

(474) 高合金鋼中のニッケルおよびクロムの発光 分光分析; スペクトル線の比較評価

新日本製鐵株式会社 基礎研究所 佐藤公隆, 田中 勇, 大槻 孝
光製鐵所 山本佳博, 日本ジャーレル・アッシュ株式会社 八島祥守

1. 緒 言

ステンレス鋼をはじめとする高合金鋼中の合金元素の分析には、通常、発光分光分析法あるいはけい光X線分析法が用いられるが、発光分光分析法は、C, P, Sも同時に分析できることから工程管理分析にも適している。本研究では、特にNiおよびCrの分析精度の向上を図るため、それぞれ複数の分析線の比較評価を行うとともに、定時間積分とFe内標準線の効用などについて検討を行った。

2. 実 験

Jarrell-Ash社製直読式真空型発光分光分析装置 Atom Comp 96-785 S形を使用し、分析線としてNi II 225.386 (nm), II 227.728, II 243.788; Cr II 206.542 (nm), II 276.654, II 298.919; Fe II 271.441 (nm), I 287.417, I 295.736 を設定して実験を行った。また、発光は純直流高圧スパーク放電 (ECWS) で行い、予備放電 10 秒、積分時間 10 秒とし、銀電極 (60°) を 4 mm の間げきで装着した。試料としては、市販標準試料、プロパー材、二元系標準試料など約 90 種を用いた。

3. 結 果

(1) 二元素標準試料による検量線の評価: Cr では、298.9 nm が 0.5 ~ 30 % で比較的良好な直線性を示し、Ni は II 225.3 nm が低濃度から高濃度域への立上りが最も大きい。

(2) 二元系標準試料による内標準線の直線性: Ni, Cr とともに内標準線としては Fe II 271.4 nm が最もすぐれている。

(3) 定時間積分法によるステンレス鋼の検量線: Ni では II 243.7 nm, Cr では 298.9 nm がすぐれている。その様子の一例を図 1 に示す。

(4) 共存元素の影響: Ni II 243.7 nm, Cr 298.9 nm が影響が少ない。

(5) 強度比の長時間安定性: Ni II 243.7 / Fe I 287.4, Cr 298.9 / Fe II 271.4 の組合せが最も安定している。

(6) 繰り返し再現精度および正確さ: 正確さ (σ_d) は表 1 に示すようになり、結果的には Ni II 243.7 / Fe II 271.4, Cr 298.9 / Fe II 271.4 がよく、定時間積分でも同等の精度ができることが認められる。

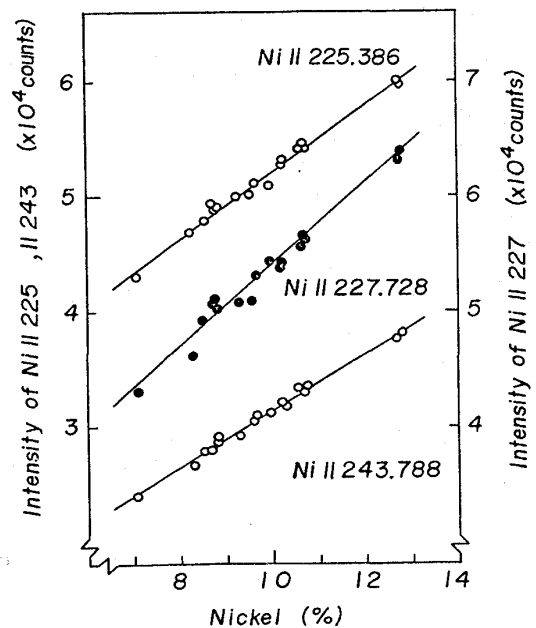


図 1 Ni に対する検量線の比較例

表 1 分析線と内標準線による正確さ (σ_d) の比較 (%)

n = 48

	Ni II 225.386	Ni II 227.728	Ni II 243.788	Cr II 206.542	Cr II 276.654	Cr 298.919
Constant time integration	0.316	0.266	0.218	0.709	0.752	0.270
Internal standard:						
/Fe II 271.441	0.322	0.186	0.270	0.402	0.564	0.224
/Fe I 287.417	0.818	0.436	0.718	1.637	1.292	0.488
/Fe I 295.736	0.392	0.308	0.282	0.330	0.766	0.320

cf. Ni: 7.15 - 12.68, Cr: 16.91 - 20.16.