

発光分光分析における試料の前処理方法の検討

ーアルミニウム系試料に対するベルダー研磨の有効性ー

伊藤 達博
岩手大学技術部

1. はじめに

発光分光分析とは、試料と電極との間で放電を起こして発光させ、得られたスペクトルを分光器で分光し、試料中に含まれる元素の種類やその含有率を定量的に測定する分析法である。本学ものづくり研究棟に設置されているスパーク放電発光分光分析装置 SPECTROLAB M11（アメテック社製）は、鉄系試料およびアルミニウム系試料の2系統の測定メソッドを有している。普段は铸铁などの鉄系試料の測定がメインであるが、今回学生からアルミニウム合金試料の分析を行いたいとの申し出があった。分析にあたっては、発光させる面を平滑にする前処理が必要であるが、アルミニウム系試料では、表面の汚染を考慮して旋盤を用いることが一般的である。しかしながら、学生が所属する材料系の学科では、実習等で旋盤の取り扱い方を習う機会がなく、旋盤を使用しての前処理はハードルが高い。そこで今回は、鉄系試料と同様にベルダーによる研磨で前処理ができないか検討を行った。

2. 方法

試料として、成分値が既知の標準試料 AD12-T（大紀アルミニウム工業所製）を使用した。表 1 にその成分値を示す。

表 1 使用した試料（AD12-T）の化学成分値（％）

Cu	Si	Mg	Zn	Fe	Mn	Ni	Ti
1.825	10.21	0.274	0.878	0.910	0.170	0.161	0.0064

Pb	Sn	Cr	Be	Cd	B	In	Al
0.0882	0.0485	1.825	0.0009	0.0017	0.0005	0.0009	残

測定条件は、前処理を旋盤で行った場合とベルダーで行った場合の測定結果の違いを比較するために、前処理方法の部分のみを変え、その他の条件はすべて同一である3つの条件とした。条件1は、一般的な方法である旋盤による切削とした。条件2は、鉄系試料と同様に砥粒が粗めの80番のベルトを装着したベルダーによる研磨とした。条件3では、条件2の処理を行った後、表面をより平滑にする目的で砥粒の細かい240番のベルトに交換し再度研磨を行った。使用した研磨ベルトのデータを表2に示す。

表 2 使用した研磨ベルトのデータ

名 称	粒度	砥粒
クレトイシ SG ベルト	#80	CBN
理研コランダム レジンベルト	#240	アルミナ

測定は、他の測定で生じた発光痕と重ならないように測定位置をずらしながら、各条件において3回ずつ行った。

3. 結果と考察

表 3 に測定結果の平均値を示す。なお、Sn および In については、本装置では測定できない元素であるため結果を記入していない。

表 3 測定結果の平均値 (%)

	Cu	Si	Mg	Zn	Fe	Mn	Ni	Ti
成分値	1.825	10.21	0.274	0.878	0.910	0.170	0.161	0.0064
条件 1	1.86	10.23	0.274	0.877	0.908	0.165	0.166	0.0071
条件 2	1.87	10.29	0.274	0.882	0.915	0.165	0.166	0.0066
条件 3	1.88	10.30	0.275	0.883	0.933	0.166	0.169	0.0079

	Pb	Sn	Cr	Be	Cd	B	In	Al
成分値	0.0882	0.0485	0.0289	0.0009	0.0017	0.0005	0.0009	残
条件 1	0.0879	—	0.0292	0.00071	0.0017	0.00065	—	85.4
条件 2	0.0867	—	0.0291	0.00071	0.0017	0.00055	—	85.3
条件 3	0.0882	—	0.0294	0.00071	0.0017	0.00067	—	85.2

成分値と各条件における測定結果を比較するにあたり、成分値に対する許容誤差を考える必要があるが、アルミニウム系試料の分析方法を定めた JIS 規格^[1]にも本測定に該当する基準は記されていない。そのため今回は、同規格に定められている検量線の検定時に使用する式を利用し、許容誤差を式(1)のように定義した。

$$T = 0.053 \times C^{0.72} \quad (1)$$

T : 成分値に対する許容誤差 (%)

C : 成分値 (%)

その上で、各条件における絶対誤差(=測定値-成分値)と比較した結果、条件 3 の Ti の結果を除き、すべての測定結果が許容誤差の範囲内に収まった。条件 3 の Ti についても、許容誤差と絶対誤差との差はわずか 0.0001% であることから、成分値と各条件における測定結果に大きな違いはないと考えられる。また、条件 2 および条件 3 では、ベルダーによる研磨によって、砥粒に含まれる B、Ni、Ti および Al の値に影響が出ることを懸念していたが、前述した条件 3 の Ti の結果を含め、大きな影響は確認できなかった。今回使用した試料は Al の含有率が 85% 程度のものであったが、今後、ベルダー研磨の有効性を確認していくには、含有率の異なる試料についても測定が必要であると感じた。特に Al の含有率が増えた場合、砥粒が試料表面にめり込み、測定値に影響を及ぼすことが予想される。

4. まとめ

ベルダーを使用して前処理を行った試料と旋盤により前処理を行った試料では、測定結果に大きな違いは見られなかった。また、粒度の粗いベルトを装着して研磨した試料と、さらに粒度の細かいベルトに交換して研磨した試料では、測定結果に大きな違いは見られなかった。今回使用した試料の Al の含有率が 85% 程度であったので、含有率の異なる試料についての測定も必要である。

参考文献

- [1] JIS H 1305 : 2005 アルミニウム及びアルミニウム合金の発光分光分析方法