

(359) 発光分光分析による鉄鋼中のカルシウムおよびマンガンの定量

大同特殊鋼(株) 研究開発本部 中央研究所 伊藤六仁, 佐藤昭喜
○伏田 博, 成田正尚

1. 緒言 発光分光分析による鉄鋼中のボロン あるいはアルミニウムの形態別定量については、スパーク放電のパルス強度分布測光法であるP.D.A法 (Pulse Distribution Analysis Method) によって精度よく定量できることをすでに発表した。^{1) 2)} 本報告は鉄鋼中のカルシウムおよびマンガンの分析にP.D.A測光法を適用した結果についてその概要を報告する。

2. 実験方法

2.1 実験装置および発光条件 前報¹⁾と同じ

2.2 測定波長 FeII : 3820.4 Å (内部標準), CaII : 3933.7 Å, Mn : 2933.1 Å

2.3 実験内容 市販の標準試料および社内溶製材を用いて下記の実験を行なった。

(1) 予備放電時間を変化させた時のパルス分布の調査およびI-t曲線 (スペクトル強度と時間の関係) の調査を行ない、適切な予備放電時間を検討した。

(2) 所定時間予備放電後1000パルスおよび2000パルスサンプリングして得られたパルス分布 (パルス強度と度数の関係) から種々の測光値で分析精度を調べ最適な測光条件を検討した。

(3) 研磨布の砥粒材質が測定値に与える影響および試料研磨粗度と測定値の関係を調査した。

3. 検討結果

3.1 放電初期の発光強度は、Caの測定時並びに高S含有試料のMn測定時に強く、且つ強度変化も大きく、放電時間の経過とともに安定した強度を示した。しかし低S含有試料のMn測定時にはこのような現象は見られず、放電初期から発光強度は安定であった。

3.2 一定パルスサンプリングして得られたパルス分布からの測光値としてCaの場合はI40% (強度の弱い方からの累積度数の40%目に当るパルス強度) Mnの場合はI50%をそれぞれ適用した時良好な分析精度であった。なおCaの測定時サンプリング1000パルスと2000パルスの両者について分析精度を比較した結果後者の分析精度は前者の場合にくらべ約2倍精度の向上が認められた。(Caの分析精度: 7~27ppmで σ 0.4~1.0ppm, Mnの分析精度: 0.43%で σ 0.04%, 1.51% で σ 0.010%)

3.3 炭化珪素系研磨布で研磨した時Caの測定強度は異常に強く、又バラッキも大きいことから、研磨布からのCa汚染が明らかとなり、研磨布を使い換えないよう留意する必要を認めた。

3.4 高S含有試料についてMn定量時研磨粗度と測定値の関係を調べた結果、研磨粗度 #40, #120 (AA系研磨布による研磨), #200 (機械切削研磨) の順に標準値とのMn偏差が大きくなった。

以上の検討結果から表-1の如く定量条件を定めた。

3.5 確立した定量条件による正確度は表-2

に示した如く実用的に満足した結果であった。

4. 結言 発光分光分析によるP.D.A測光法の適用により、Caについては化学分析から発光分光分析に移行でき、又Mnについては定量範囲の拡大に伴ない、Mn 2.00%以下の炉前試料の迅速分析が可能となり、分析能率の向上に寄与できた。

文 献 1) 佐藤昭喜ほか; 鉄と鋼 1978 S363

2) 鉄共研 発光分光分析分科会資料 発光 No 581

表-1 定量条件

	Ca	Mn
研磨布	AA#120	AA#40
予備放電	3000パルス	2000パルス
サンプリング	2000パルス	1000パルス
測光値	I40%	I50%

表-2 正確度

	Ca	Mn
検討範囲%	0.0004 ~0.0039	0.03 ~2.43
n	30	112
平均含有率%	0.0018	0.79
σ %	0.00033	0.015