

不活性ガス吹込み微粒子生成-誘導結合プラズマ
発光分光分析法による溶鋼直接分析法の開発中島潤二*・辻野良二*²・萩林成章*³・平居正純*⁴
仁部晴美*⁵・小野昭紘*⁶・早川泰弘*⁷Development of Direct Analysis Method for Molten Steel with Ultra Fine
Particle Generation-ICP Emission SpectrometryJunji NAKASHIMA, Ryoji TSUJINO, Shigeaki OGIBAYASHI, Masazumi HIRAI,
Harumi NINBE, Akihiro ONO and Yasuhiro HAYAKAWA

Synopsis:

Direct determination of elements in molten steel without sampling has been developed with ultra fine particles (UFP) generation-inductively coupled plasma (ICP) atomic emission spectrometry. At first, (1) analytical conditions for UFP generation with spark discharge method and (2) the effect of plasma observation height and UFP contents on analytical precision were investigated with block steel samples. It was found that, (1) stability of carrier gas was the most important for analytical precision, and (2) suitable plasma observation height for the determination of C, P and S was 10 mm.

Secondary, analytical conditions for UFP generation with Ar gas injection method were investigated with molten steel samples (Ar gas flow rate; 15~25 NI/min, nozzle immersed depth; 10 mm).

The analytical results of Mn, Cu, Ni, Cr, Nb, V, P, S in molten steel agreed with those obtained by the conventional method after sampling. It is important to keep at constant pressure in the probe for the generation of UFP.

The time required for analysis of one cycle is approximately 90 s. The present method is more suitable for direct determination of elements in molten steel.

Key words: on-line analysis; direct determination; instrumental analysis; atomic emission spectrometry; ICP emission spectrometry; molten steel; ultra fine particle; steelmaking; analysis.

1. 緒 言

溶銑予備処理、転炉、二次精錬工程と機能分割が進んだ現在の鉄鋼精錬において、円滑な生産を実現するためには各工程において所定成分組成の溶鋼を短時間で溶製する必要がある。一方、ユーザーから要求される製品品質は厳格化の一途をたどり精錬工程の処理時間が長くなる傾向にある。これらの問題を解決するために迅速かつ正確な成分含有率を測定することが切に求められ、現在、

製鉄現場ではその場分析を指向し、分析装置を操業現場に持ち込むことにより分析所要時間を短縮化すること(オンサイト分析¹⁾²⁾)を図っている。しかしながら固形の分析試料を採取し、分析センターへ気送管で送付し試料調製工程を経た後スパーク発光分光分析法を行う従来法ではもちろんのこと、オンサイト分析¹⁾²⁾を導入し試料形状の工夫、試料の冷却、調整工程の短縮化を図ったとしても分析所要時間は従来法の約7 minから約4 minに短縮されるだけであり時間短縮に限界がある。

平成元年4月・10月・2年4月本会講演大会にて発表 平成3年3月11日受付 (Received Mar. 11, 1991)

- * 新日本製鉄(株)君津技術研究部 (Kimitsu R & D Lab., Nippon Steel Corp., 1 Kimitsu Kimitsu 299-11)
- *² 新日本製鉄(株)君津技術研究部 (現: 新日本製鉄(株)八幡技術研究部) 工博 (Kimitsu R & D Lab., Now Yawata R & D Lab., Nippon Steel Corp.)
- *³ 新日本製鉄(株)君津技術研究部 (現: 新日本製鉄(株)プロセス技術研究所) (Kimitsu R & D Lab., Now Process Technology Research Lab., Nippon Steel Corp.)
- *⁴ 新日本製鉄(株)君津技術研究部 (現: (株)レオテック) (Kimitsu R & D Lab., Nippon Steel Corp., Now Rheo-Technology Corp.)
- *⁵ 新日本製鉄(株)君津製鉄所 (Kimitsu Works, Nippon Steel Corp.)
- *⁶ 新日本製鉄(株)先端技術研究所 理博 (Advanced Materials & Technology Research Laboratories, Nippon Steel Corp.)
- *⁷ 新日本製鉄(株)先端技術研究所 (Advanced Materials & Technology Research Laboratories, Nippon Steel Corp.)

これらの問題を解決するためには溶鋼を固化させることなく熔融状態のまま直接分析する方法が望ましい。これまで溶鋼の直接分析法の研究例^{3)~6)}は種々あるものの実用化には至っていない。そこで、著者らが以前に報告した⁷⁾溶銑に不活性ガスを吹き込み微粒子を生成し、誘導結合プラズマ (Inductively Coupled Plasma; ICP) 発光分光法を用いて直接分析を行う直接分析法を基本に、新しい溶鋼直接分析方法の開発を行った。

本報告では、溶鋼直接分析方法として選定した微粒子生成-ICP 発光分光分析法を基本に、固体鋼ブロック試料を対象とした基礎実験結果⁸⁾および 300 kg 高周波溶解炉に実験装置を設置して実施した溶鋼中の成分元素の直接分析結果^{9)~11)}に関して報告する。

