

【ノート】

【令和7年度 先端技術等調査研究事業】

無機材料分析評価用治具の開発

阿部 一彦、水上 浩一、鈴木 鋭二、林 正博
材料開発・分析技術部

本県内には無機材料製品を取り扱う企業が多数存在している。当センターには無機材料の焼結を行う機器や評価装置を揃えているが、今後も継続して支援を行うにあたり、現状の機器及び体制でどこまでの開発支援が出来るかについては、常に情報の収集とアップデートを重ねる必要がある。本研究では、企業調査を通して現状のニーズと当センターの課題を把握した。その中で、一部装置の治具開発については、年度内に一定の成果を出すことができたため、ここに報告する。

キーワード：無機材料、表面分析、スパーク放電発光分光分析装置

1 緒言

当センターには、無機材料製品の加工や評価について多数の技術相談がある。スパーク放電発光分光分析装置(OES)は、固体金属サンプルの表面に放電し、発生した光のスペクトルから含有元素の種類と含有量等を高速簡便に分析でき、主にサンプルの材質確認に用いられている。図1にOESの放電部の模式図を示す。

サンプル表面は平滑で放電孔を完全に塞ぐことが望ましい。また、サンプル表面と、放電電極との距離が一定であることが必要である。

しかし、当センターには図2に示すような、形状的に放電孔を完全に塞ぐことが困難なサンプルが持ち込まれる場合もある。

装置メーカーは、通常の放電孔φ13mmプレート(通常プレート)に代えて、金属小片(Small Parts:SP)用の放電孔φ8mmのプレートや、専用のアルミナリング(放電孔:φ6mm)を組み合わせることを推奨しているが、アルミナリングは高価な割に、特に細いサンプルの場合に、振動で割れてしまう(図3)ケースが多く、利用者の負担が大きかった。

そこで本研究では、測定可能なサンプルの幅を広げ、多様なニーズに応えられる治具として、サンプルのサイズに合わせて放電孔の径を変えることができ、プレート交換の時間を短縮できるアタッチメントを開発した。

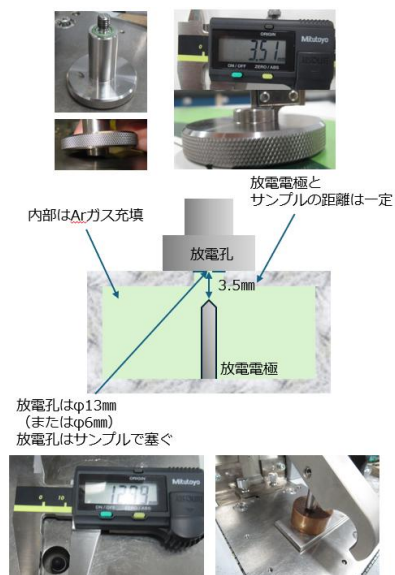


図1 OESの放電部模式図



図2 分析が困難なサンプルの例



図3 振動で割れたアルミナリング

表1 従来法と今回開発した治具(アタッチメント)の厚さとアルミナリング穴径

	厚さ(mm)	放電孔(φ,mm)	アルミナリング 用穴径(φ, mm)	アルミナリング孔(φ,mm)				
通常プレート(従来法)	—	13	—	—				
小片用プレート(従来法)	—	8	—	—				
SP用プレート(従来法)	—	—	20	6				
アタッチメント (今回開発)	1	0	20	3	5	6	8	13
	2	0	20	3	5	6	8	13
	3	0	20	3	5	6	8	13

2 手法

2.1 装置

装置は、当センターの OES (SPECTROMAXx: アメテック社製) を用い、SP 用のメソッドを用いた。サンプルには SUS と Al の標準試料を使用した。

2.2 治具の試作

装置のプレートに被せるアタッチメントは SUS304 板を加工して調製した。放電孔サイズは、φ 13 mm、φ 8 mm、φ 6 mm、φ 5 mm、φ 3 mm とし、厚さは 1 mm、2 mm、3 mm とした(表1、図4)。

