

(203) 発光分光分析による鋼中アルミニウムの形態別分析法の研究

新日本製鉄 広畑製鉄所

小野寺 政昭

島津製作所

佐伯正夫 西坂孝一 坂田忠義

島津製作所

小野準一 福井 勲 今村直樹

1. 緒言

現在広く使用されている依圧火花発生装置を用いた発光分光分析法によって鋼中 Al を定量する場合には、試料中に存在する Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 量による影響とか、試料の事前研磨などの影響から分析値はバラツキ、Ni とか Cu などのように、試料中に固溶した状態で存在する元素の分析精度に比べて Al の分析精度は劣っていた。今回、これらのバラツキの要因をさぐるための検討をおこない、特に放電毎の光電流強度の挙動を解析した。またその解析によって鋼中 Al の形態別分析法について試み、可能性を得た。

2. 実験結果及び考察

(1) 光電流強度の挙動とその解析

個々の放電によって得られた Al の光電流強度を電磁オシログラフを用いて記録、観察すると、

- ① 同じ T.Al 含有量の試料でも Insol Al 含有量の多い試料は光電流強度のバラツキが大きい。また、時々非常に強度の強い光電流パルスが得られている。
- ② この傾向は放電初期において特に著しく、放電継続時間の経過と共に量が少くなり強度も減衰するが、相当時間放電を続けたあとでも異常に強い光電流強度のパルスの観測されたものもある。Insol Al の少ない試料では、このような傾向は少ない。Insol Al 量と時間差による強度変化量とは相関関係が認められる。
- ③ 放電毎の光電流強度は Al 以外の元素についても相当ばらつく。これらのバラツキの原因としては、放電した各点とホトマルとの光学的なズレとか、研磨による影響、試料の冶金組織にも関係していることがわかった。
- ④ また、Fe と Al の各放電毎の光電流強度の相関性はあるが、かなりのバラツキが認められる。
- ⑤ Insol Al の多い試料の光電流強度の度数分布をみると強度の強い方に分布のスジが広がる傾向にある。

(2) 形態別定量の試み

解析結果から放電毎の光電流強度を多段に記憶させ得られた強度分布を情報として利用することとした。

形態別分析の情報としては、①放電時間差によって生じる光電流強度の減衰の程度を不均一系 Al の情報とし、②さらに光電流強度は相当ばらついているため、光電流強度の情報値として区間積分値又は分布の中央値をとり、情報値の安定化をはかった。また、全光量の代表強度として T.Al 含有量と対比した。以上 2 つの情報値から均一系 Al の情報値を得ることとした。

得られた分析精度は、T.Al の場合、化学分析値との差の精度で  $\sigma_d = 0.0015\% \text{ Al}$  (含有量 0~0.05%)、不均一系 Al としては (化学分析 Insol Al と対応)  $\sigma_d = 0.0018\% \text{ Al}$  (含有量 0~0.013%)、均一系 Al としては (化学分析 Sol Al と対応)  $\sigma_d = 0.0018\% \text{ Al}$ 。

