

(302) グロー放電発光分析による鋼中極微量域 C, P, S の定量

新日本製鐵(株)基礎研究所 ○田中 勇, 磯崎清治
佐伯正夫

1. 緒言

近年、鋼材の品質化に伴ってなかでも鋼中の C, P, S の含有量が極微量域 (10 ppm 前後) に移行している。そのため鉄鋼分析では、感度や分析精度の向上について励起源などの検討が行なわれている。^{1)~3)} 前回,⁴⁾ グロー放電発光分析の特徴などを通常の濃度域で検討した結果、感度の向上に期待できることから、今回は鋼中極微量域の C, P, S の分析を行なう場合の問題点と検出限界などを検討したので報告する。

2. 実験装置および方法 装置は、米国ジャーレルアッシュ社製真空型分光器 "Atom Comp 750" に西独 RSV 社製グロー放電管と電源 (HVG-4) を取付けたものを用いた。試料は BCS, NBS, JSS, BAM, SWEDEN および自社製標準試料を使用した。実験は検出限界を鉄共研究光分析分科会の 3b 法で表わした。分析線は C 165.8 × 2, P 177.5, 178.3, S 180.7 × 2, Fe 259.9 の各 nm と 2 次線 (× 2) を用いた。

3. 実験結果 (1) 分析線の比較 C 193.0 nm は初期放電のスペクトル強度が異常に高く、安定するまで長時間かかるが 165.8 nm は比較的短時間で安定する。しかしこの時間は Fig. 1 に示すように電圧によって安定化する時間が異なる P 177.5 nm は Cu, P 178.3 nm は Ni と Co の影響があるが感度向上には前者のほうが良い。S 180.7 nm は近接線に Ar と Fe のスペクトル線があるため分光器の逆線分散 0.4 ~ 0.5 nm/mm では直接に影響を受けるので 2 次線の使用が好ましい。 (2) 予備放電時間の短縮 従来法では予備放電時間が 20 秒であったが、本報では 10 秒に短縮できた。予備放電時間の短縮は、炭素のスペクトル強度をいかに早く安定化

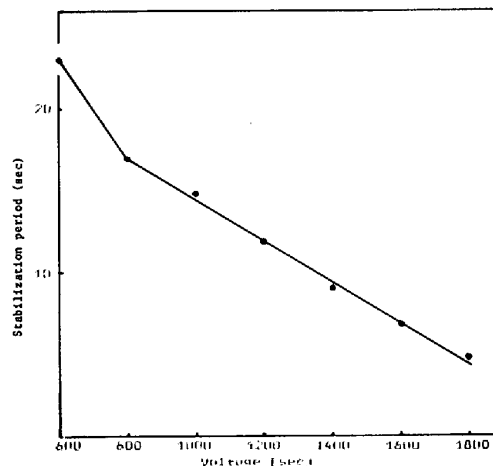


Fig. 1 The relationship between voltage and stabilization period of I-T curves (C165.8nm × 2)

させるかがポイントである。炭素のスペクトル強度は電圧によって大きく変化することが判明しているため、予備放電時間内に電圧を積分時よりも大きくすることで短縮がはかられた。 (3) 放電管の開閉と炭素分析値との関係

ウォーミングアップは 10 回の空放電が必要である。分析待ち時間と放電管の開閉は、試料を放電管にセットして Ar ガスを流して放置する閉よりも試料をセットしないで開にしたほうが炭素分析値の再現性が短時間で良くなる。 (4) 検出限界 鉄共研究光分析分科会の 3b 法によって求めた。結果は Table. 1 に示した。P と S はスパーク放電よりも良い結果であるが、C についてはグロー放電管の構造とスペクトル線 (156.1 nm の使用が望ましい) の問題を解決することによってさらに検出限界は向上すると考えられる。

Table 1. Detection limits [3b]

Element	Wave length [nm]	GDS [%]	ECWS 1) [%]
C	I 165.8 × 2	0.0033	0.0015
P	I 177.5	0.0003	0.0009
S	I 180.7 × 2	0.0002	0.0005

文献 1) 田中, 佐藤: 鉄と鋼 66(1980)A117, 田中, 大槻: 第 11 回応用スペクトロメトリー, 1A11, 1A12(1975)

3) 山路, 藤野: 鉄と鋼 67(1981)S1087 4) 田中, 佐藤: 鉄と鋼 66(1980)S403