

(307) 発光分光分析における試料調製時間の短縮化

川崎製鉄㈱ 水島製鉄所 工博 遠藤芳秀 畑 俊彦○杉原孝志

1. 緒言 溶鋼の操業管理上、最近ますます分析時間の短縮の要請が強い。分析時間は現状では約 20 成分が僅か数秒を要するのみで、迅速性は限界に達している。しかしその試料調製は切断・研磨などの煩雑な操作があり数十秒を要しているが、このうち研磨工程が省略できれば大幅な時間短縮が可能である。演者らは発光分光分析における研磨の必要性について検討し、研磨工程は適切な放電条件で処理すれば研磨の必要はなく、試料調製時間の大幅短縮の方向づけが可能となった。

2. 実験方法 ポンプ試料の切断時間と発光分析の予備処理法の関係を調べた。すなわち、切断時間を変化させて得られた試料の酸素量(酸化層の厚さ)および表面粗度を測定し、これらの発光強度に及ぼす影響を調べた。

3. 実験結果および考察 (1)切断時間と酸素量: 切断時間の長い試料は摩擦熱によって表面が酸化され変色し、切断時間が長いほど Fig. 1 に示すように酸素量が多く試料表面の酸化層が厚くなる。

(2)切断時間と表面粗度分布: Fig. 2 に示すように切断時間の短い試料は一定の粗度分布を示し、研磨した場合と類似している。しかし切断時間の長い試料は粗度も大きく分布も不均一である。

(3)切断時間と発光強度: 通常の切断時間(5~8秒)で切断のみの試料と、それを研磨した試料の各元素の発光強度を比較した場合、切断のみの試料は一定の発光強度に達するまでに時間を要し放電も不安定である。これは試料表面に厚い酸化層が形成され、放電による地金の露出、励起に時間を要するためと考えられる。切断時間の短い(2~3秒)試料は研磨した場合とほぼ同時間で安定である。

以上より、発光分析には一定の粗度と均一な分布の試料表面が必要と考えられ、摩擦熱が蓄熱されないように切断すれば研磨した試料と同条件で分析が可能である。しかし、CとAlは切断中に砥粒などが試料表面に付着し、Fig. 3にCの例を示したように放電が初期に不安定となるため、発光強度が一定に達するまで前処理的に予備放電して、放電酸化層(白色層)¹⁾を形成したのち測定するとよい。

(4)測定結果: 従来法と比較し精度、正確さともに遜色のない結果を得た。

4. 結言 試料を高速切断(2~3秒)し前処理放電を併用すれば、試料を研磨することなく発光分析が可能となった。

参考文献

1) 遠藤ら: 鉄と鋼, 68(1982)3. P523

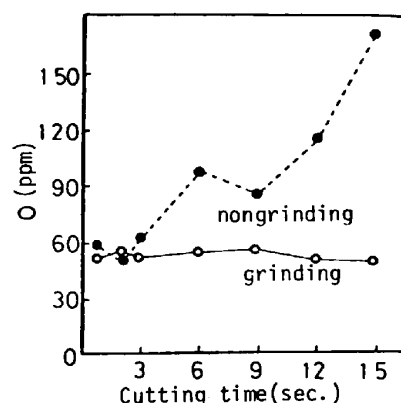


Fig. 1 Relation between cutting time and O content

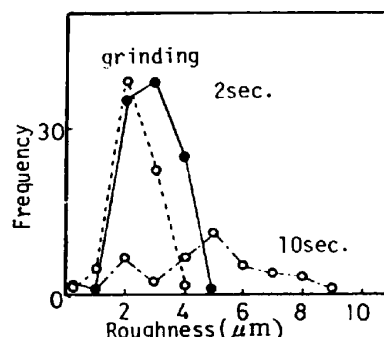


Fig. 2 Surface roughness distribution

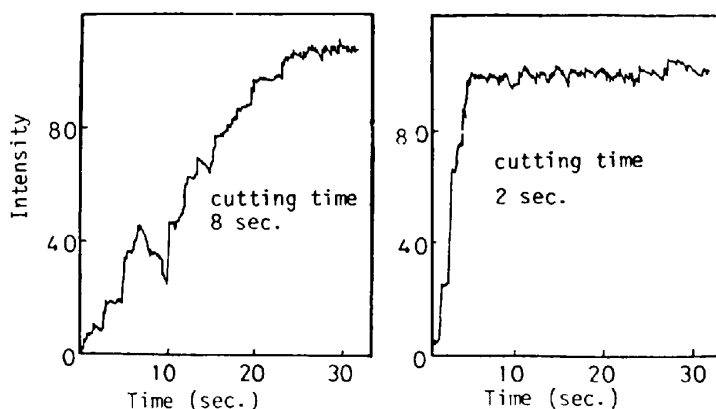


Fig. 3 Intensity - time curves of C