

(413) 鉄鋼試料のグロー放電発光分光分析法における介在物および熱履歴の影響

新日本製鐵(株) 分析研究センター ○千葉 光一, 小野 昭紘, 佐伯 正夫
 広畑 製鐵所 柴田敬太郎

1. 緒言

現在表面分析を中心に用いられているグロー放電発光分光分析法(GDS)は, 自己吸収が少ない, マトリックスの影響が少ないなどの優れた分光分析的な特性を有することが知られている。そこで今回, GDSの鉄鋼バルク試料分析の適用について検討を行った。特に, GDSに対する介在物の影響を, Ca添加鋼中のCaの分析を例に検討を行ない, また, 鋼の熱履歴の影響についても検討を行った。

2. 実験方法

GDS発光分光分析装置にはRSV社製ANALYMAT2504を使用した。放電条件は定電圧制御モードで出力は1.2kV-50mA, 放電管内径は4mmφ, 放電管の内圧は約0.1Torrで測定を行った。また, 分析時間は, 予備放電時間20秒, 積分時間20秒とした。分析用試料には, NBS1261シリーズ, NBS1161シリーズ, JSS162シリーズ, JSS150シリーズなどを用いた。

3. 実験結果

<定量感度> GDSで得られるC, P, S, Si, MnのBECを測定した。ただし, この測定は定電圧モード1.2kV-80mAで行った。その結果, 各元素のBECは, C0.0098%, P0.0018%, S0.0036%, Si0.0095%, Mn0.096%であった。これらの値は, Mnを除き通常のスパーク放電法と同程度のものであり, GDSがスパーク放電法に比べて感度の面では遜色のないことを示している。Mnに関しては, 今回の測定では分析線にMn(II)257.6nmのイオン線を用いたためにBECが悪くなったものと考えられ, 適当な原子線を選ぶことによってBECの向上が期待できる。

<介在物の影響> Ca添加鋼中のCa介在物の影響について検討した。標準試料として, Ca-Al-Si系の複合酸化物が単独で約5μmの介在物として存在する試料(酸化物系Ca)と, 1~2μmの複合酸化物がさらに硫化物(Fe-Mn)Sによって被われた介在物として存在する試料(硫化物-酸化物系Ca)とを選び, 分析を行った。通常のスパーク発光分析では, Caの測定には長時間の予備放電と介在物の形態ごとの検量線とが必要となる。スパーク発光分光法によると図1に示すように, 硫化物-酸化物系Caと酸化物系Caとは明らかに二本の直線にプロットされる。これに対し, GDSでは両試料とも一本の検量線上にプロットされ, Ca介在物の影響が著しく緩和されている。

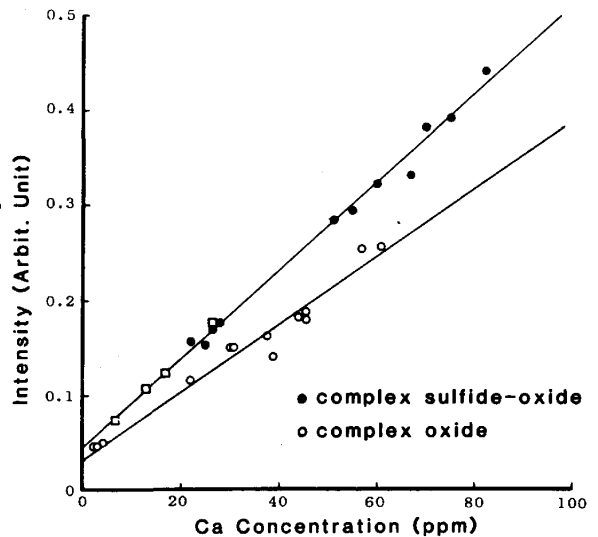


Fig. 1. Calibration Curves for Ca Obtained by Spark - AES

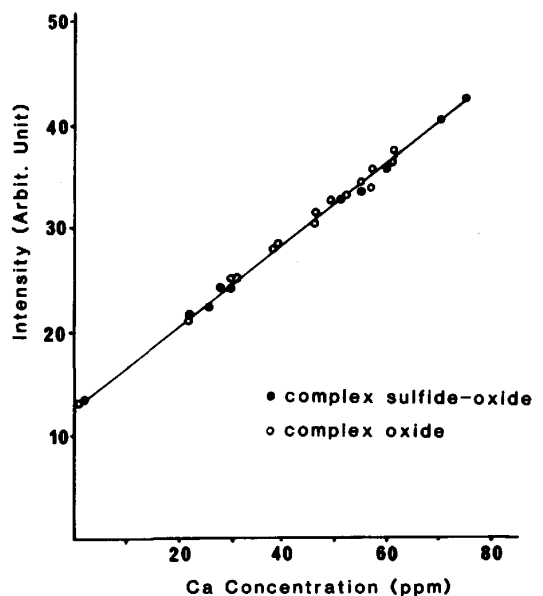


Fig. 2. Calibration Curve for Ca Obtained by GDS