2. 開発した分析システム

2.1 分析システム

分析システムの概略構成図を Fig. 1 に示した。本システムは大別すると 300 kg 高周波溶解炉に設置した微粒子生成装置および同装置から約 20 m 離れた建屋内に設置した ICP 分析装置から構成される。微粒子生成装置は微粒子生成用プローブ、湯面検出装置、Ar ガス流量制御装置および、各装置の制御盤から構成される。また、基礎実験で用いた固体鋼ブロック試料を対象とした微粒子発生装置は著者らが以前に報告した⁷⁾装置を用いた。

湯面検出装置：ノズルから吹き込む Ar ガスの背圧を測定し、背圧の変化で湯面位置を測定

プローブ内圧力調整：プローブに調圧弁を設けプローブ内部を一定圧に制御

2.2 微粒子生成用プローブ

微粒子生成プローブの構造を Fig. 2 に示した。

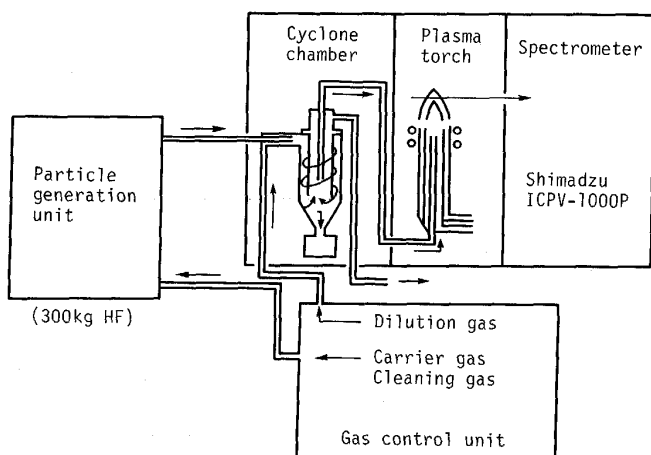


Fig. 1. Schematic diagram of experimental equipment.

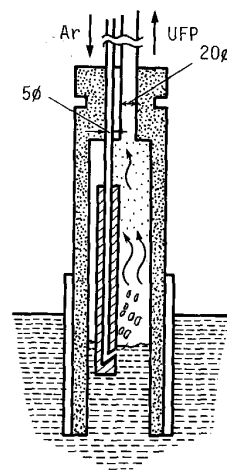


Fig. 2. Schematic diagram of experimental probe.

Table 1. Operating condition of UFP generator and ICP spectrometer.

UFP generator		ICP spectrometer	
Electrode gap	3 mm	Rf power	1.4 kW
UFP carrier gas	1.0 Nl/min	Coolant gas	16 Nl/min
UFP dilution gas	0 Nl/min	Plasma gas	1.3 Nl/min
UFP cleaning gas	10 Nl/min	Purge gas	4 Nl/min
		Observation height (over the coil)	10~15 mm
Discharge time	30 s	Integration time	10 s

Table 2. Measurement wave length.

Element	Wave length (nm)
Fe	287.2
C	193.0
Si	212.4
Mn	293.3
P	178.3
S	180.7
Al	396.1
Cu	327.4
Ni	231.6
Cr	267.7
Nb	319.5
V	311.0
Ti	334.9
Mo	202.0

Al₂O₃-SiC 質の本体に浸漬部を耐火物とした。Ar ガス供給管、微粒子搬送管、内部槽を設け外壁を 10 mm 厚の Al₂O₃ 耐火物で被覆した。

2.3 微粒子分析部

分析部は、高周波誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光分析装置を用いた。発光分光分析装置の分析条件を Table 1 に各元素の測定波長を Table 2 に示す。

3. 実験方法

3.1 基礎実験

3.1.1 微粒子の搬送方法

本実験では測定対象が溶鋼でかつ、吹き込み Ar ガス流

量が多いので前報⁷⁾と同様の搬送条件での搬送が可能かを検討した。

3.1.2 ICP 分析条件の検討

(1) プラズマ観測高さの影響

溶液試料を対象とした最適観測高さの検討例は多い¹²⁾が、微粒子を直接導入する方法に関しての検討例は少ない¹³⁾¹⁴⁾。今回は分析感度が低い C, P, S を対象とした最適観測高さの検討を行った。

試料は鋼の固体試料を用い、スパーク放電により生成した微粒子を Ar ガスで ICP へ搬送し (スパーク放電 UFP-ICP 分析法)、測定を行いバックグラウンド相当濃度 (BEC) を算出した。

(2) ICP 導入ガス流量の影響調査

微粒子の搬送ガス流量は、微粒子濃度を变化させると同時にプラズマトーチの温度に影響する。そこで(1)と同様、固体の鋼試料を用い、キャリアーガス流量および ICP への導入ガス流量をおのおの变化させ、各元素の ICP 出力強度の変化を調査した。

(3) 共存ガス成分の影響調査

本実験では C を含む耐火物製プローブを使用するため、CO, CO₂ 等のガスが生成する可能性がある。そこで、これらのガスが ICP 分析に与える影響を調査した。(1)と同様固体の鋼試料を用い、スパーク放電により微粒子を生成させた後に配管内で CO, CO₂ ガスを混入させ、各元素の出力強度変化を調査した。

