

ICPE-9000による鉄鋼の分析

Iron and Steel Analysis by ICPE-9000

はじめに

Introduction

鉄鋼は、様々な工業製品や日用品など、あらゆる分野で使用されている最も代表的な材料のひとつです。鉄鋼材料はその種類も多く、どの元素がどのくらい含まれるかによって強度や耐熱性、耐食性などの性質が変化するため、成分の工程管理や品質管理がとて重要になります。含有元素の濃度範囲も、材料や元素の種類によりppm～数十%と広範囲となり、分析装置としては、高感度かつワイドレンジな能力が要求されます。

今回、島津マルチタイプICP発光分光分析装置ICPE-9000を用いて鉄鋼標準物質の測定を行いましたのでご紹介します。

ICPE-9000は、CCDを検出器に用いたマルチタイプのICP-AESです。高感度な軸方向観測を標準装備、更にオプションで横方向観測を選択することで、リンや硫黄などの微量元素から、ステンレス鋼中のニッケルやクロムなどの高濃度元素までを一斉分析することができます。また、低合金鋼とステンレス鋼のように、同一元素で濃度が大きく異なる場合でも、ひとつのバッチで同時分析することが可能です。

S. Hashimoto

分析条件

Analytical Conditions

| | |
|-----------|----------------|
| 装置 | : ICPE-9000 |
| 高周波出力 | : 1.2 (kW) |
| プラズマガス流量 | : 14 (L/min) |
| 補助ガス流量 | : 1.2 (L/min) |
| キャリアーガス流量 | : 0.70 (L/min) |
| 試料導入 | : 同軸ネブライザー |
| 試料吸引量 | : 1.0 (mL/min) |
| スプレーチャンバー | : サイクロンチャンパー |
| プラズマトーチ | : 高塩用トーチ |
| 観測方法 | : 軸方向 / 横方向 |

試料

Samples

(社)日本鉄鋼連盟の日本鉄鋼認証標準物質を用いました。

- JSS154-12 (低合金鋼)
- JSS650-5 (SUS430, フェライト系ステンレス鋼)
- JSS651-12 (SUS304, オーステナイト系ステンレス鋼)

試料の前処理

Sample Preparation

ピーカーに試料1gを秤量、硝酸10mL + 塩酸30mLを加え、加熱溶解します。

ろ過します。

不溶解残渣を灰化後、混合融剤(炭酸ナトリウム:四ホウ酸ナトリウム = 2:1)2gで融解します。融解生成物を少量の温水と6M塩酸5mLで溶解します。

の溶解液を のろ液に合わせ、酒石酸5.4% (w/v) 30mL、イットリウム10mg/mL 2mLを加え、200mLに定容、分析用試料とします。

試料および前処理はJFEスチール株式会社スチール研究所様からご提供いただきました。

検量線用標準液

Standard Solution for Calibration Curve

高純度鉄(99.99%以上、スポンジ)を、試料と同様に溶解、これをベースとし、分析元素標準液を段階的に添加し作成します。

分析

Analysis

内標準元素としてイットリウムを用い、検量線法にて各元素の定量を行いました。

認証値、参考値の示されていない元素に関しては、定量値の妥当性確認のため高分解能形ICP(島津シーケンシャル形ICPS-8100)でクロスチェックを行いました。

分析結果

Results

Table1に定量結果及び本測定における検出下限を示します。

多くの元素で、認証値あるいはICPS-8100の結果と一致した定量結果が得られています。

Table 1 鉄鋼認証標準物質の定量結果 (単位: %)
Results of Iron and Steel Certified Reference Materials

