

(791) グロー放電発光分析法による鉄鋼中C, P, Sの定量

川崎製鉄(株)技術研究所

○岡野輝雄 松村泰治

針間矢宣一

1. 緒言

グロー放電発光分析法は異状グロー放電のスパッタリング効果で試料を原子化するために、従来のスパーク放電では分析困難な鋳鉄あるいは高合金鋼へも適用可能であり、多くの分析応用例が報告されている。¹⁾ 本研究では各種規準化法による検量線の直線性、定量下限の検討結果及びアノードパイプ内径の予備放電時間への影響等をC, P, Sを中心に報告する。

2. 実験装置及び方法

- (1) 装置：西独RSV社製ANALYMAT2504 (Fig. 1)
- (2) 試料：JSS, NBS, BCS, BAM および社内標準試料を用いた。検量線の作成に際してはねずみ銃、高速度鋼等特にマトリックス効果の大きいと考えられる試料を使用した。
- (3) 規準化法：全光量FI, Fe(I)372.0, Fe(II)249.3, Ar(I)425.9, Ar(II)137.7 (nm)で規準化を行なった。
なお、鉄の場合には濃度比を用いた。

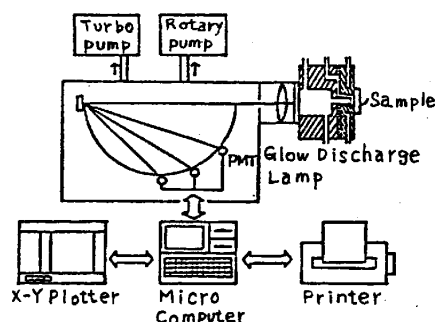


Fig. 1 Schematic diagram of glow discharge spectrometer

3. 実験結果

- (1) 検量線：P, Sについては高速度鋼を除いてねずみ銃も含めて良い直線性が得られた。P検量線をFig. 2に示す。Cの場合は同一条件ではねずみ銃が鋼試料の検量線からずれを生じ、予備放電時間を長くする必要があった。Arによる規準化ではスパッタリング率の補正ができなため相関係数は良くなかったが、FIの場合には鉄濃度比法に匹敵する相関係数が得られた。
- (2) 定量下限：定量下限についてはいずれの規準化法でも差は見られず3b法で求めた値はCが18ppm, Pが3ppm, Sはbの値が負となったがBECからの推定では2ppmである。Cについては分析線として165.8nmと156.1nmの両方を検討したが前者の方が感度は良いが、安定化時間は後者の方が短く分析時間の短縮には後者が良い。
- (3) 予備放電時間：予備放電時間の短縮は放電出力の増強あるいはスパッタリング率の差の小さい普通鋼の場合にはC, P, Sスペクトル線と同じ挙動のAr(137.7nm)での規準化によりある程度可能である。しかし、予備放電時間に最も影響すると考えられるのはアノードパイプの内径の大きさである。内径8mmの通常のアノードパイプを使用した場合にはねずみ銃中のCのスペクトルの安定化に要した予備放電時間は80秒であったが、4mmの場合には20秒で十分であった。アノードパイプの内径を小さくすることにより分析時間の大幅な短縮が可能と考えられる。

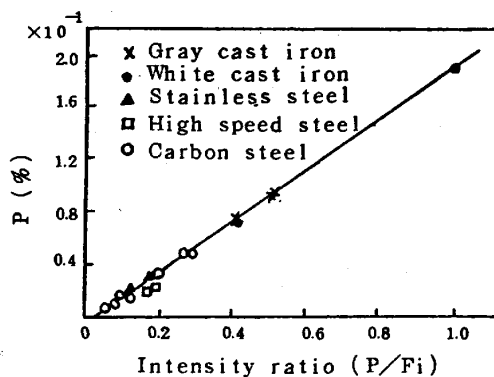


Fig. 2 Calibration curve of P

1) 例えば、田中、磯崎、佐伯：鉄と鋼 69(1983) S309