

日本鋼管(株)中央研究所 ○千野 淳 秋吉 孝則 瀬野 英夫  
 工博 井樋田 陸 岩田 英夫  
 京浜製鉄所 高橋 隆昌

1. 緒言

近年、脱P技術の進展に伴い、数ppm程度のPを炉前で迅速に分析する要求が生じてきている。しかし、現行の機器分析法は精度的な面で、湿式分析法は時間的な面で、この要求を満たすことができない。そこで筆者らはこの要求を満たすことができる新たな分析法として、直接塩化法による鋼中の微量P定量法の検討を行なった。本法はPの塩化物の蒸気圧が高いことに着目し、鉄、クロム等他のマトリックス成分の塩化物とPの塩化物を蒸気圧の差により分離して定量しようという考え方に基づいており、本講演ではこの検討結果について報告する。

2. 実験

用いた実験装置の概略を図1に、また、高周波誘導結合プラズマ発光分光分析装置(ICP)の条件を表1に示す。

この装置において、チップ状鋼試料約0.1gをアルミナボード(H)にのせ、石英反応管(F)内に導入し、塩素ガス、アルゴンガス流量をマスフローメーター(C, D)でコントロールして、この混合ガス気流中、反応温度500~1000℃で反応を行なわせ、生成ガスをICPに導入してりん含有量と強度の関係、塩素ガス濃度、反応温度及び反応時間の影響等について調査を行なった。

3. 結果と考察

(1) 反応した鉄等の高沸点塩化物微粒子は、トラップ系を入れても完全にはトラップ出来ず一部がICPのトーチへ送られ発光する。その発光強度の経時変化は元素毎に異なり反応速度を反映しているとみなされる。

(2) Pの発光は、ピークが約1分程一定値となり、その後徐々に下がるパターンを示した。このピーク強度(10秒間積分値)について溶液系(試料0.5g/100ml)でのデータと比較した結果を表2に示す。本法の方が試料量が0.1gと少ないにもかかわらず、Pの発光強度が溶液系に比べて25倍も高くなっており、BECも溶液系に比べて約1/5程度まで低くなっている。

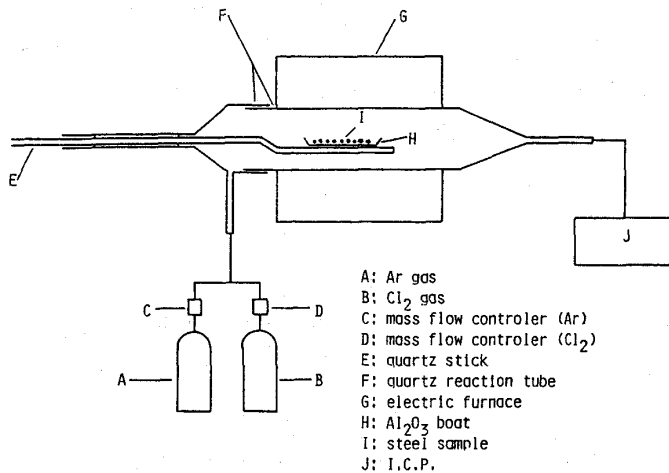


Fig.1 Schematic diagram of apparatus

Table.1 Analytical conditions

|                    |    |                              |
|--------------------|----|------------------------------|
| power              |    | 1.5KW                        |
| Wavelength         | P  | 178.3nm                      |
|                    | Fe | 259.9nm                      |
| Coolant gas        |    | Ar 16 l/min                  |
| Plasma gas         |    | Ar 0.2 l/min                 |
| Carrier gas        |    | Ar Cl <sub>2</sub> 0.2 l/min |
| Purge gas          |    | N <sub>2</sub> 5 l/min       |
| Observation height |    | 17mm                         |

Table.2 Emission Intensity of P

| sample  | content of P | direct chlorination method |                     | solution method     |                     |
|---------|--------------|----------------------------|---------------------|---------------------|---------------------|
|         |              | P Intensity                | Fe Intensity        | P Intensity         | Fe Intensity        |
| 152-8   | 0.026%       | 8.0x10 <sup>6</sup>        | 4.0x10 <sup>7</sup> | 3.2x10 <sup>5</sup> | 1.4x10 <sup>7</sup> |
| pure Fe | 0.001%       | 8.0x10 <sup>5</sup>        | 4.0x10 <sup>7</sup> | 1.2x10 <sup>5</sup> | 1.4x10 <sup>7</sup> |
| BEC*    | 0.003%       | —                          | —                   | 0.016%              | —                   |

BEC: background equivalence content