

(447) 発光分光分析による鉄鋼中の鉛およびテルルの定量

大同特殊鋼(株) 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アルミニウム、ほう素の形態別定量およびカルシウム、マンガンの定量については、パルス強度分布測光法であるP・D・A法によって、精度よく定量できることを、すでに報告した。^{1)~3)} 本報告は鉄鋼中の鉛およびテルルの分析に、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 前報²⁾と同じ2.2 発光条件 L, C, R, 対電極は前報²⁾と同じ

放電回数 : 600回, 800回/秒, Ar流量 : 分析時5ℓ/分

2.3 測定波長 Fe I : 3820.4 Å (内部標準), Pb I : 4057.8 Å, Te I : 2142.8 Å

3. 実験結果

3.1 PbまたはTeが単独で添加されている試料は、放電回数800回/秒, 600回/秒のどちらでも、安定に放電するが、PbとTeの両元素が添加された試料は800回/秒では不安定、600/秒では安定であった。従って以後の実験は放電回数を600回/秒で行なった。

3.2 予備放電パルスを0~9000と変化させた後、1000パルス サンプリングした時の、パルス強度と度数の関係(I-N曲線)について比較した結果、鉛、テルル共に予備放電パルスを7000パルスにした時、I-N曲線が、最も正規分布に近づくことが判った。

3.3 予備放電パルス7000、サンプリングパルス1000にした時、分析精度のよい測光条件は、鉛についてはI45%を測光値とした時、またテルルについてはI50%を測光値とした時であり、その分析精度はPb:0.15%で、 σ :0.003%、Te:0.032%で、 σ :0.0014%であった。

なお鉛については800回/秒放電での分析精度にくらべ、約2倍向上することを確認した。

3.4 Pbの測定線4057.8 Åに対し、Mn:4058.0 Åの波長が妨害すると思われるので重なり量を調査した。またTeの測定線2142.8 Åに対し、V:2143.0 ÅおよびMo:2142.3 Åの波長が妨害すると思われるので重なり量をそれぞれ調査した。

その結果は表-1に示す如く、Pbに対してはMnが、Teに対してはVおよびMoの妨害が認められ、補正する必要があった。

3.5 市販標準試料および自社溶製材について、正確度を調査した結果表-2に示す如く良好な結果であった。

表-1. 重なり係数

P b		T e	
元 素	I _j 値	元 素	I _j 値
M n	0.0039	V	0.059
		M o	0.003

4. 結 言

本法による分析精度・正確度は充分満足できる値であり、また主成分元素の分析同様、迅速な分析が可能となった。

表-2. 正 確 度

		P b	T e
調査範囲(%)		0.006~0.250	<0.003~0.043
n		21	15
平均含有率(%)		0.149	0.023
正確度	$\bar{d}$ (%)	-0.000	± 0
	σ_d (%)	0.006	0.0016

文献 1) 鉄共研 発光分光分析分科会 発光 No 581

2) 佐藤昭喜ほか; 鉄と鋼 1978 S363

3) 伊藤六仁ほか; 鉄と鋼 1978 S814