

© 1985 ISIJ

# スパーク励起光伝送に光ファイバーを用いた 鉄鋼試料の発光分光分析

論文

小野昭絢\*・佐伯正夫\*\*

## Atomic Emission Spectrometry of Steel Samples Using a Fiber-Optic Light Guide

Akihiro ONO and Masao SAEKI

**Synopsis:**

A new emission spectrometric method in which a spark discharge chamber is linked to a spectrometer by using a fiber-optic light guide has been studied. This report describes the characteristics of various types of fiber-optic light guide for transmission of spark radiation. The analytical system is mainly consisted of spark discharge chamber, power source for spark discharge, Taschen-Runge type spectrometer, 2 to 10 m long all silicon types or silicon polymer-clad types of fiber-optic light guide. The loss of transmittance by the fiber-optic light guide was investigated by measuring the emission intensities of spectral lines with various wavelength.

The results obtained are summarized as follows: (1) Silicon polymer-clad bundle fiber-optic light guide which has wide numerical aperture and large core area is suitable for transmission of spark radiation, (2) Analytical lines of elements, such as Si, Mn, Cr, Al, Ti, and Cu in Steel, in the range of wavelengths longer than 268 nm can be transmitted over a distance of more than 10 m and can be determined satisfactorily. However, the transmission of analytical lines of C, P, and S shorter than 268 nm is difficult because of the absorption loss by the fiber-optic light guide.

### 1. 緒 言

鉄鋼製品の製造工程における素材および製品の鋼種判定などに、分析試料片の採取を行わずに、製造現場で直接非破壊迅速分析する技術の開発が要請されている。しかし、最近の鉄鋼製品などの鋼種は成分含有率の幅が狭く、種類も多いために、鋼種判定といえども正確な分析が必要で、非破壊迅速の制限から発光分光分析法が適している。

発光分光分析法を採用する場合、試料片を採取しないために発光部と分光検出部とをそれぞれ独立させ、スパーク放電による励起光の分光部への伝送が必須となる。励起光の伝送には、通常のレンズ系によるよりも光軸変動に対して有利な可とう性のある光ファイバーの活用が有効な手段として考えられる。光ファイバーによるスパーク励起光の伝送手段を発光分光分析に応用した報告は、これまでわずかにみられる<sup>1)~3)</sup>。しかし、スパーク励起光の伝送に適した光ファイバーの材質や構造について基礎的に検討した報告は少ない。また、鉄鋼試料のスパーク励起光を光ファイバーで伝送した場合の各元素の定量精度についての報告はみられない。一方、光ファイ

バーの研究開発は、光通信を主目的としており、赤外域の長波長光の伝送特性についての基礎研究および材質等の開発は活発で、我が国は世界の最先端を堅持している。しかし、発光分光分析における励起光は紫外域の短波長光に属し、この分野での光ファイバーの開発はその困難さもありほとんど進んでいない。

そこで、鉄鋼試料のスパーク放電による励起光を各種の光ファイバーを介して分光検出部へ伝送し、励起光伝送に適した光ファイバーの材質、構造および伝送可能距離等を調べた。また、スパーク励起光を光ファイバーで伝送した場合の鉄鋼中各元素の定量精度について調べ、光ファイバーの励起光伝送プローブとしての適用性について検討した。

### 2. 実験方法

#### 2.1 実験方法

従来の発光分光分析の技術をほとんどそのまま活用し、光ファイバーを用いてスパーク励起光を分光器へ伝送した場合の伝送特性を中心に検討した。

すなわち、固体鉄鋼試料を低圧整流火花放電 (L.V.S. 放電) によつて励起発光させ、この励起光を光ファイ

昭和 56 年 4 月本会講演大会にて発表 昭和 59 年 5 月 15 日受付 (Received May 15, 1984)

\* 新日本製鉄(株)分析研究センター 理博 (Analysis Research Lab., Nippon Steel Corp., 1618 Ida Nakahara-ku Kawasaki 211)

\*\* 新日本製鉄(株)分析研究センター (Analysis Research Lab., Nippon Steel Corp.)

バー端面に集光して入射し、光ファイバーのコア層を伝送して分光器のスリットへ出射させた。分光した発光スペクトル線の強度を光電子増倍管で受け、その経時変化および定時間積分強度を測定し、各種光ファイバーによる伝送特性および定量性について調べた。

## 2.2 実験装置

実験装置の概観を Photo. 1 に示した。本装置は発光用電源(島津製作所製モジュラ発光装置, L.V.S. 280000形), 発光スタンド(試作品), 分光器(島津製作所製 G V 200 形真空カントレコーダー) および検出器(島津製作所製 240000 形測光装置)などから構成される。

試作した発光スタンド部分の構造を Fig. 1 に示した。集光レンズの焦点距離は、発光箇所までが 180 mm, 光ファイバー端面部までが 90 mm である。Ar ガスは光ファイバー取付け部および対電極部からおのおの約 10 l/min ずつ吹き込み、放電部から排出した。また、発光スタンドはデータ処理用電子計算機のノイズ対策から鉄製ケースに収納した。

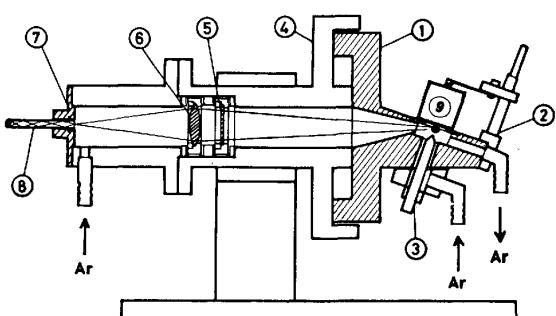
## 2.3 発光条件

鉄鋼試料の励起発光には L.V.S. 放電を採用したが、



A : Spark discharge chamber, B : Fiber-optic light guide, C : Spectrometer

Photo. 1. Spark discharge-emission spectrometric system using a fiber-optic light guide.



1 : Spark discharge chamber, 2 : Sample electrode, 3 : Counter electrode, 4 : Chamber holder, 5 : Quartz screen, 6 : Lens, 7 : Fiber-optic holder, 8 : Fiber-optic light guide, 9 : Steel sample

Fig. 1. Schematic diagram of spark discharge unit.

Table 1. Spark discharge condition.

Discharge type	DC - L.V.S.	50 pulse/s
Inductance : 50 $\mu$ H	Electrode : Ag	
Capacitance : 6 $\mu$ F	Electrode gap : 6 mm	
Resistance : 5 $\Omega$	Preburn time : 15 s	
Peak potential : 1 kV	Integration time : 30 s	

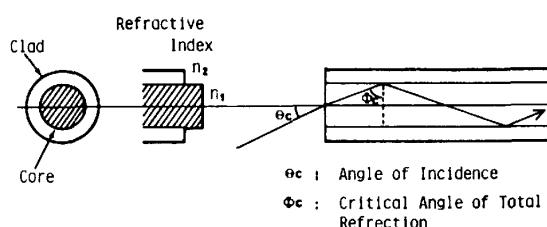


Fig. 2. Principle of light transmission by optical fiber.

Table 2. Specification of fiber-optic light guides.

Fiber name	A	B	C	D
Core	Quartz	Quartz	Quartz	Quartz
Clad	Silicon polymer	Quartz	Quartz	Silicon polymer
Core diameter ( $\mu$ m)	200	100	800	200
Core number	133	49	1	133
Core area (mm <sup>2</sup> )	4.1	0.38	0.50	4.1
Refractive (Core)	1.459	1.459	1.459	1.459
Index (Difference)	0.053	0.011	0.011	0.053
Numerical aperture	0.39	0.18	0.18	0.39
Attenuation (dB/km)	40	30	10	10
Length (m)	1.0	2.2	2.3	2.0-10.0

放電の回路定数など発光条件は Table 1 に示したとおりである。

## 2.4 光ファイバー

光ファイバーによる光伝送の原理は、Fig. 2 に示すように光はファイバーのコアとクラッドの界面で全反射を繰り返して伝播する。この場合、臨界全反射角  $\phi_c$  に対応する入射角  $\theta_c$  以下の入射光のみがコア内を伝播することになる。この  $\theta_c$  は通常、次式の開口数( $N.A.$ )として評価され、 $N.A.$  の大きいファイバーほど光を取り込みやすい。

$$N.A. = \sin \theta_c = \sqrt{n_1^2 - n_2^2}$$

ただし、 $N.A.$  : 開口数,  $\theta_c$  : 入射角,  $n_1$  : コア屈折率,  $n_2$  : クラッド屈折率

本実験に用いた光ファイバーの各仕様を Table 2 に示した。主として用いたファイバーは 4 種類(大日本電線製)で、複合材料系としてクラッド層にシリコン樹脂をコーティングしたポリマークラッドのバンドルファイバー 2 種類と、全石英系の単芯およびバンドルファイ

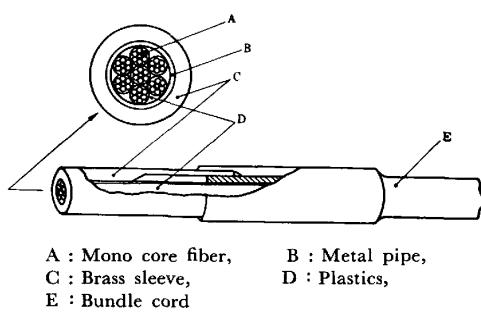


Fig. 3. Structure of bundle type of fiber-optic light guide.

