

(472) 高エネルギー予備処理法による発光分光分析の硫黄快削鋼への適用

新日本製鐵(株) 室蘭製鐵所 柴田 勉 浜田 栄
 ○奥山祐治 柏尾義隆

1. 結 言

硫黄快削鋼の発光分光分析による定量は、試料内の非金属介在物、特にMnSの影響を受けるため困難であつた。MnSの影響を除去する方法として“高エネルギー予備処理法”、つまり高エネルギー放電で予め分析面を溶融均質化させた後、通常の発光条件で分析する方法がある。著者らは、製鋼工程管理分析に適用できる分析条件、装置を製作し検討したところ良好な精度が得られたので報告する。

2. 実験条件の検討

本法を製鋼工程管理分析に適用し、安定で精度の良い分析結果を得るためには、1)電極先端形状の変化(損耗あるいは蒸発物質の付着)、2)試料とスタンドの温度上昇、を抑制する分析条件、装置が必要である。1)について検討したところ、表1に示す如く高エネルギー放電は、ややoscillatingな放電が最適であることを見出した。2)については、スタンド内部水冷、外部空冷併用方式のスタンドを採用した。

表1. 分析装置と分析条件

装置条件	高エネルギー放電 (発光装置)	通常放電 (島津製SG-400)
回路定数	5.8μH-143μF-0.25Ω	1.5μH-5μF-2Ω
対電極	Ag 45° CONE	
放電時間	予備処理; 20秒	積分; 5秒

3. 結 果

1) 発光分光分析では放電面に介在物が存在するとその界面に選択放電して分析値に影響することが知られている。高エネルギー放電によると、図1に示すように20秒以上の予備処理放電で発光が平衡状態に達し、写真1に示すようにMnSが完全に消滅し、分析面が溶融均質化する。その後通常の分析条件に放電を切換えることにより各元素とも安定した発光強度が得られることがわかつた。

2) 上記の条件で、100回連続分析した結果、図2に示すように良好な分析精度が得られた。

3) S含有率が約0.050%以上のいわゆる硫黄快削鋼では、MnSの影響によりMnおよびSの検量線の相関性は悪かつたが、この方法により良好な検量線が得られた。S含有率0.035~0.32%の30試料による対化学分析正確度は0.0031%である。

4. 結 言

高エネルギー予備処理発光装置を製作し、最適な分析条件を見出して硫黄快削鋼分析に適用し良好な精度を得て発光分光分析を可能とした。

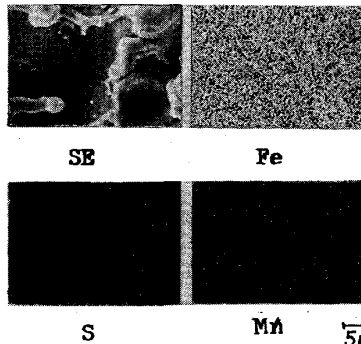


写真1. 放電後のEPMA分析

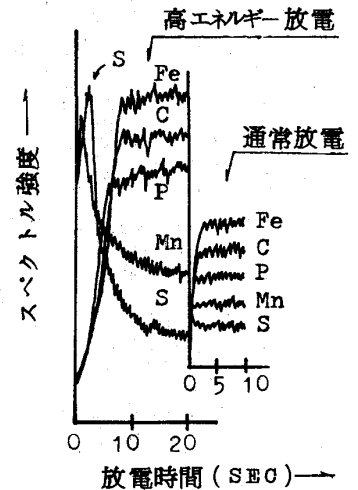


図1. I-T曲線

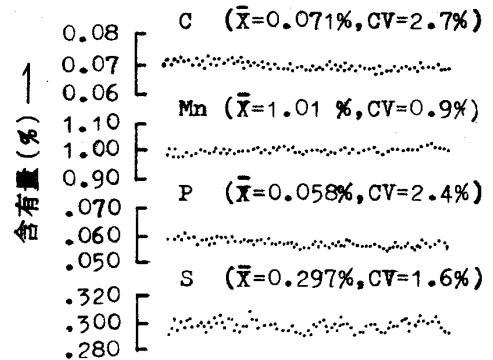


図2. 連続100回放電の分析値変化