| 試料名 | | JSS154-12 | | | JSS650-5 | | | JSS651-12 | | |
|-----|---------|-----------|---------|------------------|----------|---------|----------|-----------|---------|-------------------|
| 元素名 | DL | 定量値 | SD | 認証値 | 定量値 | SD | 認証値 | 定量値 | SD | 認証値 |
| Si | 0.0002 | 0.628 | 0.002 | 0.61 | 0.324 | 0.001 | 0.32 | 0.668 | 0.003 | 0.69 |
| Mn | 0.00001 | 1.157 | 0.002 | 1.16 | 0.441 | 0.001 | 0.44 | 1.320 | 0.002 | 1.33 |
| P | 0.001 | 0.004 | 0.001 | 0.0039 | 0.023 | 0.001 | 0.024 | 0.026 | 0.001 | 0.026 |
| S* | 0.001 | 0.006 | 0.0002 | 0.004 (0.006) | 0.003 | 0.0002 | 0.0035 | 0.009 | 0.0003 | 0.0052 (0.009) |
| Cu | 0.00005 | 0.205 | 0.001 | 0.20 | 0.0265 | 0.0001 | 0.026 | 0.0785 | 0.0003 | 0.076 |
| Ni | 0.0001 | 0.514 | 0.0006 | 0.51 | 0.206 | 0.0003 | 0.21 | 9.02 | 0.01 | 9.03 |
| Cr | 0.0001 | 1.93 | 0.008 | 1.93 | 16.3 | 0.04 | 16.18 | 18.3 | 0.04 | 18.26 |
| Mo | 0.0001 | 0.383 | 0.0005 | 0.38 | 0.0074 | 0.00006 | 0.008 | 0.056 | 0.0002 | 0.054 |
| Ti | 0.00001 | 0.0002 | 0.00001 | (0.0002) | ND | | (ND) | 0.00114 | 0.00001 | (0.00124) |
| V | 0.00002 | 0.304 | 0.0004 | 0.30 | 0.0294 | 0.00005 | (0.0302) | 0.0677 | 0.0001 | (0.0690) |
| Nb | 0.00005 | 0.0006 | 0.00002 | (0.0004) | 0.0012 | 0.00004 | (0.0016) | 0.0030 | 0.0001 | (0.0033) |
| Al | 0.0001 | 0.0012 | 0.0001 | 0.001 | 0.0044 | 0.0001 | 0.005 | 0.0013 | 0.0001 | 0.003 (0.001) |
| Co | 0.00005 | 0.0038 | 0.00003 | (0.0034) | 0.0337 | 0.0001 | (0.032) | 0.215 | 0.0003 | 0.22 |
| As | 0.0004 | 0.002 | 0.0003 | (0.001) | 0.006 | 0.0003 | (0.005) | 0.004 | 0.0003 | (0.003) |
| Sn | 0.0001 | 0.001 | 0.0001 | (0.001) | 0.003 | 0.0002 | (0.002) | 0.004 | 0.0002 | (0.003) |
| Ce | 0.00004 | ND | — | (ND) | ND | — | (ND) | ND | — | (ND) |
| La | 0.00001 | ND | — | (ND) | ND | — | (ND) | ND | — | (ND) |
| Pb | 0.0005 | ND | — | (ND) | ND | — | (ND) | ND | — | (ND) |
| Sb | 0.0007 | ND | — | (ND) | ND | — | (ND) | ND | — | (ND) |
| Zn | 0.00006 | ND | — | (0.0001) | 0.001 | 0.0001 | (0.001) | 0.001 | 0.0001 | (0.001) |
| Zr | 0.00003 | 0.0001 | 0.00002 | (0.0001) | 0.0002 | 0.00002 | (0.0001) | ND | | (ND) |

DL : 検量線ブランクを用いたN=10繰返し測定における標準偏差から求めた検出下限 (3)

SD : N=10繰返し測定における標準偏差

ND : 不検出

() : ICPS-8100における結果

S* : 今回の前処理は、硫黄分析を想定したものでないため、硫黄の定量結果は参考値です。

初版発行 : 2009年3月

 **島津製作所** 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

● ☎ 0120-131691(携帯電話不可)
● 携帯電話専用番号(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。