

大同製鋼(株) 中央研究所 水谷清澄 ○成田正尚

1. 緒言 最近電量測定法による自動いおう測定装置が市販され、当所にて検討実験を行なった結果、装置を管理用標準試料を用い1点管理法にて標準化した場合、その管理点次第で未知試料分析時に偏差を示す事がわかった。以下その原因および補正方法について報告する。

2. 装置

自動いおう電量測定装置：国産電気製 クーロマチック3"

3. 検討概要

(i) 高いいおう分析時の偏差(高値)について

通常、装置の標準化は、日本鉄鋼標準試料いおう専用鋼(0.031%)を用い行うが、この状態にて高いいおう領域を分析した場合、いおう0.300%付近にて正值に比べ約0.020%高値を示す。

(ii) 未電解残留カウント

装置は分析終了ランプ点灯後に分析値上有意とみられるカウント(未電解残留カウントと称す)を示しその度合はいおう含有量によって多少異なるが400カウント以上になると一定となり、その量は約40カウントである(図-1)。又それを完全に計数するに要する時間は約7~8分である。

(iii) 未電解残留カウントが装置標準化に与える影響

図-2に見る如く通常理想と思われる検量線はAであるが分析終了ランプ点灯後に未電解残留カウントが40あるから実際検量線はBである。ところが分析終了ランプ点灯時にカウント値を読み取って装置の標準化(コンデンサー容量の設定)を行えばその検量線はCとなる。この関係から標準点より高(低)含有域で分析値は正值より高(低)値を示す事になる。0.040%と0.300%の2種類の標準試料により標準化しC検量線で各含有域を読み取った場合の結果を表-1に示す。

(iv) 適正標準化点と補正法

装置を1点にて管理する場合表-1に示す通り出来る丈、高いいおう濃度の所で標準化した方が正確度か向上する。当所では現場分析への適用法として高いいおう含有域で標準化し低いいおう含有域ではその偏差(表-1の偏差)を補正する事にした。

4. 結論

(i) 未電解残留カウントを完全に計数すれば標準化点の高低は問題にはならないが、分析時間が長くなり現場分析に適しない。

(ii) 未電解残留カウントの影響を出来るだけ小さくするため標準化点を高くし低含有域を補正する事により良好な分析結果を得る事が出来た。

図-1 未電解残留カウント状態

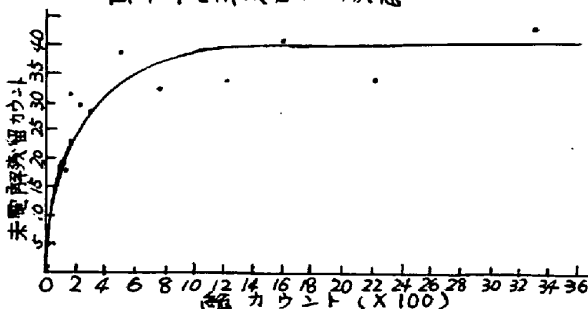


図-2 検量関係

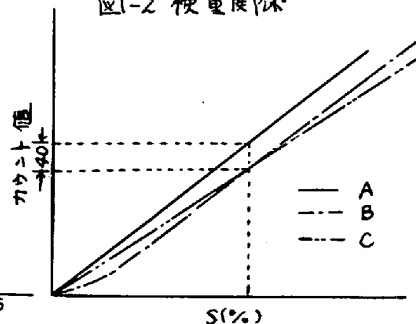


表-1 分析値比較

標準値 (%)	0.04%標準化時の分析値 (%)	0.30%標準化時の分析値 (%)
0.020	0.019	0.018
0.050	0.050	0.049
0.080	0.082	0.079
0.150	0.161	0.148
0.200	0.216	0.199
0.250	0.271	0.250
0.300	0.326	0.300