

(336) 真空形発光分光分析における対電極およびその放電付着物の影響

新日本製鐵(株)基礎研究所* 釜石製鐵所** ○田中 勇*
菊池 紀男**, 佐藤 公隆*, 大槻 孝*

1. 緒言

鉄鋼試料の発光分光分析においては、現在、対電極として銀棒が賞用されているが、多数回放電するとその先端成形部に付着物が堆積して分析精度に影響を与えるため、通常、先端部を切削再成形して使用されている。しかし、切削による銀棒の消耗は大きいので、この無駄をはぶき作業性を改善できるような新しい方法の検討が必要となった。本研究では、対電極の先端成形部に堆積する付着物を明らかにし、その除去方法を詳細に検討するとともに、銀電極とタングステン電極をそれぞれ使用した場合について分析精度の比較を試みた。

2. 実験

対電極先端部付着物の観察には走査電子顕微鏡を用い、合せて電子回折およびX線回折によって同定を行った。酸洗洗浄した対電極の放電効果の検討には22種の実験試料を用い、3種の真空形発光分光分析計で分析した。

3. 結果

(1) 銀電極の先端成形部に堆積した付着物の様子とその電子回折パターンを写真1に示す。種々の検討結果から、付着物の大部分は α -Feで、それに微量なC, Si, Mnなどの合金元素が混入していることがわかった。

(2) この付着物は、塩酸(1+1)中で50~70℃に加温すれば10分間で洗浄除去することができる。

(3) C含有率が0.05~0.84%の22試料に対する正確さ(σ_d)は、酸洗した電極を用いた方が切削したままの電極よりもすぐれている。切削電極と酸洗電極をそれぞれ200回連続放電させ発光強度の経時変化を調べると、図1に示すようになり、いずれも酸洗電極の方が良好で、しかも第1回目の放電から安定した分析値が得られるので空放電を必要としない。

(4) 銀電極とタングステン電極を同一条件で使用し、発光強度の再現精度を比較すると、微量域と短波長域に分析線があるC, P, Sの分析について銀電極の方がすぐれている。

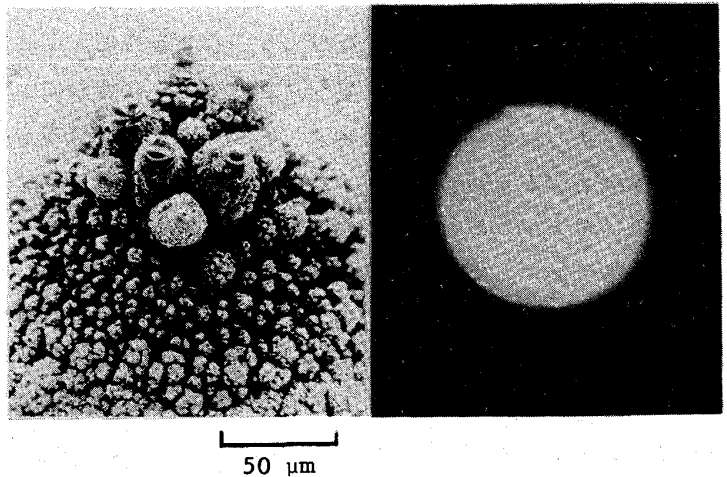


写真1 付着物が堆積した銀電極先端成形部の二次電子像と電子回折パターン

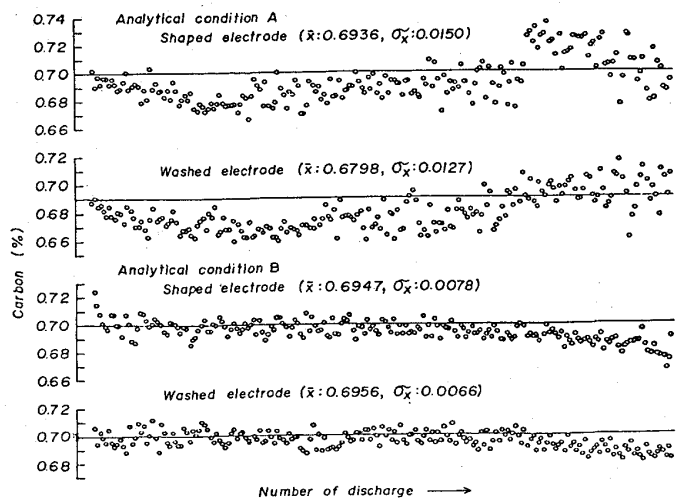


図1 銀電極を200回連続放電したときの分析値の変化(切削電極と酸洗電極の比較)