

(204) 真空形発光分光分析計による線状試料の分析

新日本製鉄(株)基礎研究所 ○田中 勇

理博 佐藤公隆・松本龍太郎

1. 緒 言

鋼線などの線状試料の分析は、主として理式化学分析法によって行なわれているが、作業性が悪い。省力化迅速化の要請が強くなるにつれて、真空形発光分光分析計による分析方法の確立が必要となったので、その検討を行なった。本研究の実施にあたっては、どのような太さ(径)の線状試料でも容易に固定保持することができ、かつあらゆる分析的因子をすべて解決できる簡便な試料保持具の製作とそれを用いた分析方法の確立を目的とした。

2. 試料保持具の製作および分析条件の検討

線状試料を真空形発光分光分析計で分析する場合に、解決しなければならない問題点として、主として次の5項目をとりあげ、それぞれに適した方式をとるようにした。すなわち、

a) 試料の太さ(径)にかかわらず固定保持できること——ボール盤用ドリルチャックを利用することを考え、締付部の先端は必要なだけ残して切断して、試料保持具とした。

b) 試料分析面の研磨——線状試料保持具に補助金具をつけて、そのまま研磨できるようにした。

c) 分析面と対電極との中心の合せ方——補助固定板をつくり、それを発光スタンド上の定位置に常に固定できるようにした。

d) Spark gapの一定保持——分析面が補助金具の底部の位置と同じようにすれば、常に一定になる。

e) 雰囲気ガスの放出の安定化——補助金具と補助固定板の下部にV字溝を掘るとともに、線状試料保持具の試料装入口に2mmφの穴のあいたゴム栓をつける。

なお、分析条件は、島津製GV200形装置を用い、DC-LVS法で励起し、Arガスは流量10 l/min、置換時間2秒であり、予備放電時間は、炭素のスペクトル線が初期で不安定であることから30秒とした。この線状試料保持具を装着した発光スタンドの様子を写真1に示す。

3. 本法の適用例

本法で分析した鋼線(5.5mmφ)の主要5元素の結果は、表1のように良好であった。

表1 鋼線(5.5mmφ)の分析結果 $n=25$

分析元素	分析範囲(%)	平均値(%)	正確さ(σ ,%)
C	0.043 ~ 0.75	0.36	0.019
Si	<0.01 ~ 0.74	0.27	0.0092
Mn	0.28 ~ 0.84	0.61	0.013
P	0.007 ~ 0.025	0.015	0.0021
S	0.004 ~ 0.029	0.014	0.0016

本法によれば、多量の線状試料を日常作業で分析する場合、分析所要時間を大中に短縮することができ、取扱いが安全かつ簡便なため作業性の改善をはかることが可能である。



写真1 線状試料保持具を装着した発光スタンド