

スパーク放電発光分光分析装置の測定用治具の試作及び評価

材料技術室 田中 弥, 米山 逸平, 山本 貴之

Trial Production and Its Evaluation of Holding Fixture of Spark Optical Emission Spectrometer

Wataru TANAKA, Ippei YONEYAMA and Takayuki YAMAMOTO

スパーク放電発光分光分析装置に付属する治具は、小さく複雑な形状のサンプルを適切に固定できないため試験が困難な場合がある。本研究では、既存の治具では固定できないサンプルでも試験可能とすることを目的に、これまで試験不可能であったサンプルのうち、小さなボルト形状のサンプルをターゲットとし、これを適切に固定できる治具を試作した。既存の治具で固定できるサンプルと試作した治具でしか固定できないサンプルを同一の材料から作製し、それぞれの試験結果を比較することで試作した治具で精度良く試験できることを確認した。

1. はじめに

スパーク放電発光分光分析装置は、固体金属サンプルの表面にスパーク放電を行い、発生した光のスペクトルからサンプル中の含有元素の種類と含有率等を高速簡便に測定する装置である。当研究所では、この装置を機器設備使用事業で開放しており、製品や材料の品質管理やロット管理、未知材料の鋼種判定等で利用されている。

図1に装置放電部の模式図を示す。装置内は、アルゴンガスが流れており、放電電極が固定されている。サンプルを設置するスパークスタンドには、放電電極の直上に直径13mmの穴(放電孔)が空いており、放電孔をサンプルでしっかり塞ぐことが適切な試験を行うための要件である。装置に付属している治具を使用することで、放電孔を完全に塞ぐことができない形状のサンプルでも試験することが可能だが、図2に示すような小さく複雑な形状のサンプルについては既存の治具でも固定できない。このような場合、別の分析方法を提案しているが緊急性の高いニーズに応えることは難しい。

そこで本研究は、試験可能なサンプルの幅を広げ多様化するニーズに応えることを目的とし、試験不可能であった事例の中から小さなボルト形状のサンプルをターゲットとして、これを適切に固定し、試験可能とする治具の試作及び評価を実施した。

2. 実験方法

2.1 評価試験用サンプルの作製

評価試験用サンプルは、既存治具で固定可能なも

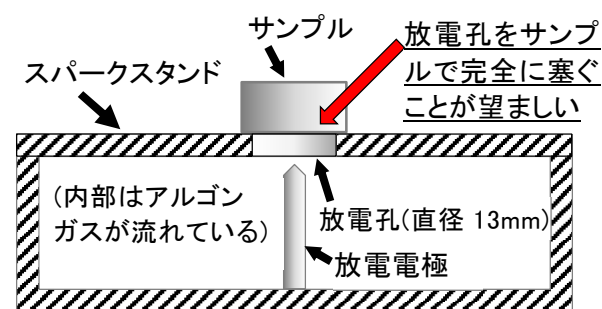


図1 装置放電部





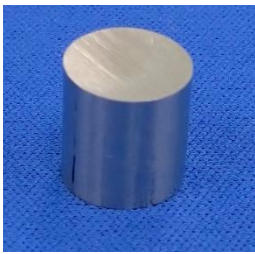
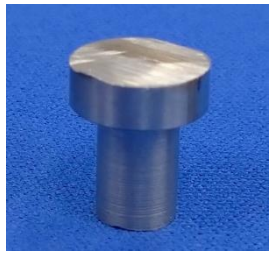
図2 既存の治具で固定できないサンプルの例

のとしてサンプル(ア)と既存治具で固定できないものとしてサンプル(イ)とを同一の材料から切り出して作製した。

材料は、本装置利用企業が持ち込む事例が多い材料のうち比較的腐食しづらく、管理しやすいSUS304とした。

形状は、サンプル(ア)は、既存の丸棒固定用治具で固定することを想定して長さ50mm、直径10mmの円柱状とした。サンプル(イ)は、予備試験により既存治具で固定できる形状を見極めた上で、これより小さい円柱形状2種類と本研究のターゲットである小さなボルト形状の合計3種類とした。表1にそれぞれの寸法、外観等を示す。

表 1 評価試験用サンプル

サンプル(ア)		サンプル(イ)(3種類)			
名称	長い円柱状	名称	短い円柱状(細)	短い円柱状(太)	小さいボルト形状
外観		外観			
材料	SUS304	材料	SUS304	SUS304	SUS304
寸法	直径 10mm 長さ 50mm	寸法	直径 6mm 長さ 10mm	直径 10mm 長さ 10mm	頭部:直径 10mm 長さ 3mm ネジ部:直径 6mm 長さ 7mm (全体長さ 10mm)
治具	既存治具で固定	治具	試作治具で固定		

2.2 治具の試作

試作する治具の仕様として、材料と形状について検討した。

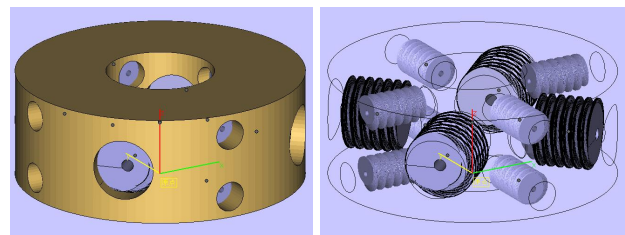
材料に求められる要件には、試験中にスパーク放電を発生させることから「導電性を有すること」及び「サンプルに発生する熱を効率よく逃がすこと」がある。また、評価試験において治具由来のコンタミネーションの有無を明確にするため、評価試験用サンプルの材料である SUS304 中の含有率ができるだけ低い材料とすることが望ましい。表 2 に治具の材料候補として検討した純銅と純アルミニウムの熱伝導率及び SUS304 中の含有率を示す。これによると、熱伝導率は純銅の方が優れるが、SUS304 中の含有率は純アルミニウムの方が低い。また、純アルミニウムは熱伝導率も十分高いと考えられることから、治具の材料は純アルミニウムとした。

形状の設計では、「多様なニーズに継続して対応するため旋盤やフライス盤といった基本的な工作機械で作製できること」及び「丸形や角形など多様な形状のサンプルを固定できること」等の条件から検討し、工作機械等で用いられる「四つ爪チャック」を参考に、図 3 に示したような 3D イメージで検討した。加工工程を単純化させるため爪の代わりに押しネジを採用し、複雑な形状のサンプルに対して適切な角度からアプローチできるようにするため押しネジの数を増やした。

また、予め樹脂 3D プリンターで造形して押しネジの動きを確認した上で、図 4 のとおり試作した。

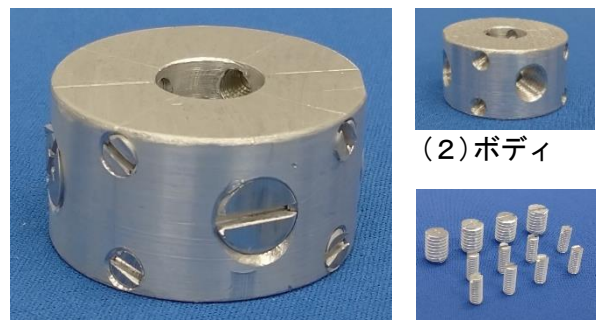
表 2 治具材料候補

材料名	熱伝導率 (20°C)	SUS304 中の含有率
純銅	386 W/m・K	約 0.4%
純アルミ	204 W/m・K	約 0.005%
(参考) 純鉄	67 W/m・K	約 70%



(1) 外側(ボディ) (2) 内側(押しネジ)

図 3 試作治具の 3D イメージ



(1) 組み立てた状態 (3) 押しネジ

図 4 試作治具の外観

2.3 評価試験

サンプル(ア)は、当初の計画どおり既存の丸棒固定用治具により試験を実施した。

サンプル(イ)の3種類は、試作治具により試験を実施した。その際、「サンプルを速やかに治具に取り付けることができ、脱落が起こらないこと」及び「放電中に光や音の漏れが無いこと」を確認した。

3. 結果及び考察

3.1 4種類のサンプルの試験結果

図5に4種類のサンプルの試験結果を示す。測定データの分布を視覚的に分かりやすく整理するために箱ひげ図を採用し、元素ごとにまとめた。グラフの縦軸は、含有率(単位は%)である。また、(1)から(7)までの7元素はSUS304の主要元素の結果、(8)は治具の材料に採用したアルミニウムの結果である。

これによると、SUS304の主要7元素については、4種類のサンプル間でデータの分布に大きな差は認められなかった。また、アルミニウムについても、各サンプルのデータの分布が0.003%程度の範囲内に収まっていたことから、治具由来の影響は受けていないと考えられる。

以上のことから、試作した治具を使用することにより精度良く、またアルミニウムのコンタミネーションも無く試験可能であることが確認された。

3.2 試験位置による検討結果

本装置で試験すると、サンプルに直径5~7mm程度の放電痕が残る。直径13mmの放電孔をしっかり塞ぐことのできるサンプルであれば、あえてサンプルの縁を狙って試験しない限り放電痕がサンプルからはみ出ることは無い。しかし、本研究では、放電孔を塞ぐことができない小さなサンプルをターゲットとしていることから、放電痕がサンプルからはみ出る場合も想定される。これに関して、装置メーカーからは、実際に分析に寄与しているのは放電痕中心部の直径1mm程度であるとの情報を得ているが、試作治具を機器設備使用事業で運用するには懸念事項となることから確認した。

まず、サンプル(イ)のうち直径6mmの円柱サンプルとボルト形状のサンプルに対し、図6に示すようにサンプルの縁に対して試験を実施した。この試験結果と、サンプルの中心付近(放電痕がサンプルからはみ出ない位置)に対して試験した結果を比較した。

図7にアルミニウムの測定データの分布を示す。これによると、サンプルの縁で試験したときのデータが最大で0.01%程度上昇していることが分かる。アルミニウム以外の元素ではデータの変化が認められなかったことから、治具由来のアルミニウムの影響があったものと考えられる。

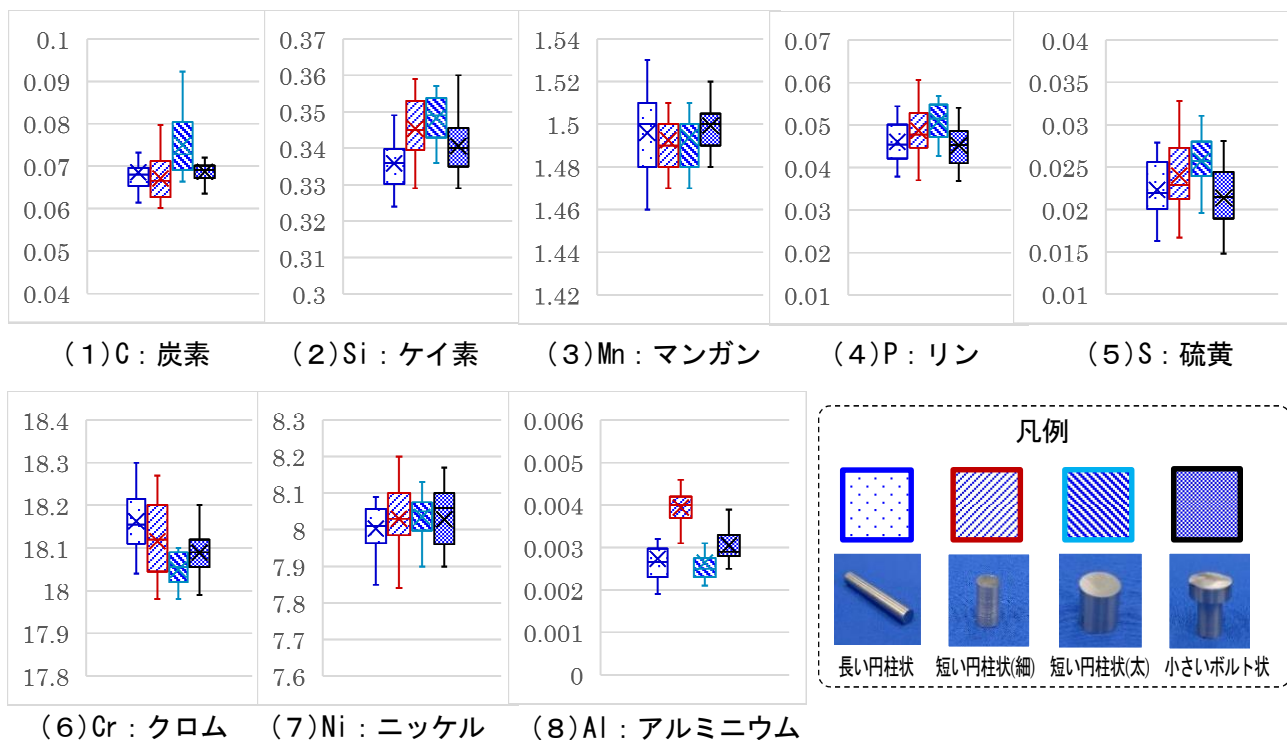


図5 4種類のサンプルの試験結果(縦軸は含有率 [%])

このアルミニウムのデータの変化は、メーカーからの情報どおり極めて小さなものではあった。しかし、当研究所の利用者が持ち込むサンプルは多岐にわたるため、この含有率帯を確認したいというニーズも想定しておくことが適切である。

