

(337) ステンレス鋼のカントバック分析用対電極材料の検討

新日本製鐵(株) 光製鐵所 ○山本佳博, 中村 護
舟江弘見, 山藤英彰

1. 緒 言

鉄鋼分析に常用されている銀対電極は多数回発光により試料の汚染を受け分析精度が悪くなる欠点が指摘されている^{1),2)}。ステンレス鋼分析でも同様の現象が生じるため改めて銀, 銅, タングステン等各種材料より作成した電極について検討し, 最も安定性の優れたトリウム入タングステン線電極のステンレス鋼分析への適用をはかった。

2. 実験条件

対電極材料は径 6.2 mm の銀およびトリウム入タングステン棒, 径 1 mm の銀, 銅, 純タングステンおよびトリウム入タングステン線で, 棒は先端を 45°, 線は 90° の円錐形に成形した。なお, 線は図 1 に示す銅製ホルダに装着して用いた。

装置は島津製 SG-400 形発光装置と GVM-100 形分光器で表 1 の条件で使用した。

3. 実験結果

3.1 対電極材料の選択

上記各電極で同一試料中の C, P, Ni および Cr を多数回分析した結果, 分析値には図 2~3 に示すような変動が生じた。他元素についても Ni と同様トリウム入タングステン線電極が最も安定した分析値を示した。なお, 電極端付着物は線の方が棒状電極より少量であつた。

3.2 分析結果

トリウム入タングステン線電極をステンレス鋼の分析に実用化したところ, 本法の分析精度は表 2~3 に示すように従来の銀棒電極より向上した。なお, 本法は普通鋼の分析にも適用したところ, ステンレス鋼と同様, 従来法より好結果を得た。

表 1. 分析条件

発光条件	10 μ F-5 μ H-2 Ω
予備放電	5 sec
積分時間	約 5 sec

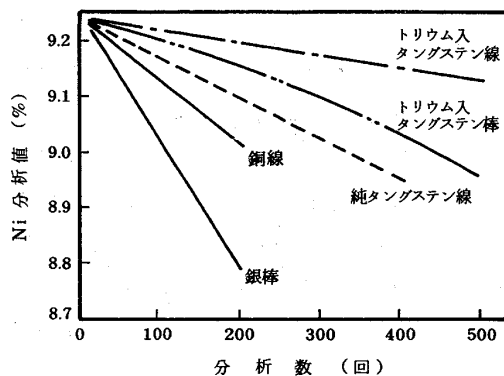
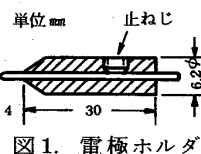


図 2. Ni 分析値の変動 (SUS304)

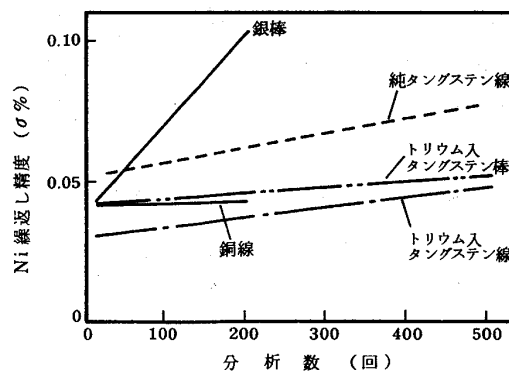


図 3. Ni の分析精度の変動 (SUS304)

表 2. 分析精度 (SUS304, 100回付近)

元素	含有率 %	繰返し精度 σ %	
		従来法	新法
C	0.040	0.0013	0.0009
P	0.028	0.0006	0.0005
Ni	9.26	0.058	0.032
Cr	18.41	0.070	0.035

表 3. 正確度

元素	含有率範囲 %	従来法 (銀棒)		新法 (トリウム入タングステン線)	
		\bar{d} %	σd %	\bar{d} %	σd %
C	0.04~0.08	-0.0010	0.0029	0	0.0020
P	0.02~0.04	0.0005	0.0010	0	0.0009
Ni	8.6~9.5	-0.0004	0.070	0.006	0.043
Cr	18~19	0.008	0.082	0.005	0.050

文献 1) ASTM E415-71

2) 鉄共研 発光分光分析分科会資料 発光 No. 513