

543,423,5:537,523,4:546,882:546,293-13

アルゴンガス中の火花放電による  
ニオブの定量

神戸製鋼所中央研究所

川口武彦・工藤康雄・○松村哲夫

Spectrographic Determination of Niobium  
in Steel with Spark Discharge in Argon  
Atomospheres.

Takehiko KAWAGUCHI, Yasuo KUDŌ  
and Tetsuo MATSUMURA.

I. 緒 言

現在鋼におよぼす特殊元素の影響についての研究が  
汎におこなわれているが、これの一環として鋼中特殊元  
素の分光分析法を検討した。

本実験においては、標準試料として N. B. S. 1161~  
64, B. C. S. 16, 17 を用い回折格子分光写真器・ライ  
スキー式火花発生装置によりアルゴン雰囲気中の励起を  
検討した結果、実用し得る分析法を確立することができ  
たので以下に報告する。

II. 使用装置と材料

- (1) 回折格子分光写真器 (島津 GE-340 型)
- (2) ライスキー式火花発生装置 (自家製)
- (3) 電極支持台 (島津 SA 型)
- (4) 読取式測微光度計 (島津)
- (5) Jaco. photoprocessing unit.
- (6) Kodak, SA-1 乾板
- (7) N. B. S., B. C. S. 標準試料 (平面試料)

III. 実験とその結果

実験はまず空気中とアルゴン気流中での励起について  
調べ、つぎに発光源の回路定数がスペクトル線に与える  
影響をしり、精度のよい回路定数を選択した。その他背  
景濃度、アルゴン流量の影響をも検討し分析法を定め  
た。実験に際し使用したスペクトル線は下に示すもの  
で、共存元素による妨害や励起に関する性質を充分考慮  
して選んだ。

NbI 3194.98Å      FeI 3166.70Å  
NbI 3163.40Å      FeI 3163.10Å

発光源として用いたライスキー火花発生回路において  
は静電容量および自己誘導の値を変化させることによつ  
て、あるいはまた、一次抵抗の変化でブレーク数 (半サイ  
クル中の放電数) をかえることによつて励起の程度を  
制御する。回路定数としての一次抵抗, 静電容量, 自己  
誘導などの全組合せにより規定される発光条件は莫大な  
数に上るが実用的見地からはかなり少数にまで制約され  
ることになる。今回は静電容量を 0.011 μF, 0.008 μF,  
0.005 μF, 自己誘導を 0.8 mH, 0.08 mH にし一次抵  
抗を適当な値にすることによりブレーク数を 1, 2 とす  
る 12 通りの組合せについて検討した。なお分析間隙は  
2mm, 制御間隙は 3.5mm に固定した。

自己誘導を 0.8 mH とし, 2 ブレーク数の場合の励  
起曲線について空気中と 15 ml/mn アルゴン中との比  
較結果を Fig. 1, 2 に示す。

空気中では初期 0~60 s 間で大部分の励起は終りそれ

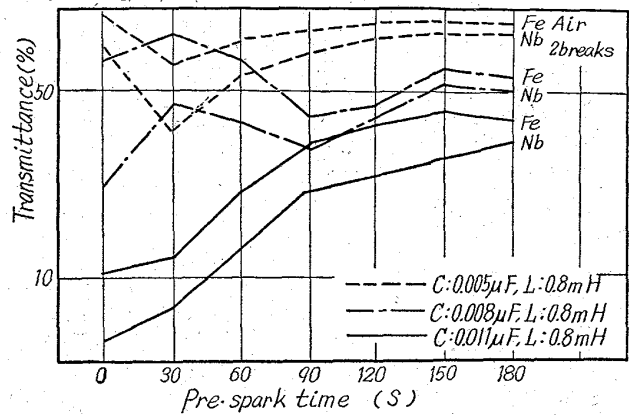


Fig. 1. Moving plate study (in air)

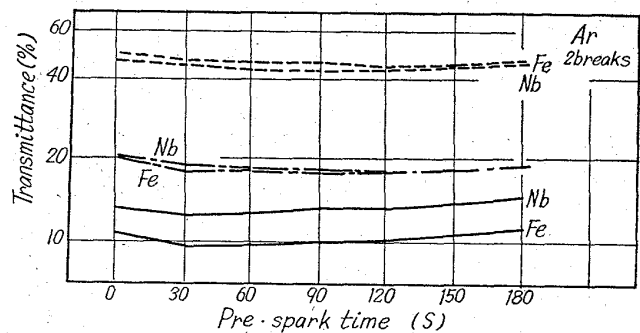


Fig. 2. Moving plate study (in argon)

以後は黒化度が減少していく。内標準元素の鉄とほぼ等  
しい挙動をとるようであるが、極めて不安定な蒸発をす  
ることが判る。一方アルゴン雰囲気中では全放電時間  
を通じ一杯に励起がおこなわれていると考えられる。全  
励起条件について各元素の挙動を調べ以下に示す結果を  
得た。(1) 静電容量が大, ブレーク数が大なるほど黒化  
度が高くなる。(2) 自己誘導 0.8 mH に対し 0.08mH  
の場合, ニオブより鉄の方が黒化度が大になる傾向があ  
る。(3) 自己誘導によつて黒化度が左右されるか否かの判定  
はこのデータのみではむづかしい。(4) アルゴン雰  
囲気中では非常に安定した挙動をとる。ただし各  
条件で最大黒化度は空気中の方で得られる。(5) アルゴン雰  
囲気中では, 予備放電時間の如何に拘らず黒度差は安定して  
いる。

これらは各回路定  
数の組合せなどを考  
慮し追試すること  
によつて確めること  
ができた。この際分  
析間隙が非常に大き

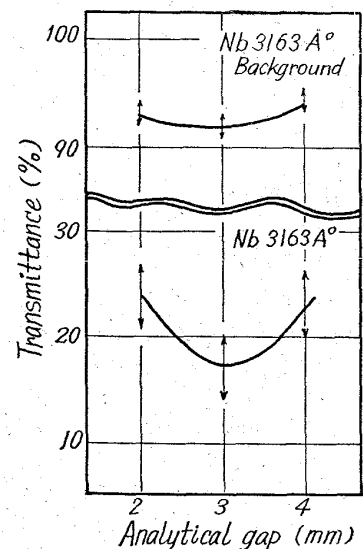


Fig. 3. The effect of analytical gap on % transmittance of Nb 3163Å and its background.

