

(298) グロー放電発光分析法による高合金鋼の定量

川崎製鉄(株) 技術研究所

○岡野輝雄 安原久雄

松村泰治 針間矢宣一

1. 緒言

マトリックス効果が小さく、広い濃度範囲にわたって直線性の良い検量線が得られるというグロー放電発光分析法の特徴を利用して高合金鋼の定量について検討した。高合金鋼の場合はマトリックス濃度が大きく変動するので、その補正定量法として鉄規準の濃度比法及び前報¹⁾で報告した全光量(Fi)規準の強度比法の比較検討を行なった。またアノードパイプ内径の分析精度への影響、さらにNの定量についても検討を行なった。

2. 実験

発光分析装置は前報¹⁾と同様、西独RSV社ANALYMAT2504を使用した。試料は、JSS、NBS、JAERI、及び自社製標準試料を使用した。

3. 実験結果

(1)アノードパイプ内径：アノードパイプ内径を8mmφから4mmφへと小さくすることにより、スパッタリング速度を大きくし、予備放電時間の大幅な短縮が可能となり、Table 1に示すように分析精度にもほとんど違いが見られないことがわかった。通常、電流密度を高くするとスパッタリング面が凸になっていく問題を生じるが、このようにアノードパイプ内径を小さくして高電流密度とした場合には、比較的均一なスパッタリング面が得られた。

(2)規準化法：ステンレス鋼、鉄基耐熱合金、さらにニッケル基耐熱合金についても適用を試みたが、検量線に関しては鉄、全光量いずれの規準化法においても広範囲にわたって良い直線関係が得られた。全光量規準の強度比法はマトリックス濃度の変動の影響を受けず、目的元素だけの検量線で定量できるという利点があるが、Table 2のニッケル基耐熱合金の分析例から、分析精度、正確さでは鉄規準の濃度比法が良好な結果を与えることがわかる。

(3)N分析：Table 3はステンレス鋼中のNの分析結果を示したものである。アノードパイプ内径を4mmφと小さくし、放電管内のAr圧を高くしたことにより、大気の影響をかなり抑制することができた。

Table 1. Repeatability for stainless steel (%) n=10

	Std. value	4mmφ a) σ	8mmφ b) σ
C	0.046	0.0010	0.0016
P	0.028	0.0003	0.0005
S	0.007	0.0002	0.0002
Ni	9.20	0.065	0.056
Cr	18.58	0.120	0.130
Al	0.003	0.0001	0.0002

Note: Preburn time a)10s b)40s
Integration time a)5s b)10s
Discharge current
a) 100mA b) 150mA

Table 2. Analytical results for high-temperature alloy (%) n=5

	Std. value	Fi-method		Fe-method	
		\bar{x}	σ	\bar{x}	σ
Ni	73.8	70.48	0.634	73.85	0.052
Cr	16.9	17.08	0.083	16.70	0.035
Al	0.50	0.506	0.008	0.498	0.002
B	0.0115	0.0112	0.0005	0.0116	0.0008
Nb	1.22	1.16	0.015	1.21	0.005
Fe	4.32	3.65	0.051	4.27	0.018

Table 3. Analytical results of nitrogen in stainless steels (%) n=7

Sample	Std. value	\bar{x}	σ
JSS-652	0.016	0.0168	0.0008
" -654	0.026	0.0255	0.0004

参考文献

1) 岡野, 松村, 針間矢: 鉄と鋼 69(1983) S1053