

(375) グロー放電による鋼中 C, P, S, B, Al の
発光分光分析法の改善新日本製鉄(株)基礎研究所 ○ 田中 勇,
佐藤公隆, 大槻 孝

1. 緒 言

スパーク放電を中心とする真空形発光分光分析装置は、現在、鉄鋼分析の手段として賞用されているが、金属組織や介在物の影響をさけることができず、分析精度や感度、正確さが不十分な場合はそれを緩和するため鋼種別に検量線を数多く作成することが多い。

このような背景から、最近では種々の励起源の適用性について検討されている¹⁾が、それらの中でも W. Grimm によって開発されたグロー放電は、(1) スパッタリング現象を利用しているため、選択放電に起因するマトリックス効果が少ない。(2) 放電がきわめて安定しており、スペクトル線の S/N 比が非常に大きく、かつスペクトル線の幅がせまい。(3) 自己吸収が少ないので、高濃度域まで直線性のよい検量線が得られる。などの特徴があることが知られている。

本研究では、金属組織や介在物の影響を受けやすい C, P, S, B および Al を対象元素として選り、グロー放電を適用することによって発光分光分析値がどのように改善されるかについて調べた。

2. 実 験

発光分光分析は、Jarrell-Ash 社製 Atom Comp 90-750 に RSV 社製グロー放電機構を装着して試作した新しい分析装置を用いて行った。

3. 結 果

(1) I-T 曲線: C 193.0 nm は安定するまでの時間が長い、その他のスペクトル線は比較的早く安定し、その挙動は内標準線である Fe 281.3 nm とよく類似している。

(2) 単純くり返し精度: C 193.0 nm と C 165.8 nm とでは後者方がすぐれている。それ以外の対象元素は、いずれも良好な精度を示す。

(3) 検量線: 特に、介在物の影響を受けやすい S, B および Al について調べたところでは、いずれも一本化が可能である。

(4) 共存元素による影響: C 165.8 と P については特に認められない。S は C の、B は S の、また Al は Mo の影響を受けるので、それぞれ補正が必要である。

(5) 正確さ: LVS とグロー放電について正確さ (σ_d) を比較した例を表 1 に示す。LVS で予備放電時間を通常の 15 秒から 75 秒に変えると σ_d は改善されるが、グロー放電によるとよりすぐれた値が得られることが認められる。また、グロー放電による σ_d を対象元素についてまとめると表 2 に示すようになり、いずれの元素もすぐれた正確さで分析することができる。なお、感度も十分あり、極微量成分の分析法としても活用できる。

表 1 低圧スパーク放電 (LVS) とグロー放電における正確さ (σ_d) の比較例

	Range (%)	n	LVS (15)	LVS (75)	Glow
S	0.007 - 0.027	10	0.010	0.0024	0.0005
Al	0.004 - 0.064	5	0.0055	0.0019	0.0005

LVS の (15), (75) は予備放電時間 (秒) を示す。

表 2 グロー放電による鋼中 C, P, S, B および Al の発光分光分析結果

Line (nm)	n	Range (%)	$\bar{x}$ (%)	σ_d (%)
C 193.0	27	0.037 - 0.87	0.29	0.021
165.8				0.0038
P 178.2	42	0.002 - 0.045	0.014	0.0007
S 180.7 (II)	47	0.0006 - 0.032	0.014	0.0004
B 182.6	25	0.0001 - 0.011	0.0033	0.0001
Al 396.1	30	0.005 - 0.064	0.027	0.0014

1) 佐藤, 田中, 大槻, 松本: 日本鉄鋼協会第 99 回講演大会 (1980.4) 討論会講演予稿。