

# Application News

## No.J112

ICP 発光分光分析  
Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry

### 鉄鋼中微量元素から主成分元素の一斉分析 ： ICPE-9820

Simultaneous Analysis of Trace and Major Elements in Iron and Steel by ICPE-9820

#### 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も重要になります。含有元素は、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、広いダイナミックレンジが要求されます。

今回、島津マルチタイプ ICP 発光分光分析装置 ICPE-9820 を用いて鉄鋼標準物質の分析を行いました。ICPE-9820 は、軸方向観測 (AX) と横方向観測 (RD)、の両方向観測により、微量元素から主成分元素まで一斉分析を行うことができます。

S. Hashimoto

ら高濃度の主成分元素の測定はもとより、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、一度で分析することが可能です。

Table 1 測定条件  
Analytical Conditions

装置	: ICPE-9820
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	: 0.7 L/min
試料導入 チャンバー	: ネブライザー10 : サイクロンチャンバー
プラズマトーチ	: 高塩用トーチ
観測方向	: 軸 (AX) / 横 (RD)
測定時間	: 3分40秒 / 試料 (リンス時間込み)

#### 試料

##### Sample

日本鉄鋼認証標準物質 ((社) 日本鉄鋼連盟)

- 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

- ① 試料 1 g を王水で加熱溶解し、溶解液をろ過しました。
- ② 残渣をアルカリ融解 (炭酸ナトリウム, 四ホウ酸ナトリウム = 2 : 1) し、融解生成物を塩酸で溶解しました。
- ③ 溶解液を①のろ液に合わせ、酒石酸を 5.4 % (w/v) とするよう加え、200 mL に定容し試料溶液としました。この際、内標準元素として、イットリウム (Y)、を試料溶液中濃度として、100 mg/L となるように添加しました。

#### 検量線用標準液

##### Standard Solution for Calibration Curve

高純度鉄 (純度 99.99 % 以上) を試料と同様に溶解し、これをベースとして、分析元素の標準液を段階的に添加し、検量線試料を作製しました。

#### 装置と測定条件

##### Instrument and Analytical Conditions

測定には、島津マルチタイプ ICP 発光分光分析装置 ICPE-9820 を用いました。

測定条件を Table 1 に示します。

ICPE-9820 は、高感度の軸方向観測 (AX)、高濃度分析に適した横方向観測 (RD) の2方向観測を自動切換えで測定できることから、非常に広いダイナミックレンジが得られます。また、プラズマトーチは、縦方向に配置されており、メモリー効果を軽減できます。これらの特長から、微量元素か

#### 分析

##### Analysis

検量線法 - 内標準法にて定量を行いました。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型 ICP (島津シーケンシャル型 ICPS-8100) でクロスチェックを行いました。

#### 分析結果

##### Analytical Result

Table 2 に、高濃度試料を測定した直後のブランク試料の値を示します。装置内の汚染 (メモリー効果) は、十分に低いことがわかります。ステンレス鋼のように高濃度の Ni, Cr を含む試料を導入直後に、低合金鋼のような Ni, Cr が低濃度の試料を分析した場合でも、メモリー効果による分析誤差を生じません。

Fig. 1 に Ni, Cr の検量線を示します。同一元素で、プラズマの観測方向や測定波長を変更することにより、異なる濃度範囲の検量線を作成することができます。これにより、濃度範囲の広い定量が可能となり、試料や元素毎に希釈倍率を変更する必要がなくなります。検量線の選択は、濃度に応じてソフトウェアが自動で行いますので、分析終了後のデータ評価時間の短縮、また人為的評価ミスを軽減できます。

Table 3 に分析結果を示します。多くの元素で、認証値あるいは ICPS-8100 の結果と一致した良好な結果が得られました。

#### まとめ

##### Conclusion

ICPE-9820 を用いることで、様々な種類の鉄鋼試料を、正確に、かつ効率的に分析することができます。

[参考資料]

1) JIS G1258-3 : 2014 (鉄及び鋼—ICP発光分光分析方法—  
第3部:多元素定量方法—酸分解・炭酸ナトリウム融解法)

Table 2 高濃度試料を導入した直後のブランク試料の値 (メモリー効果) (単位: mg/L)  
The Value of the Blank Sample After Injecting a High Concentration Sample

	Ni	Cr
高濃度試料溶液	1000 (20 wt%)	2000 (40 wt%)
高濃度試料を導入した直後のブランク試料の値	0.003 (0.00006 wt%)	0.016 (0.00032 wt%)

