

Ca, Mg は定量的に EDTA と反応するが、鉄鋼中には一般に存在しないため問題とならない。この結果 20% KCN 5 ml の使用で共存元素の影響は除去し得る。

IV. 結 言

鉛快削鋼中の鉛定量法として試料を硫酸のみに分解し、鉛を大部分の鉄から分離した後 EDTA で定量するため、基礎条件を検討しほぼ良好な方法を新たに確立した。この方法によれば

- i 1 件分析所要時間は約 40 分である。
- ii 1 人 8 時間で約 50 試料の鉛を定量し得る。
- iii 分析精度は JIS 法に劣らず $\pm 0.005\%$ 程度である。
- iv 分析操作は比較的簡単で個人差が少い。
- v 炭素鋼, 高炭素鋼, Cr-Mo 鋼, 軸受鋼, Cr ステンレス鋼などの鋼種に適用できる。

(100) 螢光 X 線分析装置による鉛快削鋼中の鉛分析について

(鉛快削鋼の研究—VI)

大同製鋼平井工場 工 高橋俊雄・村治敏明
 “ 研究所 工 本多義彦・工〇須恵 毅

Determination of Lead in Lead Free-Cutting Steel by the Fluorescent X-ray Analyzer.

(Study on leaded free-cutting steel—VI)

Toshio Takahashi, Toshiaki Muragi,
 Yoshihiko Honda, Takeshi Sue.

I. 緒 言

X線分光学を分析化学の手段として応用する可能性は、従来より知られていたが、最近の数年間にめざましい発達をしたX線強度の測定法、および安定した強力X線発生装置により実用の域に到達した。

当社ではX線分析が(1)1試料あたりの分析時間が速いこと、(2)機器分析のため客観的測定であること、(3)非破壊測定であること、などの点に着目し、理学電機KKの協力を得て、鉛専用の単能型螢光X線分析装置を設置し、本装置により鉛快削鋼中の鉛量の定量を行なった。

II. 装 置

装置の構成は Photo. 1, Fig. 1 に示すごとく、(1)電源電圧安定装置、(2)高圧発生トランス、(3)X線管球、(4)試料 Box (照射面積 30mmφ で 180°C 回転タ

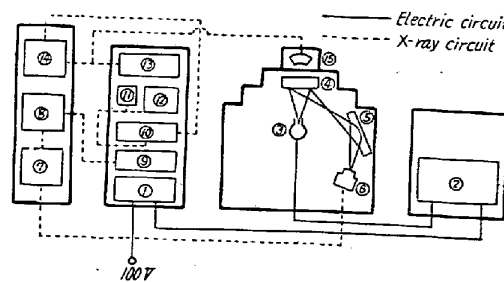


Fig. 1. System of the electric and X-ray circuit.



Photo. 1. Appearance of the fluorescent X-ray analyzer.

レット式)、(5)LiF 彎曲結晶、(6)scintillation 計数管、(7)比例増巾器、(8)波高分析器、(9)計数回路(10)計数率計、(11)時計、(12)定時計数法・定計数法測定装置、(13)Chart 記録計、(14)読取メータ—連動機構(15)読取メータ、の要素より成つており、これに冷却水回路が付属し装置全体に防X線・防電撃装置がなされている。現在は鉛1元素の専用装置であるが、系列(計数管および結晶)を増加することにより、6元素まで測定可能である。

III. 試 験 結 果

(1) 照射面の仕上程度による鉛量の検討

まず圧延後の鋼片を band-saw でノコ断したまま測定を行い、順次仕上程度を上げて、各仕上程度とも5回のくり返し測定を行い、最終は0/2番仕上とした。

鉛量は平均値では、ノコ断のままの場合は0/2番に比べ0.008%低値であるが、5回のくり返しのσは、ノコ断の場合でも0/2番の場合でも0.0017%であつた。

(2) ノコ断の場合の切断方向による鉛量の差

計数管に対してノコギリの目が、平行の場合、直角の場合それぞれを5回のくり返し測定によつて検討を行なつたが、くり返しのσは0.0007%で方向による有意差は認められなかつた。

(3) 照射位置による鉛量の検討

115×115mmの試料について中心部、外周部、および両者の中間部の3箇所をそれぞれ3回測定によつて検討した。

平均値では中心部が一番低値を示し、中間部は中心部に比べて 0.0041%，外周部は 0.0024% 高値を示し、全体の σ は 0.0014% であつた。

(4) 鋼種による鉛量の差

化学分析による鉛の定量では鋼種によつて、他元素の影響の注意を必要とすることがあるが、1.2% までの Cr, 0.3% までの Mo を含有する試料についての結果では影響は認められなかつた。

