

(789) グロー放電管発光分光分析における表面分析の定量法

川崎製鉄・技研・水島 ○押場和也, 今中拓一

1. 緒言

鉄鋼材料における表面分析は、製品の開発はもとより製造工程、品質管理等に重要な役割を果している。最近表面分析手法としてグロー放電管発光分光分析法(GDS)が注目されだした。しかしこの分析法において表面分析、特に極表層部の定量分析方法はまだ確立されていない。元素の濃化現象は極表層部での放電状態の立上りが不安定なところに認められるので、表面濃化現象の研究に本法を用いて定量的に議論をしようとする場合には何らかの補正が必要である。本報ではこのような極表層部の立上りの不安定な放電領域における補正について検討した結果について報告する。

2. 実験方法

実験に使用した装置は西独 R S V 社製 G D S (ANALYMAT-2504 型) である。供試材は 2¼ Cr-1Mo 鋼で熱処理条件等は前回報告した¹⁾ とおりである。

本装置では放電開始直後に初期放電現象が起り次いで極表層部での放電の立上りが不安定で徐々に安定な放電状態になり平衡に達する。立上り不安定な領域に対して発光時の全光量である F_i 値および元素濃度の関係を基本とした補正式を仮定した。この補正式を立証するために次のような実験を行った。

- (1) F_i 値を変えるため測定モードを定電流法とし 150mA ~ 30mA の範囲を段階的に測定した。この際不安定放電を考慮し平衡状態に達するまで放電させ安定した放電が得られる条件および濃度が均一な条件のもとで F_i 値を電流を切換えることによって段階的に変化させ濃度と発光強度との関係を調べた。
- (2) 供試材の含有濃度の異なる元素すべてについて測定した。

仮定した補正式は次のとおりである。

$$I(t) = A \cdot [C] \cdot F_i(t) \quad \dots\dots\dots(1) \quad \begin{array}{l} I(t) : \text{intensity} \\ A : \text{const} \end{array}$$

$$\frac{I(t)}{F_i(t)} = A \cdot [C] \quad \dots\dots\dots(2) \quad \begin{array}{l} [C] (\text{concentration}) : \text{const} \\ F_i(t) : \text{incident beam} \end{array}$$

3. 実験結果

S_i の測定例を Fig.1 および 2 に示す。Fig.1 は F_i の変化と intensity の関係を示すが、 S_i 濃度によってそれぞれの intensity は F_i 値に比例することがわかる。これら各々の直線の勾配を S_i 量に対して整理したのが Fig.2 である。以上の結果から(1)式が実験条件の範囲で成立することがわかる。

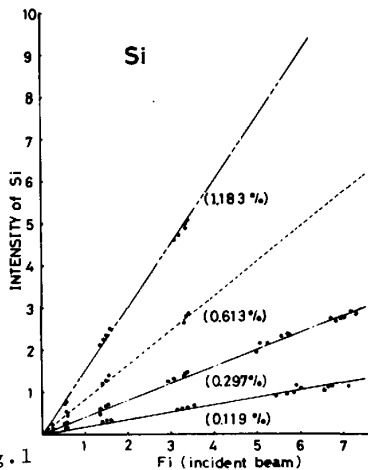


Fig.1 Relationship between intensity of Si and total intensity F_i

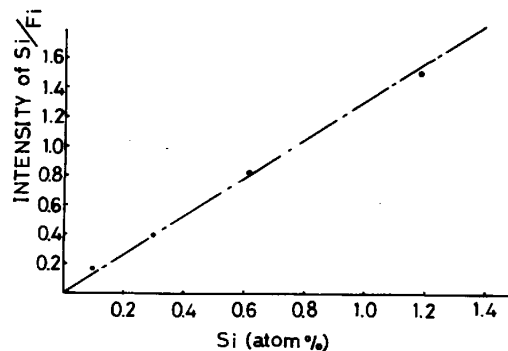


Fig.2 Relationship between Si content and intensity of Si/ F_i

したがって各元素毎に(2)式を求めれば非常に精度のよい定量分析が可能であると考えられる。

1) 押場, 今中, 鉄と鋼 66, (1983)S293