

(313)

電子ビーム溶融-質量分析法による N・H 分析  
(その1 分析装置の開発)

新日本製鐵(株) 基礎研究所 大坪 孝至<sup>○</sup>後藤 俊助  
製品技術研究所 宮坂 明博

1. はじめに

鉄鋼製造の脱ガス工程の管理のために、溶鋼のガス成分(N, Hなど)を迅速に定量する方法が必要とされている。現在、鋼中のN・Hの分析法としては、溶鋼からピン試料を採取し不活性ガス中溶融-熱伝導度法で定量するのが一般的であるが、この方法では試料を採取したのち切断・研磨・秤量することが必要で、さらに定量時間も長いので、採取後分析値出力までの時間が6~10分を要し、脱ガス作業へのフィードバックに利用できないのが現状である。以上の問題を解決するため、電子ビーム溶融-質量分析(以下EB-MSという)法を検討した。第1報として、開発した装置の概要を紹介する。

2. 開発目標

装置の開発目標としては、(1)定量範囲・精度は従来法と同等、(2)定量時間(試料準備後)1.5分、(3)研磨・秤量を省略できること、(4)操作を自動化し製鋼作業者が取扱える装置とすること、の4点とした。

3. 開発した装置

装置の構成をFig.1に示す。試料を試料導入部①に装着し予備排気したのち高真空( $10^{-6}$ Torr)のEB照射室②に導入する。同室内のN・Hのバックグラウンドを質量分析計③(MS-<sup>株</sup>アネルパ製AGA360)で測定したのち、電子ビーム源④(EB-日本電子製JEBW-061CH 60kV-50mA)からEB(60kV-30mA)を照射し、試料を局部的に溶融し、放出されるN・HをMSで定量する。標準的には、試料面の3点を順次EB照射して定量し3点の平均値を出力する。なお、MSの感度の日間、日内のドリフトに対しては一定量のArを導入して校正した。N・Hについては濃度既知のガスを一定量だけ装置内に導入して検量線を作成するかあるいはN・Hの濃度が既知の鋼試料を用いて各EB条件に対して、検量線を作成し定量した。以上の各操作は、マイクロコンピュータ(YHP-9815A)を介して自動的に実行される。定量のシーケンスをFig.2に示す。

3. 装置の性能

開発した装置の性能は、概略次の通りである。

- (1) 定量範囲：N 300ppm以下, H 2ppm以下
- (2) 精度：相対誤差±5%
- (3) 定量時間：110秒

(以上)

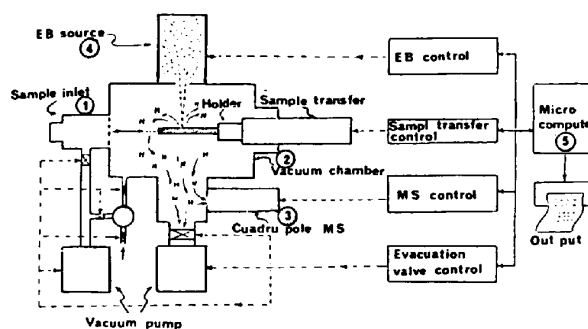


Fig 1. Block Diagram of EB-MS analyzer

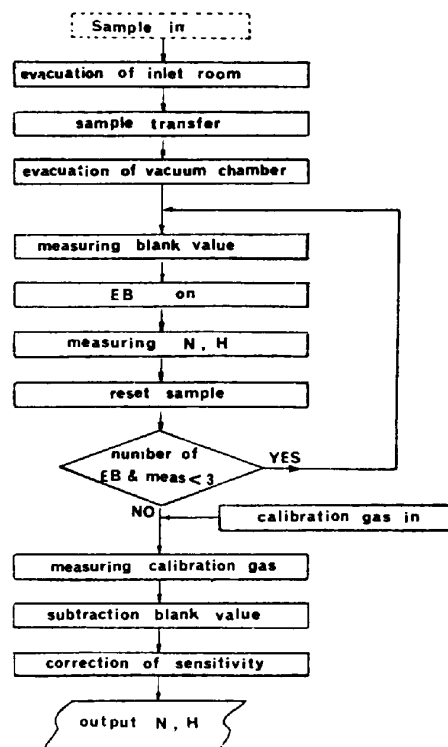


Fig 2. Sequence of EB-MS method