

Table 4. Determination of rare earths in slag.

Sample	CeO ₂ found (mg)	La ₂ O ₃ found (mg)
Basic A. E. F. slag + CeO ₂ 5.0mg	5.0 5.0	— —
Basic A. E. F. slag + La ₂ O ₃ 5.0mg	— —	5.1 5.1

文 献

1) 若松: 鉄と鋼; 46 (1960), p. 769

543, 422, 8: 548, 4, 1520,
620, 192, 43
(187) 結晶偏析分析への蛍光 X 線分析法
の応用 63187

住友金属工業中央技術研究所

○行 俊 照 夫

Application of X-Ray Fluorescent Method to Analysis of Crystal Segregation.

Teruo YUKITOSHI.

I. 緒 言 640~641

蛍光 X 線分析法は一般には試料の平均の分析値を得るための迅速、非破壊検査用として広く研究所、工場などで用いられてきている。その目的のためには試料の照射面積をなるべく大きくして蛍光 X 線強度を大にすることが必要である。ここでは逆に微少な照射面積部分の元素分析用に新たに蛍光 X 線分析装置を改良製作し、その有用性を検討すると共に実際に 2, 3 の結晶偏析分析に応用した結果について報告する。

II. 方 法

蛍光 X 線分析装置の構造上、X 線管の窓と試料面との間の距離がわずかのため、微少部分分析にはつぎの方法をとった。微少な穴をもつ薄い金属箔上に試料面を密着させ、穴以外の部分からの蛍光 X 線を金属箔によつて吸収させ穴の部分のみからの蛍光 X 線を検出して微少部分の元素分析を行う方法である。金属箔としては妨害線を少なくするためなるべく純粋な金属元素であること、厚さの影響をなくするため薄く加工できること、その上 X 線吸収係数の大きいことが望まれる。また、金属箔の厚さは $J = J_0 \exp(-\mu d)$ (J_0 : 入射 X 線強度線, μ : X 線吸収係数, d : 厚さ) の式を用いて、穴以外の部分からの蛍光 X 線強度が穴からのそれに比して 0.1% 以下であるように定めた。たとえば金箔を用い、比較的硬い MeK α 線が試料に直角に出入した場合を考えると、上の条件

を満足するためには金箔の厚さは $d = 14\mu$ あればよいことになる。実際には少し厚い金属箔が用いられている。

一方、鉛製のスリットを X 線管の窓に設置して X 線の照射範囲を小さくし、バックグラウンドの影響を減少した。一般には 1mm ϕ 部分中の 0.5% