合プラズマ発光分光分析によりチタン合金中の主要元素を精度良く定量する方法を確立し、日常作業に適用した。

Table 1 Operating conditions

Output power	1.3 kW
Observation height	14 mm
Coolant gas (Ar)	14 l/min
Plasma gas (Ar)	1.5 l/min
Carrier gas (Ar)	0.95 l/min
Purge gas (Ar)	4.0 l/min
Integration time	40 sec
Analytical lines (nm)	
Si 288.16 V 311.07	
Mn 257.61 Al 396.15	
P 178.29 Sn 189.99	
Cu 327.40 Zr 357.25	
Ni 231.60 Fe 259.94	
Cr 267.72 Nb 319.50	
Mo 202.03 Sr* 407.77	

*Internal standard element

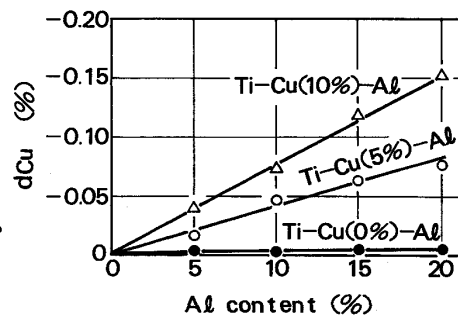


Fig. 2 Effect of Al content on determination value of Cu
dCu: Determination value-Standard value

Table 2 Content range of samples and accuracy (%)

	Si	Mn	P	Cu	Ni	Cr	Mo	V	Al	Sn	Zr	Fe	Nb
Range	.01/.50	1/10	<0.10	1/10	1/10	1/20	1/20	1/25	1/20	1/20	1/15	.5/5	.5/5
$\bar{x}$	.21	4.4	.045	5.2	4.2	10.2	10.2	10	6.4	7.2	5.4	2.5	2.9
n	10	10	9	9	9	9	10	13	15	10	10	9	8
Accuracy $\bar{d}$	-.002	-.003	-.001	.013	.001	-.004	-.022	.000	.005	-.017	.013	.009	.001
σ_d	.009	.021	.004	.014	.035	.036	.019	.036	.029	.028	.022	.017	.014

参考文献 1) 茂木ら: 鉄と鋼 72(1986) S 410

2) JIS G 1256-1982