

(385) 発光分光分析法によるステンレス鋼中アルミニウムの定量

大同特殊鋼 中央研究所 伊藤六仁 佐藤昭喜
○伏田 博 成田正尚

1. 緒 言

発光分光分析による炭素鋼・低合金鋼中アルミニウムの形態別定量¹⁾ほか数種の元素の定量^{2)~4)}については、パルス強度分布測定法であるP.D.A法によって、精度よく定量できることを、すでに報告した。本報告はP.D.A法をステンレス鋼中アルミニウムの定量に適用し、良好な結果が得られたので、その概要を報告する。

2. 実験方法

2.1 実験装置および発光条件 前報²⁾と同じ

2.2 測定波長 Fe I: 3820.429 Å (内部標準), Al I: 3961.527 Å

3. 実験結果

3.1 予備放電パルスを0~4000と変化させたのち、1000パルス サンプリングした時のパルス強度と度数の関係(I-N曲線)について比較した結果、2000パルス以上予備放電を与えた時、その関係は最も正規分布に近づくことが判った。

3.2 予備放電パルス2000, サンプリングパルス1000におけるI-N曲線は酸不溶性Alの含有率が高くなるに従って、高強度側に発生するパルスの数が多くなり相関があることが判った。

3.3 分布の中央値を測光値とし、Al含有率と測定強度の関係を重回帰して、共存元素の影響を調べた結果、Alの測定線3961.527 Åに対し、Mo 3961.502 Åが妨害し、Mo 1%で0.0136% Alに相当する重なり量であった。この重なり量はFe-Mo二元系試料で調べた重なり量と一致する値であった。その他NiおよびCrの波長は近接しているが影響は認めなかった。

3.4 定量条件として、予備放電2000, サンプリング1000パルス、測光値 $T_{Al}: I_{300}$, $I_{Al}: I_{m'} \times N'/N$ (但し $I_{m'}: I_{300} + 1.5(I_{300} - I_{10})$, N : 全サンプリングパルス数, N' : $I_{m'}$ より高強度のパルス数)を用いCr系とNi系の試料群に分類後、正確度を調査した結果、Cr系ステンレス鋼の場合 σ_d はT.Al: 0.0014%, S.Al: 0.0016%, I.Al: 0.0015%, またNi系ステンレス鋼の場合 σ_d はT.Al: 0.0011%, S.Al: 0.0010%, I.Al: 0.0008%で低合金鋼¹⁾と同様に良好な正確度であった。

3.5 Cr系ステンレス鋼, Ni系ステンレス鋼および低合金鋼の検量線を比較した結果、それぞれ検量線は異なったものになった。この原因としてFe量の差によるものと判断されたので、Fe量補正法について検討した結果、三者の検量線はよく一致することを確認した。

Fe量補正した時の分析精度・正確度は表-1に示すように良好な結果であった。

4. 結 言

本法による分析精度・正確度は充分満足できる値であり、ステンレス鋼の迅速分析が可能となった。またFe量補正により検量線の一元化を図ることができた。

文 献

- 1) 鉄共研 発光分光分析分科会 発光No 581
- 2) 佐藤昭喜ほか; 鉄と鋼 1978 S 363
- 3) 伊藤六仁ほか; 鉄と鋼 1978 S 814
- 4) 伊藤六仁ほか; 鉄と鋼 1980 S1048

表1. 正確度 (Fe量補正後)

		Cr系ステンレス鋼	Ni系ステンレス鋼	低合金鋼	全試料
調査範囲 %	S. Al	<0.002-0.042	<0.002-0.008	<0.002-0.048	<0.002-0.048
	T. Al	0.002-0.045	0.002-0.008	0.002-0.049	0.002-0.049
n		14	9	15	38
S. Al %	\bar{d}	0.0001	0.0006	0.0001	0.0002
	σ_d	0.0012	0.0008	0.0018	0.0014
	σ_{R_2}	-	-	-	0.0008
I. Al %	\bar{d}	0.0009	-0.0002	-0.0005	0.0001
	σ_d	0.0010	0.0007	0.0016	0.0014
	σ_{R_2}	-	-	-	0.0006
T. Al %	\bar{d}	0.0007	0.0008	-0.0004	0.0002
	σ_d	0.0018	0.0011	0.0015	0.0014
	σ_{R_2}	-	-	-	0.0007