

(334) 発光分光分析による鉄鋼中ほう素の形態別定量について

大同特殊鋼(株) 研究所発本部 中央研究所 佐藤昭喜, 伏田博, 成田正尚
知多工場 伊藤照夫

1. 緒言 ほう素は鉄鋼中で鉄に固溶した形で存在する酸可溶性ほう素と、窒化物、炭化物等の形で存在する酸不溶性ほう素がある。このようなほう素の形態別定量法としては、湿式化学分析法が採られているが、湿式化学分析法では分析所要時間が長いので、機器分析の適用が望まれている。

発光分光分析においてアルミニウムの形態別定量で効果が実証されているPDA装置 (Pulse Distribution Analyzer) を併設し、鉄鋼中ほう素の形態別定量法を検討・確立したので報告する。

2. 実験方法

2.1 実験装置 分光器: GVM 100型, 発光装置: SG-800, 測光装置: REM 1200

2.2 発光条件 $L: 2\mu\text{H}$, $C: 5\mu\text{F}$, $R: 2\Omega$, 電圧: 420V, 放電回数: 800回/sec, 対電極: W棒

2.3 測定波長 $\text{FeI}: 3820.4\text{\AA}$, $\text{B}: 1826.4\text{\AA}$

2.4 全ほう素量の定量条件の選択

1) 鉄鋼標準試料 J S S 172~175, および社内試料を使用して、PDA測光装置 (REM 1200) から得られるほう素の電流強度と分析精度の関連を調査した。

2) 共存元素の影響を調査するため検討試料多数を用い、重回帰により妨害元素およびその補正係数を求めた。

2.5 酸不溶性ほう素量の定量条件の選択

1) パルス分布およびI-t曲線 (スペクトル強度と時間の関係) の調査結果から酸不溶性ほう素量の情報を探索した。

2) 予備放電時間を変えて生ずる電流強度差と酸不溶性ほう素量の関係を調査した。

3) 共存元素の影響を調べるため多数試料を用い、重回帰により妨害元素と補正係数を求めた。

3. 実験結果

3.1 全ほう素量の実験結果

1) 所定時間予備放電後一定パルスを実行した時、精度のよい測定条件は、パルス分布の中央値 (強度の弱い方からの累積度数の50%目のパルス強度) を測光値とした時、最もよい精度が得られた。その時の分析精度は $\sigma_a: 0.0001\%$ ($n=28$, $\bar{B}\% = 0.0037\%$) であった。

2) 共存元素の影響を補正した後の正確度は $\sigma_a: 0.0002\%$ であった。補正前の正確度は $\sigma_a: 0.0004\%$ であり、共存元素の影響補正の効果を確認した。

3.2 酸不溶性ほう素量の実験結果

1) 予備放電時間を種々変え、一定パルスを実行して強度分布を調べた結果、放電初期に酸不溶性ほう素定量上貴重な情報が得られることが判った。

2) 放電初期から任意時間内の一定パルスと2000パルス予備放電後の一定パルスの強度差を測定値とし、酸不溶性ほう素量との関係を調べた結果、前記の時間差によって得られた一定パルスの内、70%目に当るパルス強度の差を採った時、感度が最もよいことが判った。

3) 共存元素の影響を補正した後の正確度は $\sigma_a: 0.0003\%$ であった。

3.3 酸可溶性ほう素量は (全ほう素量)-(酸不溶性ほう素量) とし、正確度は $\sigma_a: 0.0003\%$ であった。

4. 結言 本法による分析所要時間は鉄鋼中の主元素の分析時間と同等であり、迅速なほう素の定量が可能となった。また分析精度・正確度は充分実用できるものであることを確認した。