

# チタン電極を利用したアーク発光分析 による微小鋼製品中炭素の定量分析

佐々木幸夫\*1)、石田直洋\*2)、山崎 実\*3)、鈴木岳美\*4)

## 1. はじめに

鉄鋼中の炭素を定量する場合は、主に発光分光分析(OES)及び炭素・硫黄同時分析(CS)で行っている。また、微小部分分析の分野では電子線マイクロアナライザ - (EPMA)、簡易的な非破壊方法で波長分散型蛍光エックス線(WDX)など機器の特性を活かした炭素定量法の研究開発がなされている。そこで、本研究ではアーク発光分析の一つの特徴である試料の大小に関わりなく分析が可能なることを活かし、チタン電極を利用した微小鋼製品中炭素の定量分析の開発を試みた。

## 2. 実験方法

17年度は、最適な分析条件を確立するため下記の検討を行った。また、対・補助電極(図1)は炭素分析線193.09nmに干渉がなく、発光時間(40s)に対して形状保持時間が長いチタン(純チタンJIS第2種)を用いた。

- ・発光時のガス雰囲気の検討。
- ・強度 - 時間曲線による分析時間の検討。
- ・強度と適正電流等の検討。
- ・強度の繰り返し精度の検討。
- ・試料量と強度の相関を検討。
- ・試料形状によるS/N比の向上を検討。
- ・標準試料を用いた濃度勾配の検討。



図1 チタン電極 図2 混合ガス挿入装置

表1 分析条件

電極	Ti:JIS第2種
電流	10A
試料量	20mg(上限)
光路内Ar	1L/min
発光部内	360s
置換時間	3L/min
混合ガス	6(Ar):4(O <sub>2</sub> ):(0.2L/min) 発光の10s前に送風
挿入距離	電極から0.8mmの位置
電気炉	600 CUO(酸化第2銅)
吸収液	10%KOH(水酸化カリウム)
吸湿剤	過塩素酸マグネシウム

## 3. 結果と考察

上記の検討過程で、発光強度の繰り返し精度を確保するため、図2の混合ガス挿入装置を開発した。結果、約10%以内の精度及び発光強度が5倍に向上した。分析時間は、40sで雰囲気ガスは燃焼部を含むアルゴンガスを4方向(混合ガス、光路部、発光部、検出器)に配分した。また、適正電流は、5段階の電流とその強度の精度から10Aを選択した。形状の切削片と切削粒のS/N比は1.58倍切削粒が高い値を示し、切削粒を試料の形状とした。これらの検討から、表1に示す分析条件が確立した。そこで、鉄鋼標準4試料(炭素%0.037%~0.097%)から検量線の直線性を検討した。図3がその検量線図である。2次曲線ではあるが、濃度の勾配が求められた。以上の結果から、この分析条件で炭素の定量化が可能であることが確認できた。

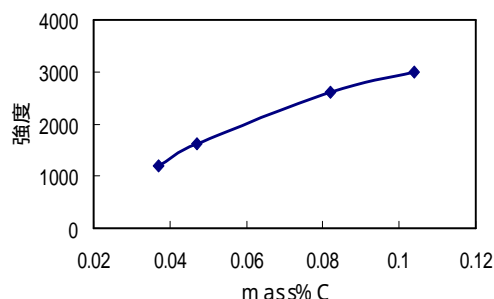


図3 検量線図

## 4. まとめ

今後は、鋼種ごとの基準検量線を作成し微小鋼製品中炭素の定量化の確立を目指す。

\*1) 材料グループ、\*2) 都水道局、\*3) 先端加工グループ、\*4) 城東支所