アタッチメント中心には φ 20 mm の孔を設け、アルミナリングを嵌めて放電孔のサイズを調整する。

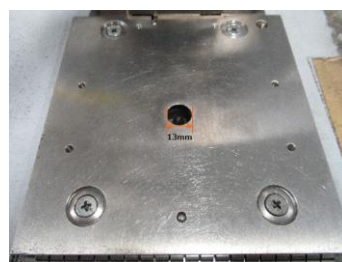
3 測定結果

3.1 放電孔サイズの検討(φ 3mm～φ 8mm)

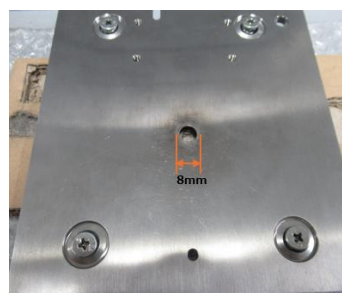
厚さ 1 mm のアタッチメントについて、放電孔サイズ φ 3 mm、5 mm、6 mm、8 mm の場合について測定したところ、φ 8 mm では分析が完了したが、φ 3 mm、5 mm、6 mm ではエラーで分析を完了できなかった。

分析エラーを起こしたアタッチメントの裏側を確認すると、孔周辺がスパーク放電により浸食されていた(図5)。また、φ 8 mm の分析ではエラーが出なかったものの、Al が標準試料よりも多く検出されていたため、同様に裏側を確認したところ、こちらも浸食されていることが判った。これは小片用プレートでも確認できた。

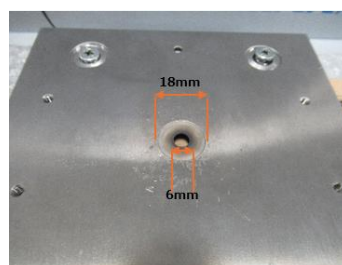
以上から、放電孔が 8 mm より小さい場合には、メーカーの小片用プレートを使用しても、分析精度には影響を与えるため、適さないことが判った。



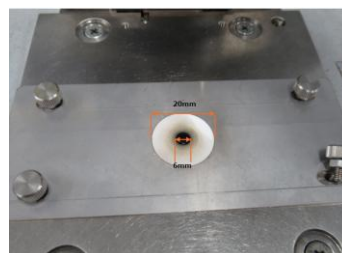
1. 通常プレート(φ 13 mm)



2. 小片用プレート(φ 8 mm)



3. SP 用プレート(アルミナリング装着状態 φ 6 mm)



4. 通常プレートにアタッチメントを装着した状態(図はφ 6 mm)

図4 プレートとアタッチメント装着状態

表2 アルミナリング内径6mmと8mmSP条件での比較(wt%) Feの標準試料(Fe-20)

Cesky metrologicky institut 6016-CM-02033-15 7C	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Al
スモールパーツ (SP)プレートでの標準試料分析	1.600	1.790	0.431	0.028	0.022	0.441	0.903	1.530	0.050
アタッチメント+リング内径6mm	1.600	1.600	0.594	0.029	0.019	0.387	1.010	1.530	0.048
SPとの測定誤差	0.000	0.190	0.163	0.002	0.002	0.054	0.107	0.000	0.002
アタッチメント+リング内径8mm	1.600	1.710	0.523	0.030	0.022	0.390	1.000	1.540	0.048
SPとの測定誤差	0.000	0.080	0.092	0.002	0.001	0.051	0.097	0.010	0.002
Cesky metrologicky institut 6016-CM-02033-15 7C	Co	Cu	Nb	Ti	V	W	Pb	N	Fe
スモールパーツ (SP)プレートでの標準試料分析	0.047	0.004	0.004	0.024	0.063	0.015	0.005	0.012	93.000
アタッチメント+リング内径6mm	0.040	0.001	0.004	0.021	0.058	0.015	0.005	0.013	93.000
SPとの測定誤差	0.007	0.003	0.000	0.004	0.004	0.000	0.000	0.001	0.000
アタッチメント+リング内径8mm	0.041	0.001	0.004	0.022	0.058	0.015	0.005	0.016	93.000
SPとの測定誤差	0.006	0.003	0.000	0.003	0.004	0.000	0.000	0.004	0.000

