

(339) 融解成形試料を用いる鉄鋼中微量元素の発光分光分析

川崎製鉄 技術研究所

岸高 壽

緒言. 筆者は鉄粉および鋼の切粉を融解してボタン状成形体としそれを用いて微量元素の分光分析を試みた。実験にはアルゴンアーフ炉, 光電測光式真空分光装置, 高速発光装置, および記録制御用コンピュータを用いた。

方法. 3種類の鉄粉および4種類の鋼の試料を融解してそれぞれ2ヶのボタン状成形体を作りその上面を研摩して分析に供した。各成形体について1回の放電を行ない各成分元素のスペクトル線の積分強度 I_M を測定し同じ実験と同を変えて3回行なった。次に I_M の鉄のスペクトル線の積分強度 I_{Fe} に対する比率 $X_M = (I_M / I_{Fe}) \times 1000$ を求め, 各回各試料毎の X_M の2ヶのデータの変動範囲の平均から各元素についての X_M の標準偏差の推定値 $\hat{\sigma}_X$ を求め, 一方において各試料毎の X_M の平均値と化学分析の結果から検量線を作りその傾きから成分濃度 C と X_M についての差分商 $\Delta C / \Delta X$ を求め, 次の式によって分析結果の標準偏差 $\hat{\sigma}_C$ を求めた。

$$\hat{\sigma}_C = \hat{\sigma}_X \left(\frac{\Delta C}{\Delta X} \right) \sqrt{\frac{1}{k'} + \frac{1}{k''n}}$$

式において, k' : 未知試料の放電繰返し数, k'' : 標準試料の放電繰返し数, n : 標準試料の個数(ここでは $k'=2$, $k''=2$, $n=4$ とした。)より上述の検量線を用いて数種の標準鋼および鉄鉱石還元鉄粉について分析値の再現テストを行なった。

結果. 得られた結果の一例を表 1 に示す。得られた分析精度はこれまでの酸化粉末アーフ発光写真分光法に匹敵し, 再現性および化学分析値との比較の結果も良好であった。ただし **Ti, Mg, Ca** についてはデータのバラツキが大きく, また **As, Nb, Sb** については検出感度が低かった。これらの点については今後検討を進めたいと思っている。

表 1. Analytical results and the standard deviations

Element	Estimator of standard deviation $\hat{\sigma}_E$ ppm	Analytical results, concentration ppm											
		Standard steel samples						Reduced iron ores					
		BCS 149-1		JSS 421-6				India		Australia		Peru	
		QV	Chem	QV	Chem			QV		QV		QV	
Si	39	40	30	20	52	47		<	<	<	<	<	<
Mn	24	240	230	260	<	<		130	170	130	160	205	202
P	3.9	91	90	100	132	131	144	<	<	<	<	214	215
S	20	128	123	130	165	170	170	550	560	450	470	125	122
Ni	3.7	24	32	20	141	138	150	105	106	10	20	111	98
Cr	1.45	5	1	10	150	150	170	125	125	49	49	131	132
Mo	1.03	6	1	10	36	35	40	1)	1)	1)	1)	94	86
Cu	1.46	5	6	10	181	182	190	30	29	28	26	184	187
V	0.70	2	1	10	8	8		27	26	13	12	150	150
Co	1.82	84	79	90	53	54		65	63	26	25	29	29
Ti	2.3	6	27		1)	1)		47	43	19	5	12	11
As	4.4	7	8	10	60	42	52	1)	1)	1)	1)	6	1)
Sn	1.42	19	17	20	15	10	19	3	3	11	14	15	4
B	0.159	2	2		2	2		1)	1)	1)	1)	1)	1)
Nb	4.3	7	1		1	1		1)	1)	1)	1)	1)	1)
Zr	24	6	1)		1	1		1)	1)	1)	1)	1)	1)
Se	5.8	2	3		10	10		1	1)	1)	1)	1)	1)
Sb	7.5	1)	1)		8	1)		1)	1)	1)	1)	37	9
Pb	0.66	2	2		1	1		1)	1)	1)	1)	1)	1)
Bi	1.62	8	8		5	5		5)	5)	5)	5)	5)	5)

QV : Analytical value by Quantvac

< : Over 300 ppm

Chem: Standard or reference value by chemical method