

## (217) 溶液発光分光分析法による非金属介在物中諸元素の定量

富士製鉄 左畑製鉄所

北山 実 ○岩本元繁

西川展裕

ヨウ素メタノール法等で分離した鋼中非金属介在物中の諸元素を溶液発光分光分析法にて定量する方法を述べる。

分離非金属介在物を分光分析法にて定量する方法は、ドイツにおいて P. Klingerらによりかなり古くから研究されてきたが、作業分析法として多量の試料を処理するには不適當であつた。著者らはこれらの方法と、過らの考案になる簡易液槽付き電極とを組合せ、介在物の作業分析に適するよう種々改良を加え良好な結果を得た。

試料の前処理法としては、 $\text{Na}_2\text{CO}_3 - \text{K}_2\text{CO}_3 - \text{Borax}$  (3:3:4) からなる溶融合剤を用いて試料を小型白金ルツボ (3ml) 中にて溶融し、2ml の Co (内部標準元素) - クエン酸 - 塩酸溶液で溶出し、試料溶液とする。

この溶液をオ 1 図に示すような簡易液槽付き電極に入れ、次に示すような定量条件で定量する。

## 1) 電源 (High Voltage Spark)

一次電圧: 200V 一次電流: 2.7A

二次電流: 4.5mA Capacitance: 0.007  $\mu\text{F}$ Inductance: 50  $\mu\text{H}$ 

## 2) 分光写真機および露出条件

スリット: 0.02 x 2 mm 中間スリット高さ: 3mm

波長範囲 (一次線): 2400 ~ 3600  $\text{\AA}$ 

予備放電時間: 10 sec 露出時間: 30 sec

## 3) 分析線対

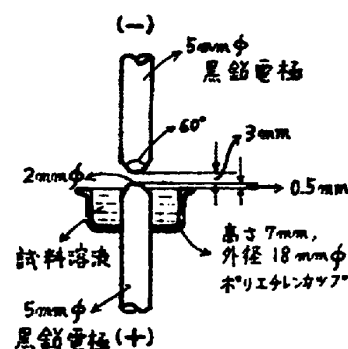
Co 3082.62 / Al 3082.16 Co 2871.24 / Si 2881.59

Co 2871.24 / Mn 2801.06 Co 2871.24 / Fe 2739.55

Co 3243.84 / Ti 3239.04 Co 3137.33 / Ca 3179.32 Co 2871.24 / Cr 2843.25

Co 2871.24 / Mg 2790.79 Co 3283.46 / Zr 3273.05

検量線作成用の標準溶液は、被検元素の含有量を各元素標準溶液の量を変えることにより所定の濃度とし、その他の組成は試料溶液と同じになるように調製する。介在物組成とよく似たマンガン鉱石を比較試料として本法による値と、化学分析値とを比較したところ非常によい一致を示した。実際試料についても二つの分析結果を紹介する。



オ 1 図 簡易液槽付き電極と励起部条件