3.2 溶鋼微粒子生成実験

不活性ガス吹込み微粒子 ICP 分析法においては、Ar ガス吹込み条件 (位置, 流量 (Ar ガス突出線速度)) により生成する微粒子の量, 粒径分布が変化する。そこで、ガス吹込みノズル (1.5~2.0 mmφ) による Ar ガス吹込み位置を溶鋼湯面下 10 mm~30 mm, 吹込みガス流量を 1.2~40 Nl/min の範囲で変化させ ICP 分析値との対応を調査した。実験にあたっては溶鋼温度を 1600~1630°C の範囲に保持した。生成した溶鋼微粒子の一部をフィルターにて採取し EPMA, SEM, 粒度分布調査等の解析に供した。微粒子は微粒子搬送管のプローブ直上と ICP 分析装置直前の 2 箇所にて採取し粒度分布はレーザー散乱方式により測定した。本実験では溶鋼湯面を一定位置で保持することがガス吹込み深さを一定に保持するために必要なので微粒子搬送管に調圧弁を設置し吹込み Ar ガス流量が変化してもプローブ内圧を一定に保持できるようにした。

4. 実験結果および考察

4.1 基礎実験結果

4.1.1 微粒子の搬送方法

本実験では前報⁷⁾と同様の搬送方法を用いたが特に問題はなかった。

4.1.2 ICP 分析条件の検討結果

(1) 観測高さ

調査結果を BEC で比較して Fig. 3 に示す。グラフより明らかなように C, P は 10 mm の位置で最も BEC が小さくなった。S は BEC が 10 mm と 15 mm ではほぼ同じ値を示し最小となった。他の元素はこれまで報告されている結果と同様の結果が得られた。

(2) ICP 導入ガス流量の影響

スパーク放電により固体鋼試料より生成した微粒子を搬送するキャリアーガス流量を 1~4 Nl/min に変化さ

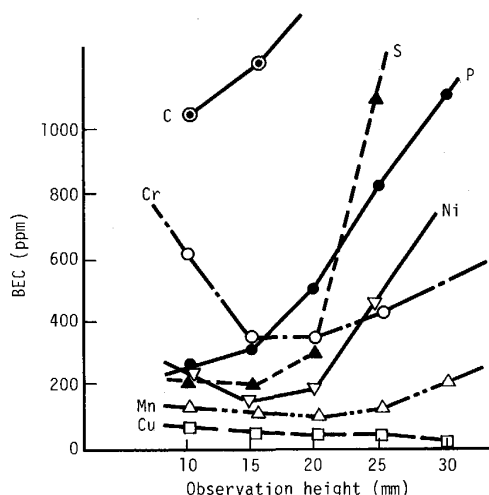


Fig. 3. Relation between observation height and BEC.

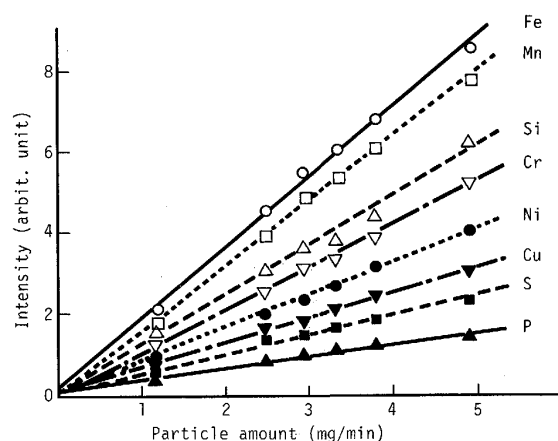


Fig. 4. Effect of amount of Fe particle on emission intensity.

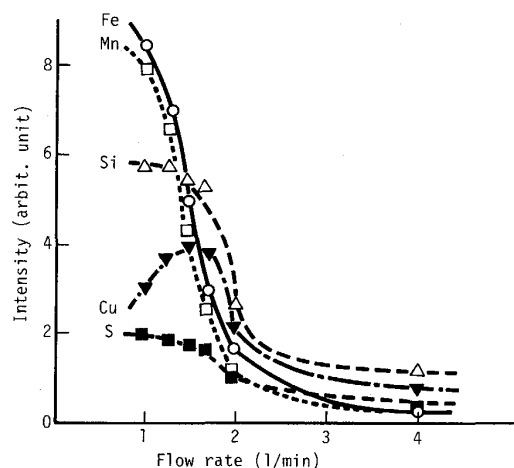


Fig. 5. Relation between intensity and gas flow rate.

せ、0~3 NI/min をサイクロン部で排出し、ICP に導入する流量を 1 NI/min で一定とし、キャリアーガス中微粒子濃度を变化させた。この結果各元素の発光強度は、Fig. 4 に示すように、微粒子濃度と直線の関係が得られた。

さらに、サイクロン部での排出を行わず、キャリアーガス流量を 1~4 NI/min に变化させることにより ICP への導入ガス流量を变化させた。Fig. 5 に示すように、各元素の発光強度はガス流量と直線的な関係は得られず、元素ごとにその挙動も異なることがわかった。これは、ガス流量の変化により ICP プラズマトーチの温度が変化し各元素の励起効率が変化するためであると推定される。

従って、本実験条件における微粒子濃度範囲においては ICP 導入ガス流量一定の条件下で Fe との強度比をとれば測定が可能であることがわかった。

(3) 共存ガス成分の影響

CO および CO₂ ガスを混入させて ICP に導入した場合の鋼試料の検量線の変化を、P, Mn の例で Fig. 6 および Fig. 7 に示す。CO および CO₂ ガスの混入により、P の発光強度は増加傾向となり、ブランク値が高くなる。これに対し Mn は CO および CO₂ ガスの混入により検量線の傾きが変化する。P と同様の挙動を示す元素は、他に S, Nb が認められた。その他の Si, Al, Cu, Ni, Cr, V および Ti は Mn と同様な傾向を示した。

また、すべての元素において CO ガスより CO₂ ガスの方が影響が大きかった。Mn その他の元素の検量線の傾きが変化するのには CO, CO₂ ガスによりプラズマトーチが冷却されるためであり、CO より CO₂ の方が影響が大きいのは、分子量の差によるものと推定される。P,

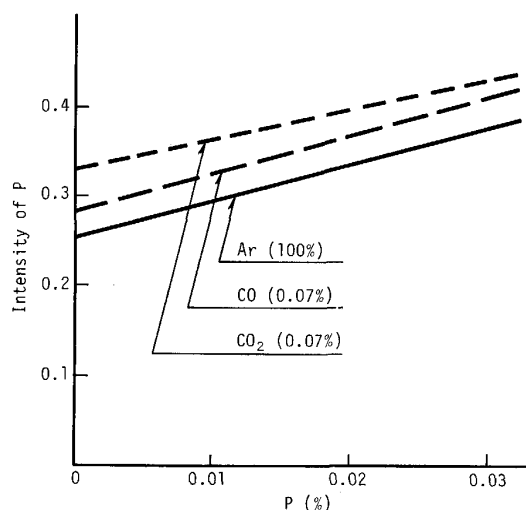


Fig. 6. The effect of CO and CO₂ gas for P on spark-UFP-ICP analysis method.

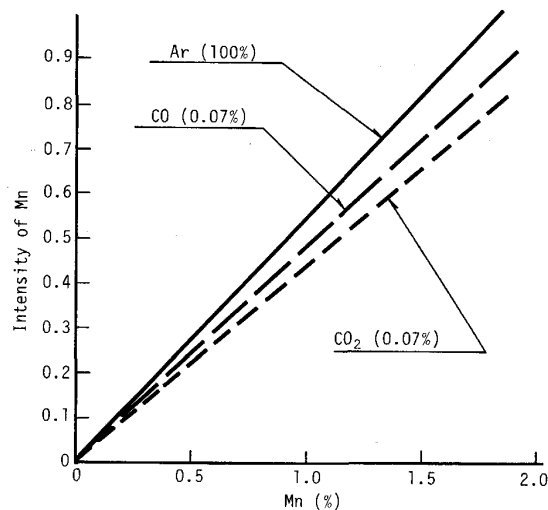


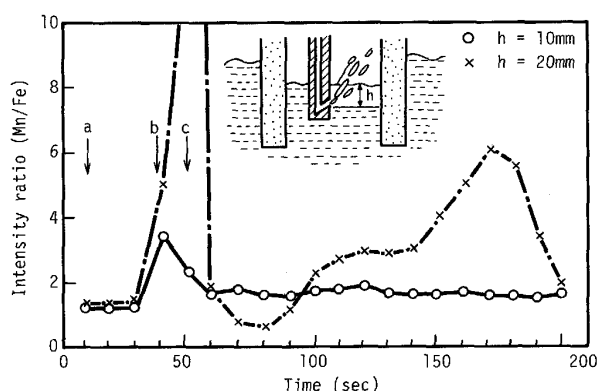
Fig. 7. The effect of CO and CO₂ gas for Mn on spark-UFP-ICP analysis method.

S, Nb の検量線のブランク値が CO, CO₂ ガス混入により増加する原因は明らかにすることができなかった。

4.2 溶鋼微粒子生成実験結果

4.2.1 Ar ガス吹込みノズル浸漬深さの影響

不活性ガス吹込み法により Ar ガス流量 1.2~1.4 NI/min とした場合の Mn の ICP 測定値の経時変化をノズル浸漬深さ 10 mm, 20 mm の条件で比較して Fig. 8 に示す。いずれの場合もノズルが湯面下に達した時点で強度比に大きな変化が見られるが、浸漬深さ 10 mm の場合にはノズル浸漬後 10 s 程度 (Fig. 8 で 60 s 位置) で測定値がほぼ一定となり安定するのにに対し浸漬深さ 20 mm の場合には時間の経過とともに測定値が変化していく。



a : Starting time of nozzle going down b : Nozzle immersed time
c : Nozzle stopped time

Fig. 8. The effect of nozzle immersed depth on intensity ratio.

4.2.2 吹込み Ar ガス流量の影響

吹込み Ar 流量が 1.2~1.4 Nl/min の低流量の場合に比べ 25~40 Nl/min の高流量の場合がプラズマトーチの形状が安定していたがガス中の微粒子濃度は向上しなかった。すなわち微粒子の生成効率に違いはみられなかったが、後述のように高流量の方が溶鋼組成に近い微粒子が得られ本分析方法には適している。

4.2.3 測定結果

3.2 の実験方法に従い Ar ガス吹込みノズルを溶鋼中に 10 mm 浸漬し、Ar ガスを吹き込み微粒子を生成し ICP 分析装置へ搬送し分析を行った。Fig. 8 に示すようにノズル下降開始後約 40 s で強度比の変化が見られ、成分元素と Fe との強度比が安定した値が得られた。強度比が安定した約 30 s の強度比の平均をとり溶鋼中成分濃度との対応を見た。Mn に対して得られた結果を Fig. 9 に示すが、ノズル浸漬深さを 10 mm とし吹込み Ar ガス流量を 25 Nl/min とした場合には溶鋼成分と良い相関関係が得られた。しかしながらガス吹込み量を

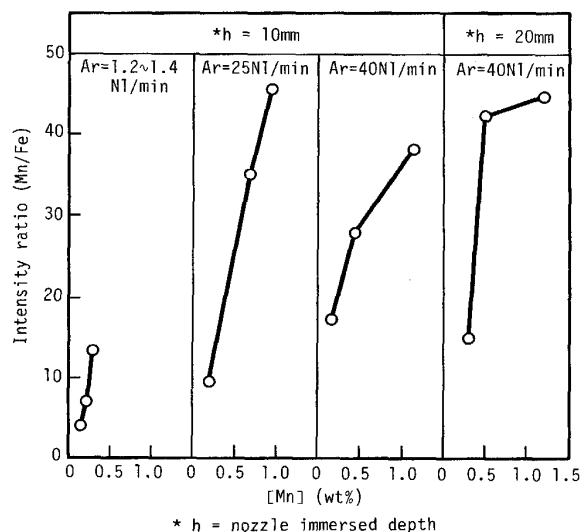


Fig. 9. Calibration curves for Mn with various experimental conditions.

40 Nl/min と増大した状態ではノズルの浸漬深さを 20 mm にした場合には濃度との相関は得られなかった。以上の結果より ICP 分析に適した溶鋼微粒子を得るためにはノズル浸漬深さを 10 mm 以内に保持することが重要であることがわかった。なお、Mn に関しては測定値との相関は吹込みガス流量を 25 Nl/min にした条件が最も良かったが、感度の低い P, S については吹込みガス流量を 40 Nl/min とした方が良かった。

4.2.4 微粒子機構の検討

(1) 生成した微粒子の観察および組成解析結果

著者らが以前に溶銑中の Si 分析に関して報告した⁷⁾ Ar ガスバブリング法 (吹込みガス流量: 1.2~1.4 Nl/min, 浸漬深さ 50 mm) により得られた微粒子の SEM 観察像を Photo. 1 に示す。Ar バブリング法 (浸漬深さ 50 mm) により採取された微粒子は 0.1 μm 以下の非常に微細な粒子であることがわかる。これに対し Ar ガ

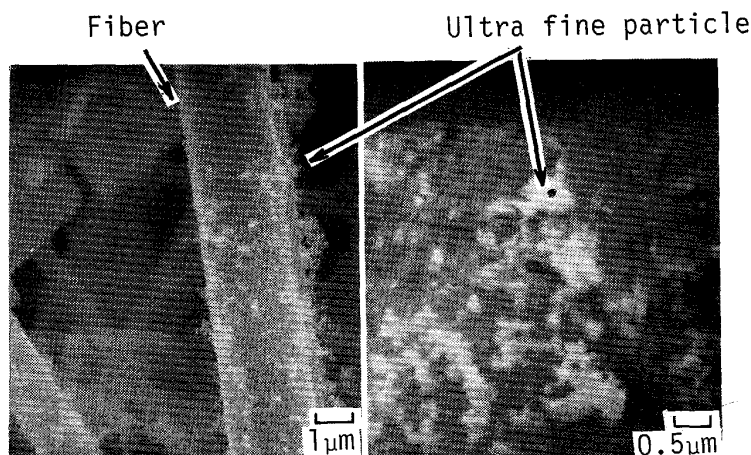


Photo. 1. Secondary electron micrographs of UFP with Ar bubbling method.

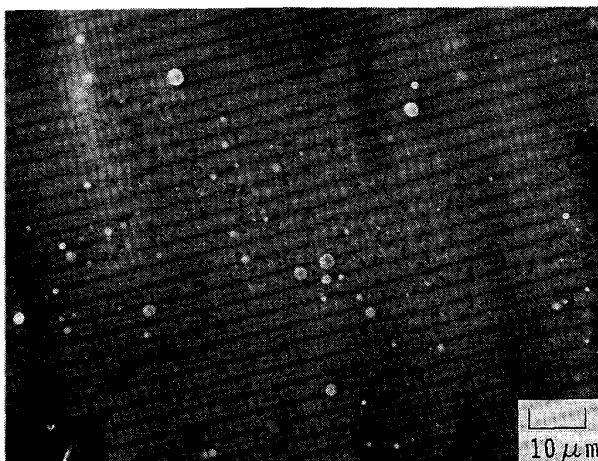


Photo. 2. Secondary electron micrographs of UFP with Ar injection method.

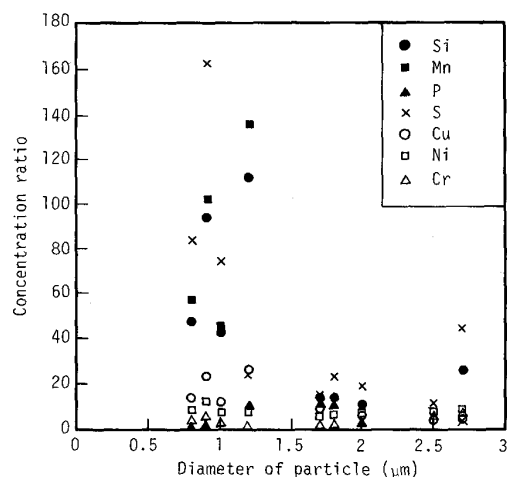


Fig. 10. Influence of size distribution of the concentration ratio.

ス吹込み法 (Ar : 23 NI/min, 吹込み深さ : 10 mm) により生成した微粒子は Photo. 2 に示したように大部分は 10 μm 以下の微粒子であることがわかった。

Ar ガス吹込み法にて生成した微粒子組成の粒径依存性を調査し溶鋼成分からの濃化度合いを Fig. 10 に示した。成分元素によって挙動は異なるが一般に微粒子径が小さいほど濃化する傾向にもあり 1.3 μm 以下の微粒子でその傾向が強く、しかも蒸気圧が高い元素ほどその傾向が強い。このことから粒子径の小さい微粒子ほど蒸発による微粒子生成の影響が強いものと推定される。

(2) 粒度分布

Ar ガス吹込み法にて生成した溶鋼微粒子の粒度分布測定結果を Fig. 11 に示す。Ar ガス吹込み条件は同一で、浸漬深さが異なるプローブ直上にて採取した (a), (b) を比較してみると採取された微粒子径はいずれの

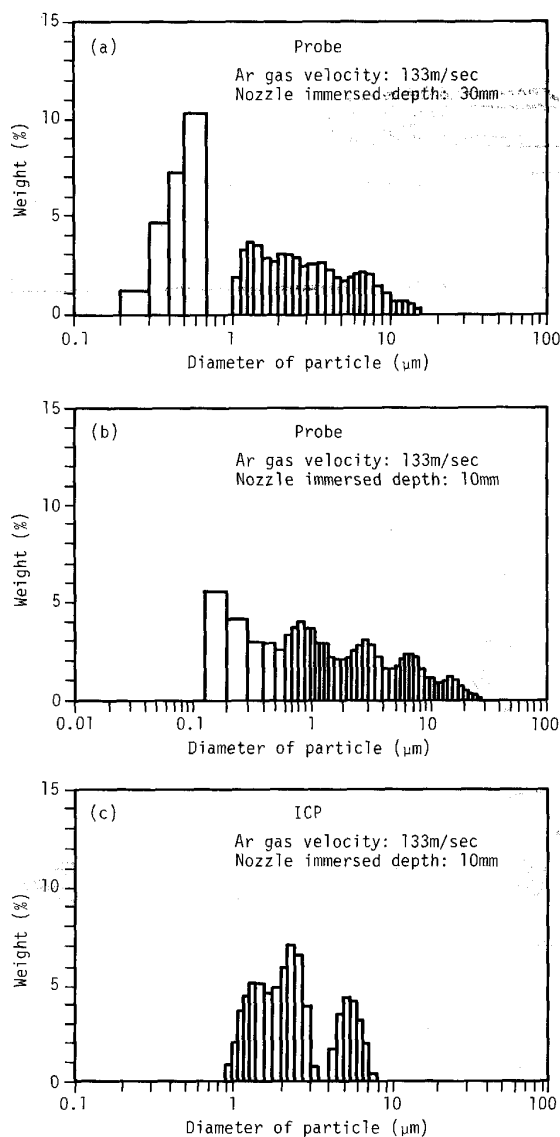


Fig. 11. Size distribution of ultra fine particle.

場合も 30 m 以下と微細であるが、浸漬深さが 10 mm の場合には 1 μm 付近を中心に均一に分散しているのに対し浸漬深さが 30 mm の場合には 0.5 μm 付近および 1~2 μm 付近に二つのピークがみられることがわかる。

(c) はノズル浸漬深さが 10 mm で ICP 導入直前の位置にて採取した微粒子の粒度分布を示したものである。

(b) と比較すると 8 μm 以上および 0.9 μm 以下の微粒子は見られず約 20 m の微粒子搬送管を通過することで微粒子径がより均一になっていることがわかる。

(3) 微粒子生成機構の検討

上記 (1), (2) の検討結果および 4.2.1~4.2.3 の検討結果より本実験条件下 (吹込み Ar ガス流量 : 15~25 NI/min, ノズル角度 : 上向き 45 度) での Ar ガス吹込み法により生成する微粒子は以下の機構により形成され

るものと考えられる。

溶鋼微粒子は大別すると①吹き込まれた Ar ガスにより溶鋼が機械的に噴霧され微細な粒子となる割合が高い、一方、吹込み深さが 20 mm 以上の場合には溶鋼静圧によりバブリング的になり機械的に吹き飛ばされ微粒子が生成する割合が低下し、気・液界面積が増加することによる蒸発による微粒子生成の割合が増加する。その結果、吹込み深さ 30 mm の場合には Fig. 11(a) に示したようにプローブ直上で採取した微粒子に主として蒸発により形成されたと推定される。0.5 μm 付近のピークが生じるものと推定される。

