

ノート

アーク発光分光分析による鋼材中の炭素分析法の開発

佐々木 幸夫* 山崎 実** 鈴木 岳美*** 石田 直洋****

Development of Carbon Analysis Method for Steel materials by Arc Emission Spectrochemical Analysis

Yukio Sasaki*, Minoru Yamazaki**, Takemi Suzuki***, Naohiro Ishida****

キーワード: アーク発光分光分析, 炭素分析, 混合ガス挿入装置

Keywords: Arc emission spectrochemical analysis, Carbon analysis method, Mixed gas insertion equipment

1. はじめに

鋼材では、炭素量が分れば鋼種の判別が可能である。著者らは、微小鋼製品の試料に対して、形状に制約のない既存のアーク発光分光分析により炭素の分析波長を利用して炭素分析(0.01%(m/m)~2%(m/m))の開発を行っている。本報告では、分析条件の検討結果について述べる。

の強度が低く、定量範囲が狭いことが分かった。そこで、試料を瞬時に燃焼させ、分析波長の強度を向上させるために酸素を電極間の直近に導入することを考えた。但し、酸素単独の場合、燃焼時にTiとの酸化反応で検出限界を超える強い発光が起こり測定不能となった。そのため、Arによる希釈ガスが必要であり、混合ガス挿入装置(図1)を開発した。混合ガスを用いて標準試料(炭素含量1.04%(m/m))を測定した時、図2に示すように強度が5倍に向上した。

2. 実験方法

2.1 分析装置の概要

分析装置の概要を表1に示す。

表1 装置概要

装置	アーク発光分光分析装置(AURORA)	
発光部	DC 200V 30A(最大)	
分光部	屈折	プリズム(15°)
	回折	エシェル型
		回折格子
測光部	CID(Charge Injection Device)検出器	

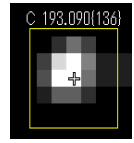
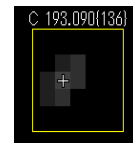


図1 混合ガス挿入装置 図2 混合ガスの使用時の強度

2.2 電極の選択

電極材料として、炭素の分析波長193.09nmに干渉しない、アーク放電時に伴う電極先端部の変形の具合などを検討した結果、Ti(チタン)JIS第2種を選択した。Ti対・補助電極の形状は、共に直径6mm、長さ50mmとした。

2.3 標準試料

炭素含量0.01%(m/m)~1.58%(m/m)の範囲における分析条件を検討した。

2.4 雰囲気ガス

雰囲気ガスのAr(アルゴン)は、発光部(3L/min)、光路部(1L/min)、測光部(2L/min)に用いた。

混合ガスを用いて、次の分析条件について検討した。1) 混合ガスの比率は、最大強度を示す混合の比率を求めた。2) 分析時間は、強度-時間曲線から求めた。3) 電流値は、各電流の強度の変動係数を基に選択した。4) 試料量は、炭素含量0.01%(m/m)と1.58

表2 分析条件

1) 混合ガスの比率	6(Ar):4(O ₂):(O. 2L/min) 発光の10s前に送風
2) 分析時間	40s
3) 電流	10A
4) 試料量	通常10mg(最大20mg)
5) 試料形状	切削粒
6) 挿入距離	電極から0.8mmの位置

量0.01%(m/m)と1.58%(m/m)の標準試料を用いて、5mg~20mgごとの強度から求めた。5) 試料形状は切削片と切削粒をS/N比で比較し、SN比が1.6倍高い切削粒とした。6) 挿入距離は、電極と挿入管の接近距離で、位置と強度の関係から求めた。以上の検討結果を表2に示す。

3. 結果及び考察

分析条件の検討の段階で、Ar雰囲気では炭素の分析波長

この結果、検量線の定量精度や実用性についての検討が可能となった。

4 まとめ

炭素分析法の開発は、表2に示すように分析に必要な諸条件の設定が混合ガスを用いたことで可能となった。

(平成18年10月24日受付, 平成18年12月15日再受付)

* 材料グループ
 ** 先端加工グループ
 *** 城東支所
 **** 東京都水道局(前東京都産業技術研究所)