バーの各1種類である。これらの各光ファイバーは、Fig. 3(49芯バンドルファイバーの例)に示したように黄銅製スリーブを取りつける端末加工を施して用いた。

## 2.5 試 料

分析試料には、日本鉄鋼標準試料JSS 162~167および米国製標準試料NBS 1161~1168の合計14種類の低合金鋼標準試料を用いた。

## 3. 実験結果

### 3.1 発光強度-時間曲線測定結果

鉄鋼標準試料を対象に、Table 1の発光条件に従つてスパーク放電を行い、励起光をTable 2に示した仕様の4種類の光ファイバーを用いて分光器へ導入し、発光強度-時間曲線(I-T曲線)を測定した。測定波長としては、各波長域における励起光の伝送損失の状況を把握するために、Cu I 327.4 nmからSi I 251.6 nmまでの広い波長範囲にわたる各元素の分析線を選定した。

I-T曲線の測定結果の一例として、Fig. 4にMn II 293.3 nm、Fig. 5にCr II 267.7 nmの場合を示した。各分析線とともに光ファイバーを用いた場合は、伝送損失によってスペクトル線強度が極端に低下したので、

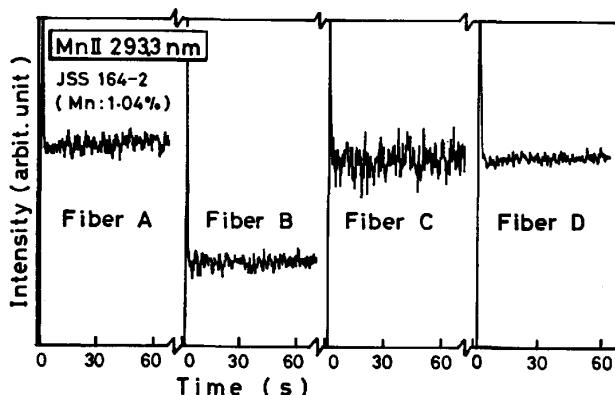


Fig. 4. Intensity-Time curves of manganese in steel obtained by spark discharge using several types of fiber-optic light guide.

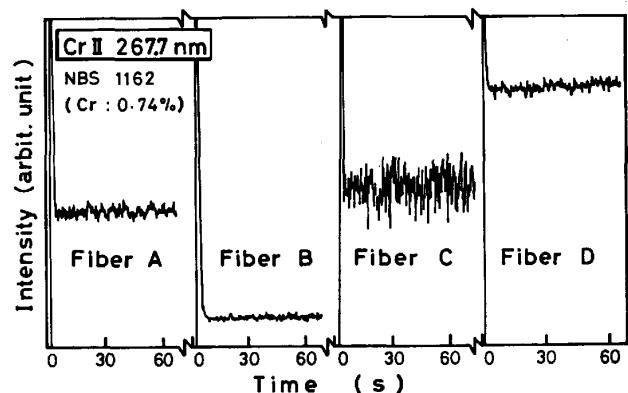


Fig. 5. Intensity-Time curves of chromium in steel obtained by spark discharge using several types of fiber-optic light guide.

光電子増倍管の印荷電圧を上げて検出した。なお、用いた各光ファイバーの長さは、Aが1.00 m、Bが2.23 m、Cが2.28 m、Dが2.20 mであるが、光電子増倍管の印荷電圧は同一条件とした。

### 3.2 伝送強度の光ファイバー長依存性測定結果

各種光ファイバーによるI-T曲線測定結果から、励起光の伝送に最適と考えられた光ファイバーDの長さを変えてI-T曲線を測定し、励起光の伝送におけるファイバーの長さの依存性について調べた。

