

(300) グロー放電分光分析法による鋼板表面付着物の定量分析

川崎製鉄(株) 技術研究所 大橋善治, 古主泰子

1. 緒言

昭和55年春の講演会に於て²⁾、鋼板表面に付着したCaのグロー放電分光分析法²⁾(以下GDSと略記)による定量分析の結果について報告した。鋼板表面に付着したCaの場合、定量限界濃度は最低で100 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ であり、この場合は、放電条件3Torr-40mAで1分間積算することにより、再現性の良い検量線が得られる事を明らかにした。しかし、この手法は、付着量の少ない場合にしか応用できず、鋼板表面のCrのように定量限界濃度が $\sim 5\mu\text{g}/\text{cm}^2$ にもなる場合は、測定条件の再検討が必要である。今回はその検討結果について報告する。

2. 実験

試料は前回と同様に $\text{NaCrO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ をイオン交換水に溶かしCrを一定濃度の溶液を作成し、それを10 μl 鋼板表面に滴下し真空乾燥することによって作製した。また、溶液を滴下する鋼板としては、表1に示す組成のものを用いた。

表1 溶液滴下鋼板の成分表

C	Si	Cr	Mn	P	S	Ni	B
0.003	0.004	0.001	0.001	0.002	0.005	0.002	0.052

3. 結果

付着Crの場合、測定対象付着量が多いため、図1(A)に示すように積算時間1分では不十分である。

図1から、積算時間は2分とするのがデータのバラつきも少なく最適であることがわかる。しかしこの条件でも、測定できるのは $2\mu\text{g}/\text{cm}^2$ までであり、それ以上になるとさらに長い積算時間が必要になるが、3Torr-40mAという放電条件では積算時間を3分にするとかえって測定結果にバラつきが生じている。これはこの放電条件では相度の影響を受けやすいが放電の安定持続時間が短いという欠点を持っているためと考えられる。図2は放電が最も安定する4Torr-50mAで4分間積算を行った結果である。

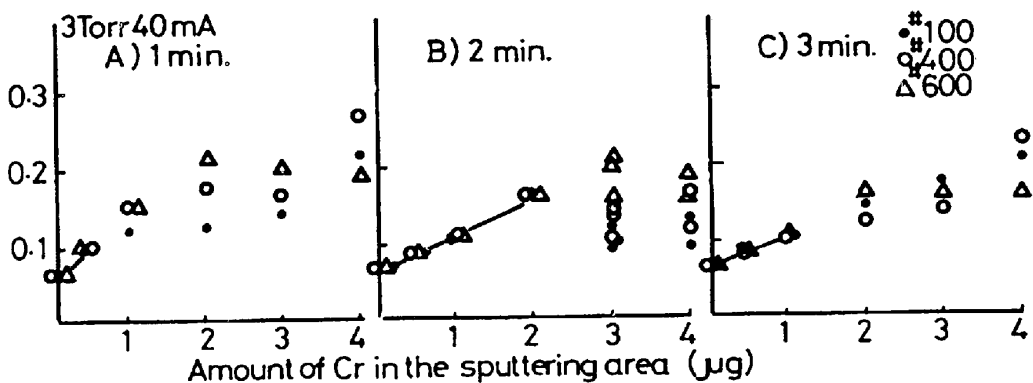


図1 積算時間の影響

図からわかるように、付着量が $3\mu\text{g}/\text{cm}^2$ を越える場合は、相度の影響を多少受けるが、放電の安定性の良い4Torr-50mAを用いる方が適当であろうと考えられる。

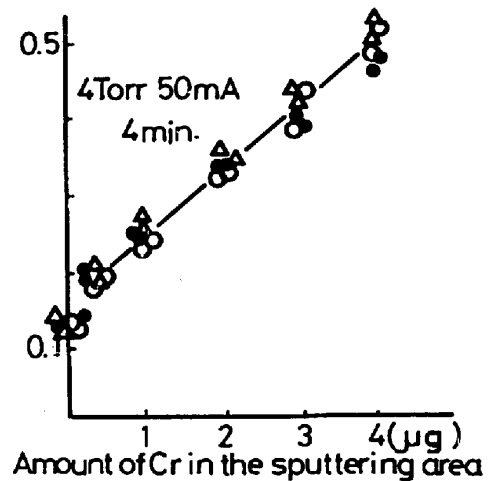


図2 4Torr-50mAにおけるCrの検量線

参考文献

- 1) 大橋山本角山岸 著; 鉄と鋼 66(1980)S402
- 2) Y. Ohashi et al.; Surface and Interface Analysis; 1(1979)53