

住友金属工業(株) 中央技術研究所

理博

藤野允克 猪熊康夫

○落合 崇 海野正英

I. 緒 言

鋼中の B は極微量で焼入性に大きく影響を及ぼすため、その濃度管理が重要な問題であり、作業性の良いカントバックによる分析法の検討がなされてきた。鉄共研発光分光分析分科会においても B の検出下限を求め、1 ppm 以下の再現精度で分析できることが確認されたが、湿式化学分析法による分析値を基準にして求めた検量線はばらつきが大きく、20~30 ppm 水準において 5 ppm 前後もの誤差を生じることが認められる。この値は湿式化学分析法の誤差よりも大きく、カントバック法に内在する誤差要因があるものと考え、原因の追求を行なった。

II. 実験方法

1. 共存元素の影響調査

F X S 2 成分系標準試料により B-1826 Å への妨害元素及びその補正係数を求めた。

2. 放電光波形の調査

光電子増倍管からの出力波形をビジグラフにより観察した。

3. 放電痕の EPMA 観察

放電前後の試料表面の EPMA 観察を行ない、放電位置の確認を行なった。

4. 熱処理の影響調査

図 1 及び図 2 に示す熱処理を施し、処理前後の分析値及び放電光波形の比較を行なった。

III. 結 果

1. B-1826 Å に影響を及ぼす元素には S と Mo があるが、その影響は少く、主な誤差要因では無い。

2. 異常値を与える試料の放電波形は、放電初期において異常に強いパルスが存在し、放電時間の経過とともにその頻度は減少するが、予備放電時間を通常の数倍としても分析値の誤差は取り除けない。

3. 放電痕は析出物の周辺に多く集中しており、選択放電現象が認められる。

4. 異常値を与える試料に対し、熱処理 I の溶体化処理を施すことにより正常な分析値が得られることが確認された。また逆に正常な分析値を与える試料に対し、析出物を出す熱処理 II を施すことにより分析値が高値を示す傾向が認められた。(図 3)

IV. 結 言

カントバックによる B 分析で認められる異常値は析出物への選択放電によるものであり、放電光波形の観察により異常値を示す試料かどうかを判別することができる。また異常値を示す試料に対しては、溶体化処理を施すことにより正確な分析値を得ることができる。

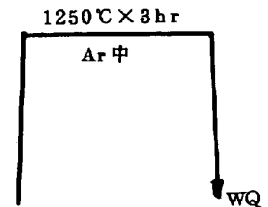


図 1 熱処理 I

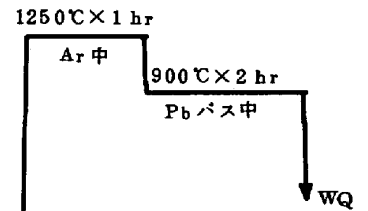


図 2 熱処理 II

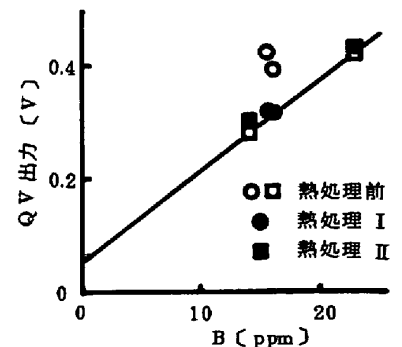


図 3 検量線