

(218) 粉末法による鋼滓の発光分光分析

日新製鋼(株)周南製鋼所研究部

前北果考 原田子 福田善穂

1. 目的

従来、鋼滓の分析は湿式分析が一般的であった。湿式分析は操作が繁雑、分析に長時間と高度の熟練を要し、精度の異なる諸問題があり、管理分析としては不向きであるのでこれを改善するために、粉末発光法による定量を検討した。

2. 方法

(1) 標準試料は社内の工程管理用分析試料の中から適当なものを選択し、湿式分析により標準値を決定した。内標準添加物質としては、同じ形の酸化物で、定量各元素との間にイオン化電圧、アーク温度の接近した物質で、スペクトル線の少ないCaOとし、緩衝剤としては黒鉛粉末のほかLi₂CO₃、Na₂CO₃も添加したものにっして検討を行なった。

(2) 試料の調製は、試料を200 meshに粉砕し、内標準物質と緩衝剤を加え、十分混合後粉砕し、くびれつぎ充てん電極を用い、タツピンアトより試料を充てん、発光する。

(3) 放電は弧光的とし、試料の飛散と噴出を防ぐために、低圧コンデンサー放電発生装置の回路抵抗をより大きくし、試料を陽極とした。放電回路定数は、L: 50μH、C: 40μF、R: 250Ω、E: 600Vを選り、分光器のスリット巾: 40μ、予備放電: 5秒、露光: 15秒とし、分光器: 島津GE-340形、火花発生装置: 中野M-132形を使用し、三段フィルターを用いた。

3. 結果

粉末発光法により鋼滓の定量分析を検討し、次の結果が得られた。

- (1) 緩衝剤として黒鉛粉末のみの場合、Crについて再現精度が悪い。
- (2) 黒鉛粉末にNa₂CO₃を加えることにより試料の母体効果を防止するとともに、弧光の安定が得られ、SiO₂、Cr₂CO₃、MgO、MnO、CaO、T.Feの同時定量が可能になり、精度も湿式分析に比べ著しく向上し、粉末発光法として十分実用できるようなった。検量線と分析線対をそれぞれ図1、表1に記す。

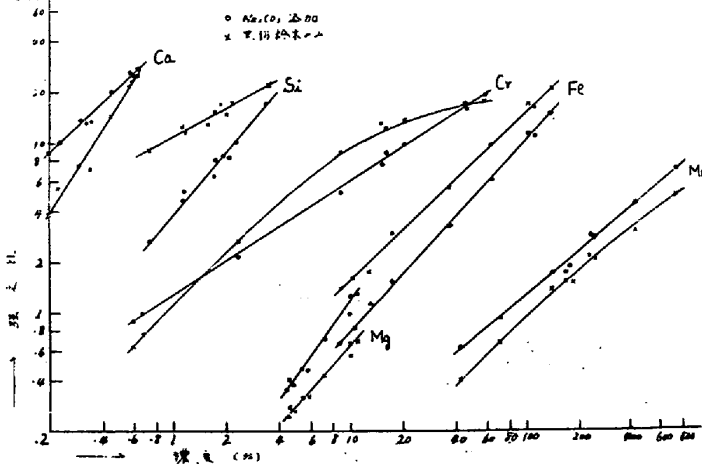


図1. 検量線

表1. 分析線対(A)

分析線	内標準線
Si I 2506.9 a	Cu I 2824.4 b
Cr II 2677.1 a	Cu I 2824.4 b
Mg I 2783.0 a	Cu I 2824.4 b
Mn I 2933.1 a	Cu I 3010.8 b
Ca I 3009.2 b	Cu I 3010.8 b
Fe I 3075.4 a	Cu I 3010.8 b

注. a, b は三段フィルター