

(290) 回転電極を用いた分光写真分析法による 鋼中微量元素の定量

大同製鋼(株)中央研究所 足立敏夫 伊藤六仁
○伏田 博

I. 緒 言 鋼材に与える微量元素の影響を究明することは、鉄鋼研究の重要な課題である。それには微量元素分析法の確立を計ることが必要である。本報では鋼中に含有すると考えられる約 30 元素を取上げ、分析法の基礎検討として、合成溶液を使って回転電極による分光写真分析法の分析精度を調査するとともに、多元素溶液の共存元素の影響を詳細に調べ影響の少ない線対を選択して信頼度の高い分析法の基礎を確立したので、その概要を報告する。

II. 実験装置

分 光 器：島津製 Q L 170 型石英分光器。発 光 装 置：島津ホイスナー式火花発生装置と断続弧光装置の組合せ。測 光 装 置：島津マイクロホトメータ。

III. 検討結果

1. 感度並びに精度のよい発光条件を見出すため、必要と思われる条件を取上げ 2nd 型直交配列実験計画法によって、スペクトル線強度とバックグラウンドとの比を特性値として分散分析を行ない、表-1 の実験条件を決定した。
2. ナトリウムの添加は励起の安定と S/N を向上させ低濃度域のスペクトル線の識別が容易となり、感度の向上に計られることを確認した。
3. 感度に与える酸の影響を、塩酸・硫酸について調査した結果、1 規定以下は感度が顕著に変化するが、1 規定以上の酸では比較的安定した感度が得られた。
4. 内標準元素にコバルトを選び、Co-X 2 元素溶液を使って各元素の繰返し精度を調査した結果、変動率として 2.5% ~ 14.5% の良好な結果が得られた。
5. 合成溶液調整時の加水分解を防ぐための検討を行ない、クエン酸・酒石酸・シュウ酸の内酒石酸の添加が有効であることを確かめた。
6. 共存元素の影響を調べるため、各元素の検量範囲の内、上下限濃度について合成溶液を調製し、2nd 型直交配列実験計画法に基づいて実験し、Co/X のスペクトル線濃度比を特性値として、分散分析を行ない、共存元素の影響を受けない良好な線対を選択した。
7. 検討全元素の検量範囲を網羅し、且つ検量線の性能をそこなわないための必要最小限の合成標準溶液数を 5 件にとり、合成調整した標準溶液を実験し、スペクトル線強度比と濃度との関係を示す検量線を作成した所、良好な検量線が得られた。各元素の適用濃度範囲を表-2 に示す。
8. 鋼中非金属介在物分析への適用を試みた所より精度で定量できた。

表 1 実験条件

高周波 1 次電圧：	50V
断続弧光電圧：	220V
断続弧光電流：	9A
断続速度：	2回/秒
断続比：	1/3
予備放電時間：	10秒
露光時間：	6分

表 2 適用濃度範囲

元 素	濃度範囲(μg/ml)	元 素	濃度範囲(μg/ml)
Ca, Mg, Ag,	0.5 ~ 20	As, Cd,	30 ~ 500
Cu, Cr,	1 ~ 100	Zr, Nb,	50 ~ 400
Mo, Ni, V, Pb, Y	5 ~ 100	W,	100 ~ 800
Si, Mn, Al, Ti	10 ~ 100	Te,	200 ~ 2000
B, La		Sb,	400 ~ 2000
Bi, Sn, Zn, Fe	10 ~ 500	Ce,	500 ~ 1000