測定結果の一例として、Fig. 6にMn II 293.3 nm、Fig. 7にCr II 267.7 nmの場合を示した。ファイバーの長さはそれぞれ2.20 m、5.10 mおよび10.16 mとした。また、光電子増倍管の印荷電圧は、2.20 m長のもので記録計の上限近くになるよう調節し、他の長さの場合はそのまま同一条件で行った。

### 3.3 伝送強度の波長依存性測定結果

波長の異なる各元素の発光スペクトルを光ファイバーで伝送し、測定した積分発光強度から各波長における励起光の伝送特性について調べた。

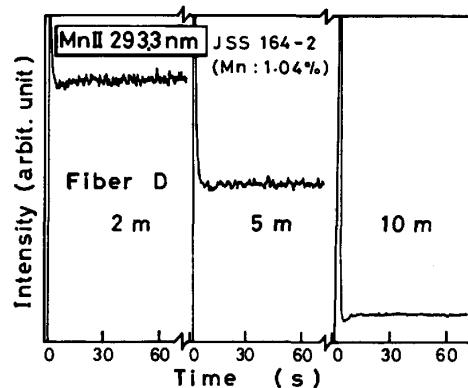


Fig. 6. Intensity-Time curves of manganese in steel obtained by spark discharge using each lengths of polymer-clad bundle type of fiber-optic light guide.

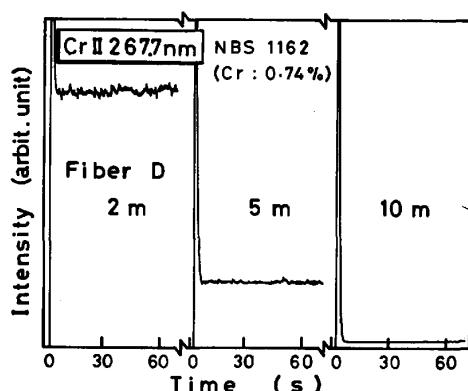


Fig. 7. Intensity-Time curves of chromium in steel obtained by spark discharge using each lengths of polymer-clad bundle type of fiber-optic light guide.

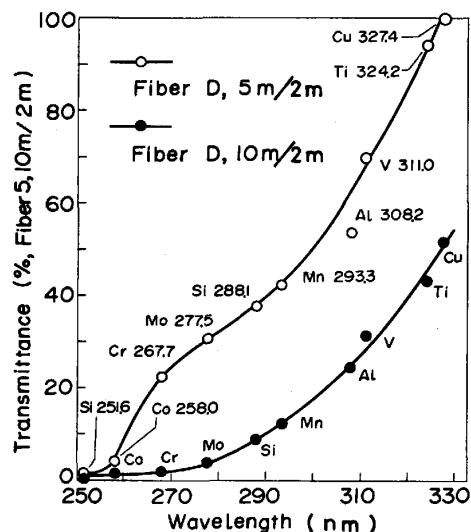


Fig. 8. Wavelength dependence of transmittance of polymer-clad bundle type of fiber-optic light guide.

すなわち、各種鉄鋼標準試料を発光させ、2 m, 5 m および 10 m 長の各光ファイバー D により励起光を分光器に伝送し、Fe II 271.4 nm を用いる内標準分析方法によつて約 30 s 間の各元素の積分発光強度を測定する。次に各測定元素をほとんど含まない鉄鋼試料を対象に、同様に測定した積分発光強度をバックグラウンドとして各積分発光強度から差し引く。そして、2 m 長ファイバーを用いた時の積分発光強度を基準に、5 m および 10 m 長ファイバーを用いた時の積分発光強度の割合を求める。

測定結果を Fig. 8 に示した。X 軸に分析線の波長を、Y 軸に 2 m 長ファイバーを基準として伝送された発光強度の割合を目盛り、励起光の光ファイバー伝送効率と波長との関係を示した。

### 3.4 検量線の作成結果

14 種の鉄鋼標準試料を対象に、10 m 長の光ファイバ

ー D を用い、Table 1 の分析条件に基づく Fe II 271.4 nm 内標準法により、Si I 251.6 nm, Si I 288.1 nm, Co II 258.0 nm, Cr II 267.7 nm, Cr II 298.9 nm, Mo II 277.5 nm, Mn II 293.3 nm, Al I 308.2 nm, V II 311.0 nm, Nb II 319.5 nm, Ti II 324.2 nm および Cu I 327.4 nm の 10 元素 12 分析線の検量線を作成した。

Fig. 9 および Fig. 10 に検量線作成例を示した。その他の分析線については、Co II 258.0 nm および Si I 251.6 nm を除き Fig. 9, 10 と同様に良好な結果を得た。Co II 258.0 nm は、ファイバー長を 5 m と短くすることにより検量線を作成できたが、Si I 251.6 nm は