Table 1 Analytical Conditions.

Excitation conditions	Photographing conditions	Photographic processing
Raiskji spark excitation unit: Transformer: 2kW Electric capacitance: 0.08μF Self-inductance: 0.08mH Control gap: 3.5mm Analytical gap: 3.0mm Break number: 2/h.C. Primary resistance: 7.5Ω Argon flow: 10l/mn Sample Electrode: Disk Counter Electrode: Carbon rod (90° Cone)	Ebert plane grating spectrograph. Grating constant: 600/mm Dispersion: 2.5Å/mm Slit: 20μ×2mm Diaphragm: No. 2 Wave center: 630Å Pre-spark time: 30s Exposure time: 45s	Jaco. photoprocessing unit Plate: Kodak SA-1 Development: D-19 20°C 3mn Fixing: Fuji fix 10mn Analysis line pair Nb II 3163.40Å Nb II 3194.98Å Fe II 3163.10Å Fe II 3166.70Å

影響を黒化度に与えることがわかつたのでこれについてやや詳しく調べた。Fig. 3 にその結果を示すが、分析間隙 3mm が最も黒化度が高く、それより大きくても小さくても減少する傾向にある。

つぎにアルゴン流量を 5, 12.5, 25 l/mn とし、それによつて検量線がどのようにかわるかについて検討したが、高濃度、低濃度域でわずかに差があらわれるようである。Nb 含有量 0.064% の試料についての黒度差を調べると 95% 信頼度で差がないことがわかつた。したがつてアルゴン流量は 10 l/mn にすることにした。前に述べた励起条件にこれらの実験結果を加味し、さらに精度実験をおこない得られた結果にもとづき、Table 1 の分光分析条件を決定した。

この分析条件による 2 回分析値のバラツキを Table 2 に示した。これより標準偏差率はほぼ管理状態にあることがわかる。

また N. B. S. 標準試料により B. C. S. 試料を定量した結果を Table 3 に示す。

IV. 結 言

鋼中特殊元素の定量分光分析法研究の 1 つとして、普

Table 2 Data on precision.

	1st analysis $x_1$	2nd analysis $x_2$	Average $\bar{x}$	$x/\bar{x}-1$
1	0.023	0.023	0.023	0
2	0.035	0.037	0.036	0.028
3	0.037	0.038	0.037 <sub>5</sub>	0.013
4	0.051	0.050	0.050 <sub>5</sub>	0.010
5	0.059	0.059	0.059	0
6	0.062	0.071	0.066 <sub>5</sub>	0.063
7	0.100	0.097	0.098 <sub>5</sub>	0.015
8	0.120	0.116	0.118	0.017
9	0.157	0.149	0.153	0.026
10	0.200	0.192	0.196	0.020

Table 3 Determination of Nb in B. C. S. standard samples.

	SS-11	SS-14	SS-15	SS-16	SS-17
Nb contents %	0.110	0.050	0.035	0.055	0.021
Found	0.118	0.059	0.036	0.053	0.023

通鋼・低合金鋼中のニオブ定量を試みた。エバート型回折格子分光写真器にライスキー式火花発生装置を用い試料放電雰囲気アルゴンガスにすることによつて非常に精度のよい分析法を確立することができた。

この方法の適用される材料はニオブ 0.02~0.20% を含む普通鋼低合金鋼で、0.035% Nb 含有試料の分析精度は変動係数で 1.5~2.0% であつた。高合金鋼に本法を適用する場合には共存元素による影響を考え再検討する必要があるだろう。

分析に要する時間は試料研磨も含めて、10 試料につき 3~4h である。

543.423.5 : 546.27 : 669.14  
 018.8 : 669.15'24'26'28 - 194.56

(182) オーステナイト系ステンレス鋼中のボロンの定量 63372

(鋼中ボロンの発光分光分析法の研究—I)

神戸製鋼所中央研究所 1605~1607

川口武彦・工藤康雄・○松村哲夫

Determination of Boron in Austenitic Stainless Steel.

(Spectrographic analysis of boron in steel - I)

Takehiko KAWAGUCHI, Yasuo KUDŌ and Tetsuo MATSUMURA.

I. 緒 言

鋼中のボロンの定量分光分析法については、すでにかなり多くの研究報告がなされ、実用化されているが、それらの大部分は低合金鋼中の微量ボロンを対象としたもので、今回とりあげたステンレス鋼中の 0.015%~0.25% B については未だ報告は少ない。

著者らは含ボロン鋼研究上における必要性からこの問題を取りあげ、当所に設置されている 3.4 M エバート型回折格子分光写真器を使用して種々実験をおこなつた結果、満足すべき定量分光分析法を確立することができた。これらの実験経過とその間に得られた 2, 3 の知見を交え、以下に報告する。

II. 使用装置

- (1) 回折格子分光写真器 (島津 GE-340 型)
- (2) 断続弧光発生装置 (島津万能発光装置)