また、約 20 m の搬送管を通過することにより微粒子の平均粒径が均一になる原因としては、10 μm 以上の比較的大きな微粒子は配管内を Ar ガスによって搬送される間に落下すること、また 1 μm 以下の微粒子は搬送中に微粒子の衝突合体、凝集により減少したと考えられる。つまり、本実験に用いたような微粒子搬送用配管は単に微粒子を搬送するだけでなく、粗大な微粒子を取り除くサイクロンの役割を果たしていることがわかった。

4.3 溶鋼のオンライン分析結果

4.3.1 確立した分析方法

(1) 3.2 に示した方法に従って下降させ溶鋼中に浸漬し、Ar ガス吹込みノズルを下降させた溶鋼中吹込み深さを 10 mm に設定し、15~25 Nl/min の流量で Ar ガスを吹き込んで微粒子を生成する。

(2) 溶鋼微粒子を Ar ガス流によって、ICP トーチに導入する。溶鋼中への Ar ガス吹込みを開始してから 20 s 後に各元素に対応した波長の発光強度を測定し Fe との強度比を求める。

(3) Ar ガス吹込み開始 50 s 後にガス吹込みノズルを上昇させる。

(4) ICP トーチ直前のバルブからプローブ方向に Ar ガスを 20 Nl/min の流量で 30 s 吹き込み、配管内に残留した微粒子を排出するとともに、プローブ内の溶鋼を排出し、新しい溶鋼を入れ替え(1)の操作に戻る。

(5) あらかじめ本オンライン分析と同時に採取した各成分濃度の溶鋼試料を対象に従来法によって成分分析を行い、本法で得られた Fe 強度比との相関を求めて作成した検量線から溶鋼中の成分含有率を求める。

4.3.2 分析時間

本方法に要する分析時間は、プローブを湯面に浸漬し Ar 吹込みノズルを所定の深さに下降するまでに 40 s、発生した微粒子が約 20 m の配管を経由して ICP に到達するまでに 10 s を要する。さらに、積分時間として 3 回分析および 5~10 s の予備時間を含めて 40 s を要

する。従って、分析プローブ下降を起点とすると分析値を出力するための時間は 90 s となる。これを、固形の分析試料を採取するスパーク発光分光分析法、オンサイト分析法¹²⁾と比較すると、従来法では合計 415 s、オンサイト分析法では 250 s なのに対し、本法では合計 90 s となり大幅な時間短縮となる。

4.3.3 分析精度

同一溶鋼、同一時間の繰返し分析精度を、スパーク発光分光分析法による固形試料の分析精度とスパーク放電 UFP-ICP 法による固体試料の分析精度¹⁵⁾とを比較した。スパーク放電 UFP-ICP 法は Table 1 に示す条件でスパーク放電は 10 μH , 3 μF , 2 Ω , 1000 V, 200 Hz

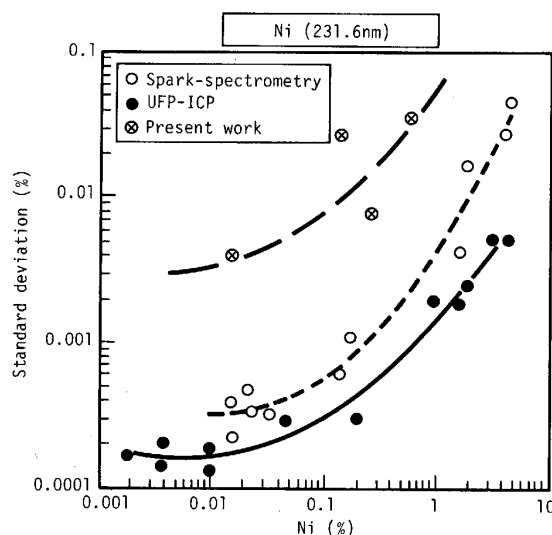


Fig. 12. Repeatability for nickel.

Table 3. Comparison of standard deviation between conventional and direct analysis method.

Element	Content (%)	Conventional spark-AES s (%)	Spark-UFP-ICP s (%)	Direct UFP-ICP s (%)
C	0.01	0.0005	0.003	—
	0.8	0.0055	0.008	—
Si	0.05	0.00045	0.00092	0.12
	1.0	0.017	0.0042	0.35
Mn	0.05	0.0009	0.00047	0.02
	2.0	0.011	0.0055	0.07
P	0.001	0.00004	0.0004	—
	0.1	0.0015	0.0015	0.024
S	0.001	0.0001	0.00023	—
	0.1	0.0025	0.0025	0.018
Al	0.001	0.00015	0.00011	—
	0.1	0.002	0.00072	—
Cu	0.01	0.00019	0.00016	0.011
	1.0	0.017	0.006	0.049
Ni	0.01	0.0003	0.00018	0.003
	1.0	0.0042	0.00013	0.05
Cr	0.01	0.0002	0.00036	0.008
	1.0	0.005	0.0028	0.056
Nb	0.001	0.00028	0.00067	0.012
	0.2	0.0029	0.0027	0.02
V	0.001	0.0001	0.00013	0.003
	0.4	0.003	0.0013	0.008
Ti	0.001	0.00003	0.0003	—
	0.4	0.0072	0.0043	—