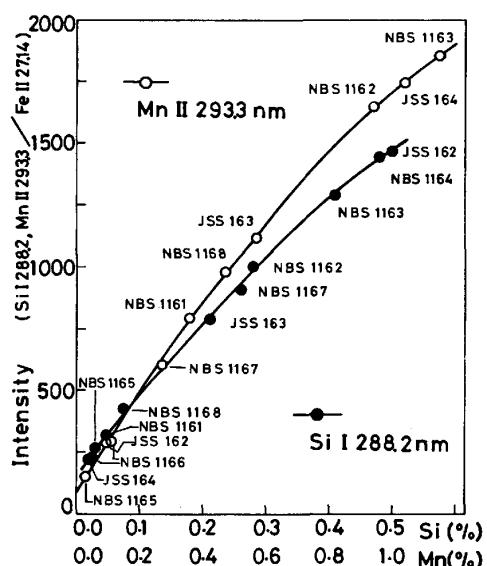


Fig. 9. Calibration curves of manganese and silicon in steel by spark discharge using 10 m lengths of fiber-optic light guide.

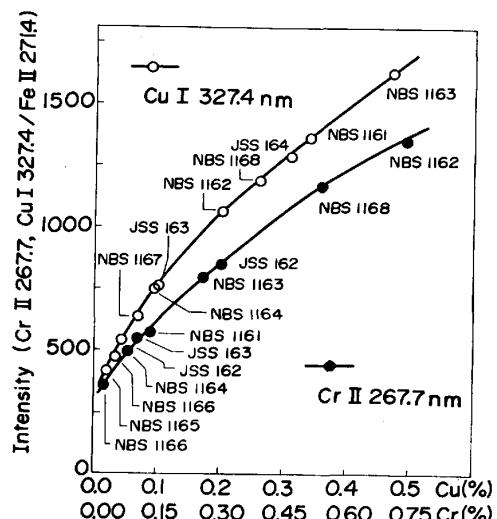


Fig. 10. Calibration curves of copper and chromium in steel by spark discharge using 10 m lengths of fiber-optic light guide.

2 m 長ファイバーDを用いても、伝送されてくるスペクトル線強度が著しく弱く検量線を作成することは困難であつた。

#### 4. 考察

##### 4.1 励起光の伝送損失とコアー材質

石英コアー光ファイバーの  $0.19 \sim 1.2 \mu\text{m}$  の波長における伝送損失  $\alpha$  は、W. HEITMANN が報告した次の実験式<sup>4)</sup> で表すことができる。

$$\begin{aligned}\alpha &= \alpha_{\text{scat.}} + \alpha_{\text{abs.}} \\ &= 0.622(n^2/2.123)^4/\lambda^4 + 0.049 \cdot 10^{1/\lambda}\end{aligned}$$

ただし、 $\alpha_{\text{scat.}}$ ：散乱損失、 $\alpha_{\text{abs.}}$ ：吸収損失、

$n$ ：屈折率、 $\lambda$ ：波長

この実験式によれば、鉄鋼の発光分光分析で主として対象となる  $200 \sim 300 \text{ nm}$  の波長域における伝送損失は、吸収損失が支配的となり、波長の逆数に対して指数関数的に増加するものと考えられる。

従つて、伝送損失を極力低くおさえて励起光を効率よく伝送するためには、光ファイバーのコアー部に紫外吸収損失の少ない材質を用いることがまず第一に重要である。Fig. 11 に各種の代表的なファイバーの伝送損失特性の測定結果を示した。この結果によれば、コアーに純粹石英を用い、クラッドに  $\text{BF}_3$  をドーピングして屈折率を下げた石英を用いた全石英系ファイバー(○、●印)は、石英コアーに  $\text{BF}_3$  や  $\text{POCl}_3$  をドーピングした多成分系ファイバー(△、▲印)に比べて伝送損失が少ない。また、全石英系ファイバーにおいても Fig. 11 に示すようにコアーに用いる石英の品質によって伝送損失が異なる。この点については、石英の製造方法による影