そこで、機器設備使用事業での運用において次のように定めた。

- ・アルミニウムの含有率が問題となるサンプル、もしくは未知サンプルの試験においては、試作治具を使用しない。
- ・試験にあたっては可能な範囲で放電痕全体がサンプルにかかるような位置で試験する。

4. まとめ

本研究でターゲットとした小さなボルト形状のサンプルをはじめとする小さなサンプルを適切に固定でき、スパーク放電発光分光分析装置での試験を可能とする治具を試作した。評価試験として試作治具を使用した測定データと既存治具を使用した測定データとを比較をした結果、精度良く試験できていることを確認した。

ただし、放電痕がサンプルからはみ出るような位置で試験をしたとき、治具の材料由来のデータ変化が認められたことから、試作した治具のみならず既存の治具を用いた場合においても、試験位置には注意する必要がある。

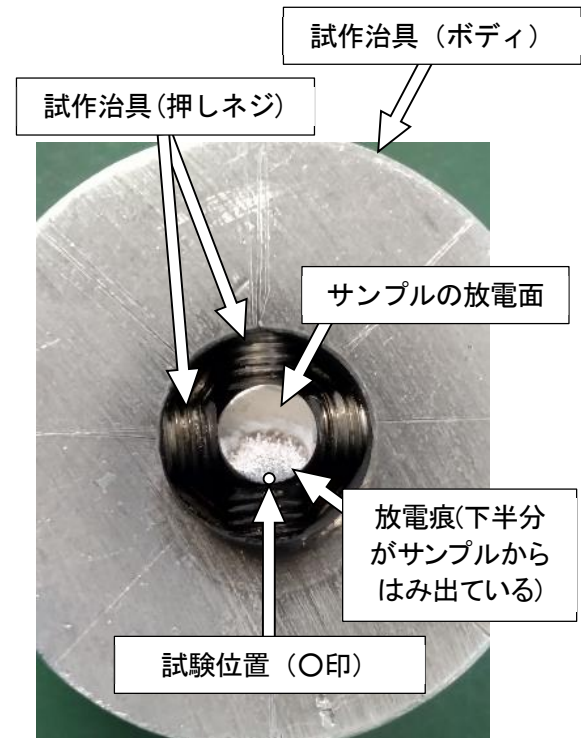


図6 サンプルの縁に対する試験位置

なお、本研究のきっかけとなった利用企業からのニーズは多種多様であり、より多くのサンプルに対応できるよう、引き続き治具の更新や改良を実施していく。

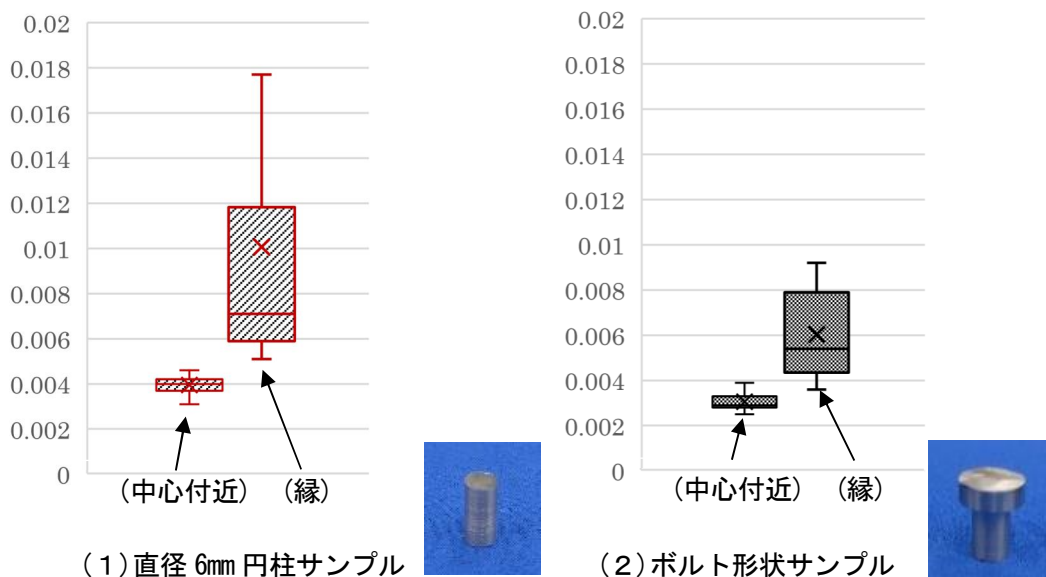


図7 試験位置を変えたアルミニウムのデータ分布(縦軸は含有率 [%])