

大同製鋼KK 中央研究所 滝波勝文 足立敏夫
○伏田 博

1. 緒言

鋼中のカルシウム定量を、従来行ってきた定量法では目的とした含量域0.001%以下を充分な分析精度で定量できず、操作も煩雑であったので、感度・作業能率の面より、発光分光分析法の検討を試みた。しかしながら固体試料では、1)共存元素の影響 2)試料の偏析 3)適当な標準試料が得られない、などの難点があるので、それを変える方法として粉末法による分光写真法を取上げた。供試料は硫酸溶液から希土類元素を捕収剤として用いる弗化物共沈分離法¹⁾で得られた沈澱を灰化して、ランタンおよび助燃剤を混合して用い、鋼中の不純物としてのカルシウム0.0001%~0.002%を精度よく定量する方法を確立したので、その概要を報告すると共に、各種電炉溶解法における鋼材の分析結果を合せて報告する。

2. 前処理操作

試料5gをH₂SO₄(1+4)40mlで加熱分解し、ポリエチレンビーカーに濾過する。濾液にランタン溶液(La₂O₃10mg)およびHF20mlを加え湯浴上で10分間加熱して熟成させ、直ちに濾過しHF(1+10)で洗浄し、沈澱を濾紙と共に白金皿に移し灼熱灰化後、La₂O₃90mgと助燃剤100mgを加え混合した後、分光分析用供試料とする。

3. 検量方法

純鉄5gを用いて、これに所定のCaを添加し全操作を全く数個の標準試料を同一条件で発光し、撮影・現像・定着・水洗を行った後、測定した結果から検料線を作製し検量する。Table 1に実験条件を示す。

4. 検討経過

- 1) 弗化物共沈分離法による前処理操作条件を選定する目的とCaの捕収率を調べるためラジオアイソトープによるトレーサー法を適用し、試料溶解時の酸量、共沈剤の種類、HF添加量、放置時間の特性値に影響を与えることを実験的に求め、最適操作条件下で98.6%の高捕収率でCaを回収できた。
- 2) 共存元素の妨害、ブランクの影響など定量上誤差要因となる因子を除くため、酸化物合成試料で基礎検討を行い、発光および撮影条件を定める指針とすると同時に、助燃剤の添加で定量精度が向上することを確かめた。
- 3) 前処理操作から入るブランクと酸化物合成試料の検量線から定量し、試薬・水・塵埃などから約6ppm検出された。
- 4) 標準試料調整時を用いる純鉄中のCa量を検定し1.5ppm±0.3ppmを認めた。
- 5) 各種製鋼法における試料を分析し、溶解法によつて鋼中Ca量に差異が認められ通常0.0000~0.0004%含有されているが、特殊な溶解法で0.003~0.004%認められた。
- 6) 本法による定量精度は連続線返して6~9%の変動率である。

Spectrograph	D F 60 (Shimadzu)
Excitation	L: 0.8 μH C: 0.0033 μF
	Primary: 70 V
	Secondary: 12.5 kV × 0.7
Exposure	Pre Spark: 40 sec
	Exposure time: 20 sec
	Slit width: 15 μ
Photography	Fuji process plate
	Development
	: 3 min : 20°C
	Fixing: 10 min
	Wash: 10 min

Table 1. Experimental Condition

文献 1) 武井、田辺、寺山: 学振19巻5812(1960) 日本金属学会第46回大会発表