響も受けるので詳細は明らかではないが、OH 基含有量の多い石英(●印)の方が紫外吸収損失に対してすぐれていた。

励起光伝送に A, B, C, D 4 種類の光ファイバーを用いた本実験結果をもとにファイバーのコアーの石英材質と伝送損失の関係について考察する。最初に、コアーに石英を、クラッドにシリコンポリマーを用いた複合材料系ファイバー(A, D)における励起光の伝送損失の比較を行う。ファイバー A と D は、共に集合素線数が同じバンドル型で、コアー面積および N.A. は同じであるが、長さが A は  $1.0 \text{ m}$ , D は  $2.2 \text{ m}$  と異なる。特に  $850 \text{ nm}$  における伝送損失が A は  $40 \text{ dB/km}$ , D は  $10 \text{ dB/km}$  と著しく異なっている。励起光の I-T 曲線測定結果から両者の伝送強度を比較してみると、Fig. 4 に示すように  $\text{Mn II } 293.3 \text{ nm}$  においてはほぼ同程度である。しかし、Fig. 5 に示すように、より短波長域の  $\text{Cr II } 267.7 \text{ nm}$  においては、ファイバー長が長いにもかかわらずファイバー D の強度が A より 2 倍程度高くなっている。これは、ファイバー D のコアーの石英材質が A に比べて短波長光を透過しやすいことを示している。

次に、全石英系ファイバー(B, C)における励起光の伝送損失の比較を行う。ファイバー B と C は、ファイバー長および N.A. はほぼ同じであるが、B は集合素線数 49 本のバンドル型で C は大口径单芯の違いがあり、コアー面積は B が C に比べて 24% ほど少ない。しかし、最も異なるのは伝送損失で、 $850 \text{ nm}$  における測定値が B は  $30 \text{ dB/km}$ , C は  $10 \text{ dB/km}$  である。Fig. 4 および Fig. 5 に示すように、ファイバー B の励起光伝送強度は、 $\text{Mn II } 293.3 \text{ nm}$  および  $\text{Cr II } 267.7 \text{ nm}$  のいずれの波長においても、C に比べてコアー面積の差に見合う以上に減少している。特に  $\text{Cr II } 267.7 \text{ nm}$  における減衰は著しく、わずかな光が伝送されているに過ぎない。この場合も、ファイバー C のコアーの石英材質が B に比べて短波長光を透過しやすいことを示している。

以上のように、複合材料系および全石英系のいずれの光ファイバーにおいても認められるように、コアーに紫外吸収損失の少ない高純度石英を用いることが効率のよい励起光伝送に不可欠である。

##### 4.2 励起光伝送に適した光ファイバーの条件

励起光を効率よく伝送する光ファイバーの条件の一つとしてコアー材質について 4.1 で述べたが、ここではそのほかの条件、すなわちファイバーの構造、N.A. およびコアー面積を中心に考察する。

スパーク放電によって生じた励起光は、レンズにより

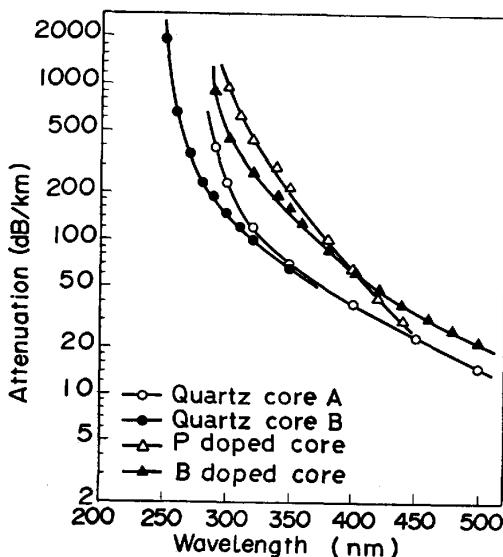


Fig. 11. Attenuation spectra of several types of core.

ファイバー端面に集光して入射させるが、効率よく入射させることが重要である。この励起光のファイバーへの入射効率は、ファイバーの *N.A.* およびコア一面積が支配する。2.4 すでに述べたように、*N.A.* は  $\sqrt{n_1^2 - n_2^2}$  で表され、コアの屈折率 ( $n_1$ ) とクラッドの屈折率 ( $n_2$ ) の差が大きいほど大となり、光の取り込まれる入射角は大きくなる。クラッドにシリコンポリマーを用いた複合材料系ファイバーの屈折率差は、通常 0.053 で *N.A.* は 0.39 (入射角: 22.9°) と大きい。一方、全石英系ファイバーの屈折率差は、通常 0.011 で *N.A.* は 0.18 (入射角: 10.3°) と小さい。従つて、現状では屈折率差を大きくすることが容易な複合材料系ファイバーが、*N.A.* の点から励起光の伝送に有利であるといえる。