(5) その他の検討事項

以上のほか工場電源の調査、X線管球の経済性を考慮した電圧電流の検討、測定方法の選択、防 X線対策などの検討を行い、ノコ断面標準試料により検量線を作成した。

(6) 分析精度

82 試料について平行分析を行なつた結果 (化学分析・X線分析共同一試料について 3 回のくり返し分析を行なつた)、3 回分析の \bar{R} から求めたくり返しの σ は化学分析 0.0041%，X線分析 0.0019% であり、X線分析値と化学分析値の相関係数は 0.91、X線分析値から推定した化学分析値の σ は 0.0049% であつた。

(7) 分析能率

本装置は 1 名の分析者で連続操作が可能である。当社では、2 分間の定時計数法を主体とし、補助手段としてチャート記録法により自動記録を行う 2 方法を併用しているが、実働 7 時間で 1 日約 150 件の分析が可能である。

IV. 結 言

以上述べたごとく X線分析装置による鉛快削鋼中の鉛分析は、能率よく、従来の化学分析に比べて精度も満足すべき結果を得ることができた。

(101) 鋼中微量アルミニウムの定量分光分析

神戸製鋼所, 神戸研究部

工博 高尾善一郎・〇三好 敏

Spectrochemical Determination of Small Amount of Aluminium in Steel.

Zenichiro Takao, Satoshi Miyosi.

I. 結 言

アルミニウムは脱酸剤のみならず、鋼のオーステナイト結晶粒度調整剤として広く用いられており、その調整効果の如何は鋼質に大きな影響をおよぼす。したがつて鋼中のアルミニウムを迅速かつ正確に定量し、調整効

果を早期に判定することは製鋼技術上重要な課題である。化学分析法は操作が複雑で長時間を要し、かつ少数の試料しか処理できない等の難点があるので、分光分析法をこの目的に応用するため、いろいろ検討した結果、ほぼ所期の目的を達成することができた。これは中型水晶分光写真器を用いる交流断続弧光法であるが、その後エバート型回折格子分光写真器を用い追加実験を行なつた結果をもあわせ報告したい。

II. 装 置

発光装置: ファイルスティッカー式交流断続弧光発生装置

分光写真器: 中型水晶分光写真器 (NQM-60 型)
エバート型平面回折格子分光写真器 (GE-340 型)

測光装置: 読取式マイクロホトメータ

III. 分光分析法要旨

取鍋試料 (ピン試料) またはピレット鍛造材 (平面試料) を、自電極または対電極を対せしめ、その極間を 2 mm とした後、フォイスナー高周波火花をイグナイターとする A. C 220 V, 3 または 6 A の arc を点弧 1/10 秒、消弧 9/10 秒の割合で断続し励起発光せしめスペクトログラムを得る。これを中型分光器にありては Fe 3116.63 Å / Al 3092.71 Å の分析線対を黒度比較法によつて、格子分光器では Al 3082.16 Å / Fe 3093.36 Å または Fe 3095.27 Å を分析線対として強度比較法によりそれぞれ測定し、0.008% ~ 0.15% の鋼中 Σ Al を定量する。

IV. 検 討 実 験

(1) 分 析 線

Al の分析線としては次の 4 本の中性原子スペクトル線が考えられる。

I Al 3961.53 Å, I Al 3944.03 Å, I Al 3092.71 Å, I Al 3082.16 Å 前二者は中型分光器では隣接線 (Fe, Mo) の妨害、重複があり作用することができないが後二者は Al 3092.71 Å に対する V 3093.13 Å の妨害の他はほとんど無視し得る。回折格子分光器の 2 次スペクトル (分散度: 2.4 Å/mm) を用うれば以上のごとき難点はない。他元素との同時定量をも考慮し Al 3092 および Al 3082 を分析線とした。

(2) 電 極 形 状

自電極法は (イ) 90° 円錐形 (ロ) 1 mm × 1 mm 屋根形, (ハ) 点対平面型の 3 種類を、対極法は (ニ) 銅および (ホ) 炭素棒をいずれも 90° 円錐形にしたものについて、いずれも弧光電流を 5 A とし、Al 線、および