表3 アルミナリング内径6mmと8mmSP条件での比較(wt%) Feの標準試料(Fe-30)

Bureau of Analysed Samples LTD BCS/SS-CRM No466/2 Austenitic Stainless Steel	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Al
スモールパーツ (SP)プレートでの標準試料分析	0.4350	0.2360	0.4570	0.0065	0.0061	0.1470	0.1950	1.7400	0.0824
アタッチメント+リング内径6mm	0.4100	0.1970	0.5700	0.0045	0.0057	0.1490	0.2020	1.7600	0.0834
SPとの測定誤差	0.0250	0.0390	0.1130	0.0020	0.0004	0.0020	0.0070	0.0200	0.0010
アタッチメント+リング内径8mm	0.4010	0.2070	0.5380	0.0056	0.0058	0.1490	0.2020	1.7700	0.0843
SPとの測定誤差	0.0340	0.0290	0.0810	0.0009	0.0003	0.0020	0.0070	0.0300	0.0019
Bureau of Analysed Samples LTD BCS/SS-CRM No466/2 Austenitic Stainless Steel	Co	Cu	Nb	Ti	V	W	Pb	N	Fe
スモールパーツ (SP)プレートでの標準試料分析	0.0105	0.4080	0.0040	0.0066	0.0049	0.0150	0.0050	0.0095	96.2000
アタッチメント+リング内径6mm	0.0020	0.4020	0.0040	0.0043	0.0030	0.0150	0.0050	0.0096	96.2000
SPとの測定誤差	0.0085	0.0060	0.0000	0.0023	0.0019	0.0000	0.0000	0.0001	0.0000
アタッチメント+リング内径8mm	0.0022	0.4030	0.0040	0.0039	0.0030	0.0150	0.0050	0.0102	96.2000
SPとの測定誤差	0.0083	0.0050	0.0000	0.0027	0.0019	0.0000	0.0000	0.0007	0.0000

表4 アルミナリング内径6mmと8mmSP条件での比較(wt%) Alの標準試料(Al-20)

MBH Analytical LTD 54X G231H3	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Ti	Ag	B	Be	Bi
スモールパーツ (SP)プレートでの標準試料分析	14.75	0.456	0.419	0.483	0.0441	0.0806	0.128	0.0884	0.155	0.0011	0.0019	0.0006	0.005
アタッチメント+リング内径6mm	14.15	0.598	0.423	0.478	0.0703	0.0672	0.118	0.0749	0.171	0.00092	0.0015	0.0006	0.005
SPとの測定誤差	0.6000	0.1420	0.0040	0.0050	0.0262	0.0134	0.0100	0.0135	0.0160	0.0002	0.0004	0.0000	0.0000
アタッチメント+リング内径8mm	13.63	0.58	0.414	0.477	0.0638	0.068	0.117	0.0775	0.17	0.001	0.0015	0.0006	0.005
SPとの測定誤差	1.1200	0.1240	0.0050	0.0060	0.0197	0.0126	0.0110	0.0109	0.0150	0.0001	0.0004	0.0000	0.0000
MBH Analytical LTD 54X G231H3	Ca	Cd	Co	Ga	Li	Na	Pb	Sn	Sr	V	Zr	Al	
スモールパーツ (SP)プレートでの標準試料分析	0.0028	0.0084	0.0088	0.0129	0.0002	0.0023	0.0104	0.012	0.0003	0.0191	0.0024	83.3	
アタッチメント+リング内径6mm	0.0035	0.006	0.006	0.0119	0.0002	0.0024	0.009	0.012	0.0003	0.0155	0.002	83.8	
SPとの測定誤差	0.0007	0.0024	0.0028	0.0010	0.0000	0.0001	0.0014	0.0000	0.0000	0.0036	0.0004	0.5000	
アタッチメント+リング内径8mm	0.0039	0.006	0.006	0.012	0.0002	0.0019	0.009	0.012	0.0003	0.0153	0.002	84.3	
SPとの測定誤差	0.0011	0.0024	0.0028	0.0009	0.0000	0.0004	0.0014	0.0000	0.0000	0.0038	0.0004	1.0000	



