

(314) 電子ビーム溶融-質量分析法によるN・H分析 (その2 定量性についての検討)

新日本製鐵㈱ 基礎研究所 大坪 孝至[○]後藤 俊助
大分製鐵所 堀 吉孝

1. 緒言

別報¹⁾に述べた装置に関し、定量の最適条件を決定し、その条件下で定量精度を検討した。以下にその概要を述べる。

2. 分析条件の確立

分析条件確立のために、(1)予備排気時間と電子ビーム(EB)照射室の真空度、残留ガス分圧との関係、(2)EB電流と溶融量の関係、(3)EB照射時間とガス抽出の関係、(4)同一試料についてEB照射-MS測定のみ返し数について検討した。

(1) 予備排気時間；試料導入部(内容積 約300ml)に試料装入後、ロータリーポンプ(300l/min)で予備排気したのち試料をEB室に導入するが、予備排気が不十分であると大気がEB室に導入され分析精度を下げる。また、EB室の質量分析計(MS)とEBの保護リレーが動作する。実験からこれらの条件を満足する時間を20秒と決定した。

(2) ビーム電流；ピン状サンプル(6mmφ)に対しては12mA、ブロック試料に対しては21mAとした(溶融深さと溶融池形状、HAZ部形状から)。溶融部形状をPhoto 1に示す。

(3) EB照射時間；NおよびHのピーク形状から最短時間を1秒とした。

(4) くり返し数；同一試料について、EBの照射回数と溶融部の大きさ、MS定量値の関係から3回照射とした。

3. 分析精度

(1) 標準ガスによる繰返し精度；一定濃度のN・Hを含むArガスの一定量をくり返し装置に導入しMSで測定した結果をTable 1に示す。

(2) 同一鋼材から5つのサンプルを準備し、各サンプルについて3回EB照射しMSでそれぞれ定量した。N定量結果をFig.1に示す。

(3) 低炭素鋼のN、オーステナイトステンレス鋼のHをくり返し分析した結果をTable 2, 3に示す。

(4) Nが10~70ppmの試料について、EB-MSのN分析値と従来法(LECO TC136)による結果との対比をFig. 2に示す。

4. まとめ

N(300ppm以下)、H(2ppm以下)を短時間で精度よく分析できる。

1) 大坪, 後藤, 宮坂: 鉄と鋼 69(4)S (1983)



Photo 1 Molten zone by EB

Table 1. Repeatability of Standard gas sample by EB-MS method

	1	2	3	4	5	\bar{X}	R
N	2.62	2.62	2.62	2.62	2.62	2.62	0
H	1.69	1.70	1.10	1.71	1.69	1.70	0.02

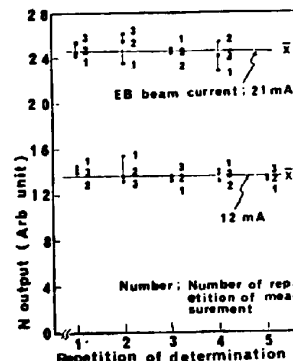


Fig 1 Repeatability of N determination

Table 2. Repeatability of Nitrogen content of steel sample by EB-MS method

	1	2	3	4	5	\bar{X}	R
N(ppm)	17.5	17.5	16.1	15.3	16.7	16.6	2.2

Table 3. Repeatability of Hydrogen content of stainless steel sample by EB-MS method

	1	2	3	4	5	\bar{X}	R
H(ppm)	1.14	1.15	1.07	1.15	1.11	1.12	0.08

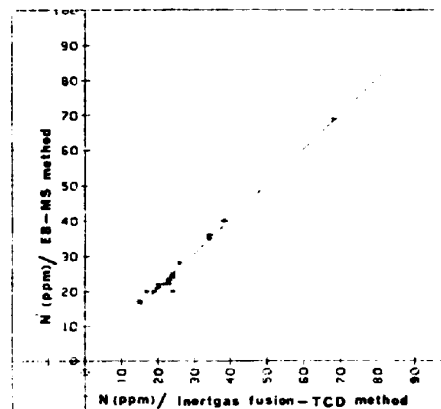


Fig 2. Relation between Inertgas fusion-TCD method and EB-MS method