

(309) グロー放電発光分析による鉄鋼固体試料への適用
 —ステンレス鋼の分析—

新日本製鐵(株) 基礎研究所 ・田中 勇, 佐伯正夫
 磯崎清治

1. 結 言

グロー放電発光分光分析は, スペクトル線のS/Nが大きく, しかもマトリックス効果の影響を受けにくく, 検量線の直線範囲が広いという特徴をもっていることはすでに報告した^{(1)~(3)}。これらの特徴をさらに拡大するために, 今回はステンレス鋼を対象に実験を行ない分析上の問題点などについて検討したので報告する。

2. 実験方法

- 2.1 実験装置および発光条件: 前報⁽¹⁾と同じ。
- 2.2 供試料: BCS, JSSおよびUSスチール社製市販標準試料ならびに自社製標準試料の合計32種類を使用した。
- 2.3 方法: 本実験では前報⁽¹⁾で問題となっていた炭素分析の精度向上の対策について, グロー放電管およびArガスの純度の項目をとりあげた。またステンレス鋼中のNiとCrを分析する場合の分析線の比較とC, P, S, AlおよびBの定量下限を求めた。なお本法では鉄量が80~50%と大きく変動するので, 従来から使われている鉄強度比法による検量線の作成ではなく鉄濃度比法によるそれでおこなった。

3. 実験結果

- 3.1 炭素分析の精度向上 ステンレス鋼中のCは0.05%前後であるので高精度が要求される。その対策として既報⁽¹⁾からつぎのような改善を行った。使用するArガスは超高純度のBガスと称するものにしたこと。放電停止中にArガスを流しておくこと。試料取付け時の真空からArガス封入のシーケンシャルを逆に改造したことなどにより大幅に精度が向上した。
- 3.2 分析線の比較 Niの分析線(I)341.4, (II)231.6, (III)243.7, Crの分析線(I)425.4, (II)298.9, (III)267.7およびFe内標準線(I)371.9, (II)271.4, (III)259.9 (nm)について, 鉄濃度比法で行った場合の検量線の直線性などを調べた。この結果, Niは(III)243.7, Crは(II)298.9と(III)267.7, Feは(II)271.4を用いるのが検量線の直線性に有効であった。
- 3.3 分析精度 本法による各元素の分析値の正確度は, Table 1に示すように良好な結果であった。
- 3.4 定量下限 3b法⁽⁴⁾で求めたところ,

Cが19 ppm, Pが4 ppm, Sが5 ppm, Alが6 ppm, Bが1 ppmであった。

4. 結 言

ステンレス鋼中のAlやBの湿式化学分析は操作が煩雑で所要時間が長く迅速分析が困難であったが, 本法によってCを含む多元素同時の迅速分析が可能となり, 現在日常作業分析に適用し良好な結果を得ている。

文 献

- 1) 田中, 佐伯: 鉄と鋼 66(1982) S323
- 2) 田中, 佐藤: 鉄と鋼 66(1980) S403
- 3) 鉄共研・発光分光分析分科会 発光No.777 (1982) 4) 井樋田睦: 鉄と鋼, 62, 749 (1976)

Table Accuracy data

Elem.	n	Analytical range (%)	Average (%) concentration	d (%)	sd (%)
C	24	0.028 - 0.14	0.068	-0.0008 ₀	0.002 ₂
Si	24	0.31 - 1.42	0.67	-0.0005 ₇	0.0008 ₉
Mn	24	0.43 - 2.04	1.32	-0.0005 ₄	0.010
P	24	0.002 - 0.040	0.019	-0.0001 ₂	0.0010
S	24	0.003 - 0.023	0.012	-0.0000 ₉	0.0008 ₆
Ni	22	0.56 - 20.54	12.37	-0.004 ₃	0.075
Cr	28	4.26 - 25.60	17.47	-0.003 ₉	0.076
Mo	15	0.052 - 2.92	1.58	-0.001 ₇	0.012
Al	8	0.001 - 0.066	0.016	0.0003 ₅	0.0010
B	8	0.0002 - 0.011	0.0044	0.0000 ₁	0.0001 ₂