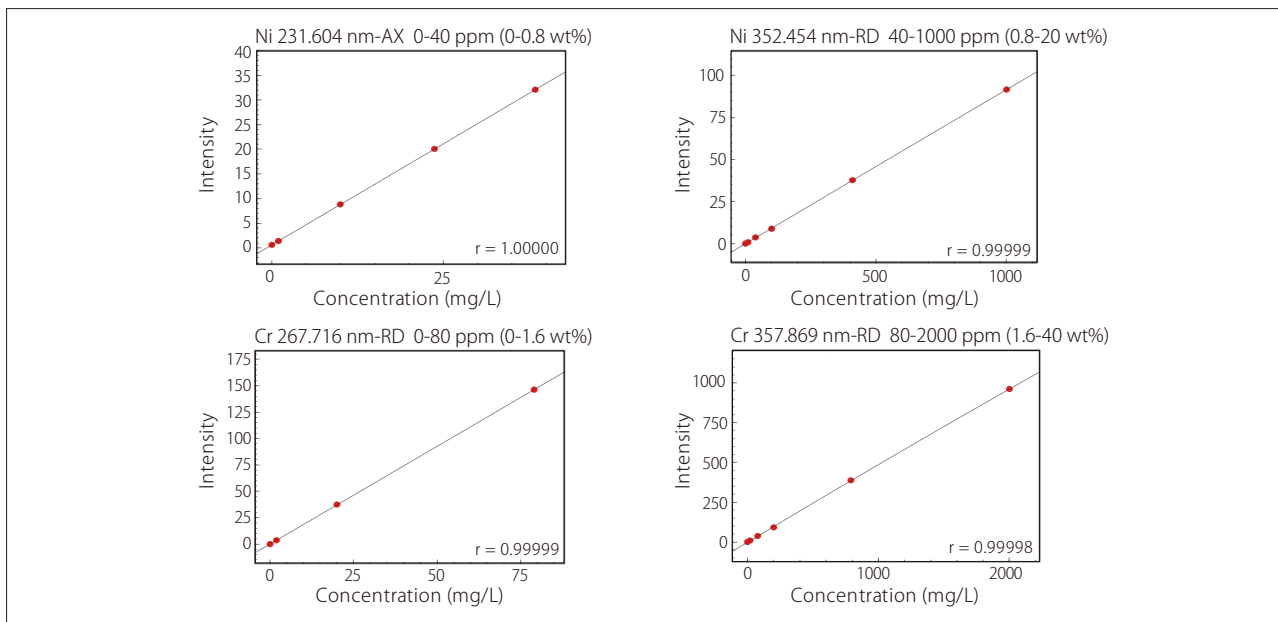


Fig. 1 Ni, Crの検量線  
Calibration Curves of Ni and Cr

Table 3 鉄鋼認証標準物質の分析結果 (単位: wt%)  
Analytical Results of Iron and Steel Certified Reference Materials

試料名 元素名	検出限界	JSS154-12			JSS650-5			JSS651-12		
		定量値	標準偏差	認証値	定量値	標準偏差	認証値	定量値	標準偏差	認証値
Si	0.0002	0.623	0.002	0.61	0.325	0.002	0.32	0.671	0.002	0.69
Mn	0.00002	1.156	0.003	1.16	0.443	0.001	0.44	1.322	0.003	1.33
P	0.001	0.004	0.001	0.0039	0.022	0.0007	0.024	0.027	0.002	0.026
S *	0.002	0.006	0.0003	0.004 (0.006)	0.004	0.0003	0.0035	0.008	0.0003	0.0052 (0.009)
Cu	0.00004	0.203	0.002	0.20	0.0263	0.0001	0.026	0.0781	0.0002	0.076
Ni	0.0001	0.515	0.0004	0.51	0.207	0.0003	0.21	9.05	0.008	9.03
Cr	0.0002	1.94	0.007	1.93	16.3	0.03	16.18	18.3	0.05	18.26
Mo	0.0001	0.384	0.0004	0.38	0.0075	0.00005	0.008	0.055	0.0003	0.054
Ti	0.00001	0.0002	0.00002	(0.0002)	<		(<)	0.00113	0.00002	(0.00124)
V	0.00001	0.305	0.0003	0.30	0.0297	0.00004	(0.0302)	0.0679	0.0001	(0.0690)
Nb	0.00004	0.0005	0.00003	(0.0004)	0.0013	0.00005	(0.0016)	0.0031	0.0002	(0.0033)
Al	0.0001	0.0013	0.0001	0.001	0.0045	0.0001	0.005	0.0027	0.0002	0.003
Co	0.00003	0.0037	0.00004	(0.0034)	0.0332	0.0002	(0.032)	0.216	0.0003	0.22
Sn	0.0002	0.001	0.0001	(0.001)	0.002	0.0003	(0.002)	0.004	0.0003	(0.003)
Zn	0.00007	<		(0.0001)	0.0008	0.0002	(0.001)	0.001	0.0002	(0.001)
Zr	0.00004	0.0001	0.00002	(0.0001)	0.0002	0.00003	(0.0001)	<		(<)

検出限界: 検量線ブランクを10回繰返し測定し求められた標準偏差の3倍濃度×希釈率(200)

< : 検出限界未満

標準偏差: 同一試料溶液を2回繰返し分析を行ったときの標準偏差

( ) : ICPS-8100による分析結果

S\* : 硫黄分析を想定した前処理でないため、参考値として示します。

株式会社 島津製作所

分析計測事業部  
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行: 2014年8月

島津コールセンター ☎ 0120-131691  
(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。