コア一面積については、大きいほど広い範囲から励起光を集めることができ、入射の容易さおよび入射効率の面で有利である。現在のところ、単芯型のコア一径の限界は 800 μm 程度であり、それ以上の口径になると光ファイバーの特長である可とう性が損なわれる。従つて、コア一面積を大きくするには単芯型よりもバンドル型が適している。

なお、光ファイバーの構造とは直接関係ないが、励起光を効率よく伝送するためには、ファイバー端面への集光方法も重要である。本実験では、Fig. 1 に示したように励起光を一部の角度からのレンズによる集光方法をとつたが、長距離伝送のためにはさらに広い角度から効率よく集光する工夫も必要である。例えば A. D. AMBROSE ら<sup>1)</sup> は凹面鏡と凸面鏡の組み合わせにより、広角度からの集光を試みている。また、集光レンズを用いずにスパーク放電カラムの周囲にファイバー端面を並べるなどの集光方法も有効と思われる。

#### 4.3 励起光の伝送可能距離および波長範囲

光ファイバーを用いた場合に、発光分光分析における励起光をどのくらいの距離まで伝送できるのか、またどのくらいの短波長域までの伝送が可能なのか、実際に最もポイントとなるこの 2 点について考察する。

光ファイバーによる励起光の伝送強度は、当然伝送距離に逆比例する。ファイバー長を段階的に変えて励起光を伝送した場合、どの程度の減衰が起こるか実際に測定した結果は Fig. 6 および Fig. 7 に示した。これらの結果によれば、測定波長が短くなるにつれてファイバーの長さによる減衰が著しくなっている。特に Fig. 7 の Cr II 267.7 nm のように短波長の場合、この測定条件下では 10 m 以上の伝送は困難で、光電子増倍管の印荷電圧をさらに上げなければならない。

以上のように、励起光のファイバーによる伝送距離は

その波長と密接な関係がある。Fig. 8 は、3.3 で述べたように 327.4 nm から 251.6 nm までの波長域におけるファイバーの各長さごとの励起光の減衰割合を示したものである。Cu I 327.4 nm や Ti II 324.2 nm のように分析線の波長が比較的長い場合には、ファイバー長を 2 m から 5 m に長くしてもその減衰はわずかである。しかし、V II 311.0 nm より短波長域になると、波長が短いほど極端に減衰を示すようになる。これらの結果から、光ファイバーによる励起光の伝送可能な距離および波長域について大略の推定がつく。しかし、これらの実験はすべて 2 m 長ファイバーを基準に光電子増倍管の印荷電圧を調節してあるので、10 m 長ファイバーに印荷電圧を合わせた場合に、励起光は实际上どの程度の強度で伝送されるかについて調べた。その結果、327.4 nm から 267.7 nm までの各分析線 (Cu I 327.4, Ti II 324.2, V II 311.0, Al I 308.2, Mn II 293.3, Si I 288.2, Mo II 277.5, Cr II 267.7) については、10 m 長のファイバーを用いても定量には十分な量の励起光が伝送された。Cu I 327.4 nm や Ti II 324.2 nm については、印荷電圧にまだ余裕があり、10 m 以上の伝送が十分可能である。しかし、Cr II 267.7 nm については、印荷電圧はすでに最大値に近く、これ以上に強度を高くすることはできない。Co II 258.0 nm については、10 m 長での強度は弱く、定量に適用できる励起光の伝送距離は 5 m 長までであった。Si I 251.6 nm については、印荷電圧を最大にしても 2 m 長での伝送強度は微弱であり、真空紫外領域に入る C I 193.1 nm, S I 180.7 nm, P I 177.5 nm については全く伝送困難であった。

上述のように約 250 nm 以下の短波長域では、光ファイバーの材質による紫外吸収損失によって伝送が困難である。従つて、紫外吸収損失によって長距離の伝送が困難な元素については、長波長域の分析線を用いるべきである。例えば、Si については 251.6 nm の分析線を用いずに Si I 288.2 nm を、Co については 258.0 nm を用いずに Co II 345.3 nm を用いることにより 10 m 以上の伝送が可能になる。しかし、長波長域に適当な分析線をもたず、鉄鋼分析で重要な元素である C, S, P については、現状では光ファイバーによる伝送は困難であり、紫外吸収損失の少ない新しい素材を用いた光ファイバーの開発を待たねばならない。