の低圧スパーク放電を使用した。スパーク発光分光分析法は島津製 GVM-1016 型を用い 140 μ H, 12.5 μ F, 1 Ω , 1 000 V, 200 Hz の低圧スパーク放電で測定はいずれもパルス度数解析法 (PDA) を用いた。その結果 Ni の例で Fig. 12 に示すように、本法の精度はスパーク発光分光分析法およびスパーク放電 UFP-ICP 法に比べ約 1 桁精度が悪い。他の元素に関しても、高濃度域および低濃度域において、同様な比較を行うと Table 3 に示すように Ni と同様約 1 桁精度が悪い。これは本法における微粒子の ICP への導入量が 0.5 mg/min とスパーク放電による生成量が 4.9 mg/min の約 10 分の 1 となっていること¹¹⁾ および湯面変動に伴う Ar ガス吹込みノズルの浸漬深さに起因する微粒子生成条件の変動とその他の要因であると推定される。従って、本法の精度向上のためには微粒子生成量の増加もしくは ICP 導入量の増加および微粒子生成条件の安定化等の工夫が不可欠であると思われる。

本法による溶鋼成分の分析結果と同一時期に採取した固形試料の化学分析値とに相関が得られた元素は Mn, Cu, Ni, Cr, Nb, V, P, S であった。

Si に関してはプローブ材質として炭化珪素を使用したため、プローブと溶鋼との反応により耐火物中 Si がコンタミネーションとなり溶鋼成分としての Si を安定して測定することが困難であった。しかし、溶銑を対象とした場合には Si を含まない炭素質プローブを用いた Ar バブリング法で良好な精度が得られていること⁷⁾ からプローブ材質からのコンタミネーションを抑制することが可能であれば、良好な精度で分析することが可能であると考えられる。

5. 結 言

溶鋼のオンライン直接分析方法の開発を目的に、微粒子生成-ICP 分析法を検討し、以下の結果を得た。

(1) ICP 分析のための溶鋼の微粒子生成に不活性ガス吹込み法を適用することが可能である。

(2) 密閉系とした耐火物円筒中の溶鋼に 15~25

Nl/min の Ar ガスを溶鋼湯面下 10 mm の位置に吹き込むことによって生成した微粒子を、Ar ガス気流によって 20 m 離れた ICP トーチに導入し、発光分光分析する方法を開発した。本実験系ではガス吹込み深さが 20 mm 以上となると溶鋼組成との相関が得られずプローブ内圧を一定圧力に調整し湯面位置を一定に制御することが重要である。

(3) 本法による溶鋼成分の分析結果と同一時期に採取した固形試料の化学分析値と相関が得られた元素は Mn, Cu, Ni, Cr, Nb, V, P, S であった。定量精度、耐火物材質および微粒子発生量の増加にはまだ改善の余地はあるものの基本的には本法が溶鋼の直接分析に十分適用可能であることを明らかにした。

文 献

- 1) 仁部晴美, 黒崎将夫, 笠井茂夫: 分析化学, **37** (1988), T133
- 2) 杉本和正, 竹林秀行, 秋吉孝則, 近藤隆明: 材料とプロセス, **1** (1988), p. 1613
- 3) P. H. SCHOLLES: BISRA Open Report MG/D (1966), p. 302
- 4) A. A. RUSH: EUR Rep. Comm. Eur. Commu. No. EUR-6282 (1980)
- 5) M. BONJIC, J. B. BOURDIEN, D. TORRE and G. BAVBER: Rev. Metall., **67** (1970), p. 237
- 6) 尾崎 太, 高橋 努, 岩井良衛, 郡司好喜, 須藤恵美子: 鉄と鋼, **68** (1982), p. 237
- 7) 小野昭紘, 千葉光一, 佐伯正夫, 仁部晴美, 笠井茂夫: 鉄と鋼, **75** (1989), p. 902
- 8) 早川泰弘, 小野昭紘, 辻野良二, 中島潤二, 仁部晴美: 材料とプロセス, **2** (1989), p. 153
- 9) 中島潤二, 辻野良二, 荻林成章, 仁部晴美, 早川泰弘, 小野昭紘: 材料とプロセス, **1** (1989), p. 152
- 10) 中島潤二, 荻林成章, 平居正純, 仁部晴美, 辻野良二, 早川泰弘, 小野昭紘: 材料とプロセス, **1** (1989), p. 1618
- 11) 中島潤二, 後藤裕規, 荻林成章, 仁部晴美, 辻野良二, 早川泰弘, 小野昭紘: 材料とプロセス, **3** (1990), p. 598
- 12) 例えば, ICP 発光分光分析化学の領域増刊 (不破敬一郎, 原田紘編) (1980) 127 [南江堂]
- 13) 高橋旦征, 吉岡孝之, 中村佳右, 大河内春乃: 日本金属学会誌, **48** (1984), p. 418
- 14) 黒岩 猛, 小野昭紘, 仁部晴美: 分析化学討論会講演要旨集 (1990), p. 531
- 15) 仁部晴美, 小野昭紘: 材料とプロセス, **2** (1989), p. 1616