

(360)

鉄鋼の発光分光分析における共存元素の相乗干渉

川崎製鉄

水島製鉄所 工博

遠藤芳秀○杉原孝志

保科三郎

斉藤啓二 松村泰治

1. 緒言 発光分光分析における共存元素の干渉についてはすでに多くの報告¹⁾がなされており、これらの補正法も確立されている。しかしながら、これらの報告は主として共存元素の分光干渉による重なりの影響であり、元素の相乗干渉にまで言及したものは少ない。著者らはAr-Arc炉(デグサ炉)²⁾を用いて二元系、三元系の試料を溶製し、はじめにS, P, V, Nbに対する共存元素の影響およびその補正法についての検討を行なったが、このうちSに対してはCの相乗干渉のあることが明らかになった。すなわち鉄鋼中のSを定量するときCの影響があり、その影響はC濃度の上昇に伴ないSの発光強度が増加し、しかも比例関係にはない。そこでその補正式を案出し実際試料に適用した。

2. 実験

2.1 試料の溶製 二元系および三元系試料は不純物の少ないベースメタルに高純度の金属あるいは試薬を加え、Ar雰囲気中でアーキングして溶製した。この試料は20mmφ、厚さ10mmのボタン状のものでさらにこれを表面から3mm研磨して発光分析面とした。目的元素および共存元素の含有率は化学分析法により求めた。

2.2 補正元素 目的元素はS, P, VおよびNbであり、実験した共存元素は鉄鋼に含有され、それぞれの目的元素の測定波長に近接する元素を選んだ。

3. 装置 発光装置: LV S-SG400(島津製), 分光器: GVM-100(島津製) 測定波長としてS:1807.3Å, P:1782.9Å, V:3110.7Å, Nb:3195.0Åを使用した。

4. 実験結果

4.1 Sに対する共存元素の影響 図1にC濃度に対するS濃度と発光強度との関係を示す。図中に基準線とあるのはC濃度が極めて小さい場合のSの発光強度との関係線である。この図から明らかなようにCの影響は単なる重なりによる分光干渉のみでなく、CとSとの相乗干渉がみられる。したがって、 $\Delta S = f(C, S)$ の関数になり補正する場合はCの層別が必要である。図2は補正を容易にするため図1を変形し、S濃度による層別を行ない近似的に ΔS とC濃度との関係を示した。この方法によれば、図1の基準線からS値を推定し、Cによる誤差を補正することができる。表1に本補正法によって求めた発光分析値と化学分析値との比較を示す。

C以外の共存元素Mn, Ni, Cr, Moについては単なる重なりの影響として一次式で補正ができる。

4.2 P, V, Nbに対する共存元素の影響 Pに対してはMn, Cu, Ni, Cr, Moを、VにはMn, Cr, Moを、NbにはMo, Cr, Mn, Siについて調べたが、相乗干渉はみられず単なる重なりの影響であり、一次式として補正できる。

文献 1) 田中ら: 分析化学, 24 (1975), P423

2) 遠藤ら: 鉄と鋼, 55 (1969)13, P1270

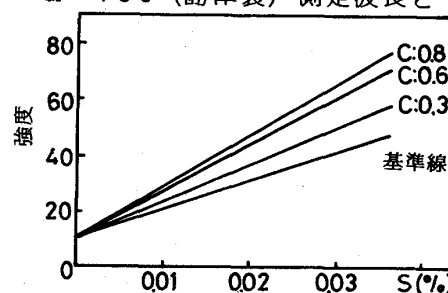


図1 S濃度と発光強度との関係

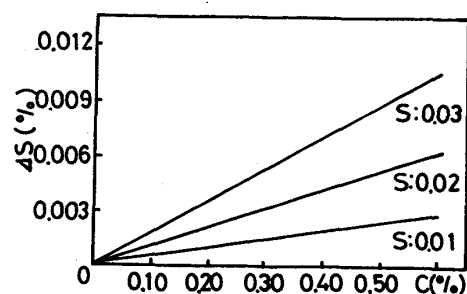


図2 ΔS とC濃度との関係

表1 定量結果 (S%)

C%	補正前	補正後	化学分析値
0.29	0.0112	0.0103	0.0098
0.65	0.0164	0.0120	0.0121
0.75	0.0095	0.0055	0.0058
1.02	0.0176	0.0103	0.0100