#### 4.4 光ファイバー伝送発光分光分析の定量性

光ファイバー伝送発光分光分析法は、通常のスパーク発光分光分析法と比べて鋼試料の発光条件および励起光の分光検出条件は同じであり、励起光を光ファイバーに

よつて分光検出部へ伝送する点のみが異なつてゐる。従つて、本分析法の定量性について従来法と比較する場合、励起光の伝送において定量性に関与する因子について考えればよいことになる。励起光のファイバー伝送において、定量性に關係してくる因子には、伝送による励起光量の低下、励起光のファイバー端面への入射の安定性などが考えられる。

光ファイバーで伝送した励起光の I-T 曲線 (Fig. 4 ~Fig. 8) から、ファイバーによる伝送過程での励起光強度の減衰などの様子をうかがうことができる。ファイバー長を長くした場合、分光されて光電子増倍管に到達した発光スペクトルは、ファイバーによる紫外吸収を受けて光量が減少する。そこで、光電子増倍管の印荷電圧を上げて検出するが、検出強度の SN 比が低下して定量精度の低下が懸念される。また、測定した各光ファイバーによる I-T 曲線を比較すると、ファイバー C の場合発光強度の振幅が特に大きくなっている。ファイバー C は仕様を Table 2 に示したように、他のファイバーが 100 または 200  $\mu\text{m}$  の素線を 49 または 133 本束ねたバンドル型であるのに比べ、800  $\mu\text{m}$  の大口径ファイバー 1 本からなる单芯型である。従つて、特にコア一面積および開口数が小さいファイバー C では、スパーク放電カラムのゆらぎによる影響を受けやすく、励起光の強弱変化が I-T 曲線の振幅の大きさとして表れるものと考えられ、定量精度低下への影響が心配される。

以上のように、スパーク励起光の光ファイバー伝送については、いくつかの定量精度低下の要因が考えられる。そこで、光ファイバー伝送発光分光分析における実際の定量精度がどの程度であるか調べた。その結果、低合金鋼の日本鉄鋼標準試料 JSS-163 (C : 0.19%, Mn : 0.57%, Si : 0.21%, Cu : 0.10%, Cr : 0.10%) を繰り返し 10 回分析したときの変動係数 (C.V.) は、Mn が 0.85%, Si が 1.2%, Cu が 1.5%, Cr が 1.8% であり、光ファイバー伝送を行わない通常の発光分光分析法におけるそれぞれの変動係数とほとんど同じであった。また、10 m 長の光ファイバー D を用いた場合の検量線例を Fig. 9 および Fig. 10 に示したが、いずれ

の元素についても各含有率と励起光強度とは良好な相関性が認められ、定量精度も良好であることがわかつた。また、ファイバー C を用いた場合も良好な検量線を得ることができた。従つて、光電子増倍管の印荷電圧を上げていること、あるいはファイバー C に見られる伝送強度の振幅の大きいことなどによる励起光強度の変動は、Fe 内標準による積分法によつて十分補正されているものと考えられる。

上述のように本法は、光ファイバーを用いない通常の発光分光分析法に対比して遜色のないものであり、十分鉄鋼分析に実用できる定量性をもつことがわかつた。

## 5. 結 言

発光分光分析におけるスパーク励起光の光ファイバーによる伝送特性について調べた。特に励起光の伝送に適した光ファイバーの材質と構造、励起光の波長と吸収損失との関係および伝送可能距離などを中心に検討した。

その結果、下記の点について明らかになつた。

- (1) スパーク励起光の伝送には、低損失石英ガラス製で、開口数およびコア一面積の大きい複合材料系のバンドルファイバーが適している。
- (2) スパーク励起光の分析線が 267.7 nm 以上にある Cr, Mo, Si, Mn, Al, V, Ti, Cu など鉄鋼中に含有されるほとんどの元素については、10 m 以上の距離の光ファイバー伝送が可能で、精度よく分析できる。しかし、これよりも短波長域に分析線がある C, S, P については、ファイバー材質による紫外吸収損失のために伝送が困難である。

## 文 献

- 1) A. D. AMBROSE and J. D. HOBSON: Analyst, 101 (1976) May, p. 356
- 2) J. BRAUNER, K. D. GLAUBITZ and K. J. KREMER: Stahl Eisen, 100 (1980) 22, p. 1323
- 3) P. FRIEDHOFF and H. EBEL: Abstracts of 9th Internal Conference on Atomic Spectroscopy (1981), p. 34
- 4) W. HEITMANN: Nachrichtentechnische Zeitschrift, 30 (1977) 6, p. 503