図5 アタッチメントの裏の写真

左: φ6 mmアタッチメント放電孔部分

右: φ8 mmアタッチメント放電孔部分

表5 誤差の平均値

誤差の平均	6mm	8mm
Fe-20	0.0300	0.0200
Fe-30	0.0127	0.0114
Al-20	0.0537	0.0935



図6 高さ調整治具

分析の一例（通常分析2回の後、SP分析を2回実施し、また通常分析に戻る場合）

通常プレート+	通常分析	通常分析	中間作業	SP分析	SP分析	中間作業	通常分析
SPプレート(従来法)							
8mmプレート(従来法)							
今回開発治具使用							
	分析	電極洗浄	プレート交換・外し	アタッチメントセット	高さ調整	AIリング外し	

図7 分析手順の例（通常分析を2回実施後、SP分析を2回実施し、その後通常分析に戻る場合）

3.2 アタッチメントの厚さ検討

次に、アタッチメントの厚さについて検討を行った。

スパーク放電の電極から放電孔の面までの距離は、付属の治具で3.5 mmに保つ必要がある(図6)。今回開発のアタッチメントは、従来のプレートに被せて使用することから、アタッチメントの厚さが増すと電極との距離が離れてしまう。一方、アルミナリングの強度を上げるためには、現行のリング(厚さ0.5 mm)よりもできるだけ厚くすることが望ましい。

そこで、放電孔φ13 mmのアタッチメントについて、厚さが1 mm、2 mm、3 mmの場合について測定を行った。その結果、1 mmでは分析が完了したが、2 mmでは40%～50%の割合で分析エラーとなり、3 mmでは全て分析エラーとなった。

以上から、アタッチメントの厚さを1 mmと決定した。

3.3 標準試料の分析結果

宮城県産業技術総合センターに持ち込まれるサンプルで、比較的利用の多いFe系とAl系について分析を行った。

表2、3にFe、表4にAlの分析結果を示す。

全ての分析で3回分析を行い、その平均値との測定誤差を絶対値で示す(表5)。その結果、誤差の平均は最大でも0.1以下であった。

以上から、SP用プレートでの分析と通常プレートに今回開発のアタッチメントを装着して分析した場合で、分析精度に問題が無いことが判った。

なお、Alの誤差の大半はSi由来であるため、仮にSi及びAlの分析値を除くと、全体の誤差の差は6 mm:0.010 wt%、8 mm:0.0095 wt%と更に小さくなる。

3.4 開発治具の効果

図7に従来のSP標準プレートをを用いた場合と、今回開発治具を用いた場合の分析手順の違いを示す。



図8 各種プレートの電極洗浄の様子

左: SP用プレート

中: 小片用プレート

右: 今回開発治具(アタッチメント)を付けた通常プレート(φ13 mm)

大きな差はプレート交換の有無で、プレート交換は手間がかかる上にアルミナリングを破損する恐れがある。

小片用プレートの場合はそれに加えてスパークが干渉する恐れがある上、電極洗浄棒が入りにくく、分析の度にプレートを外して洗浄する必要がある(図8)。

一方、開発した治具は、プレート交換が不要で、通常分析とSP分析との切り替えが可能である。

電極洗浄時は通常プレートの放電孔を使用するので、標準プレートやSPプレートと同様にスムーズに行える。

分析精度もSPプレートを使用した際と遜色なく、アルミナリングの強度も申し分ない。

今回開発治具には、測定可能なサンプルの幅を広げ、利用者の利便性を高める効果が期待される。

4 結言

OES用の新規治具を開発した。

本治具には、アルミナリングの損傷を抑制し、かつ、分析精度を損なうことなく分析できる。

プレート交換の時間を省略でき、全体の分析時間を短縮できる。

本治具の利用により、利用者の多様なニーズに応えられることが期待される。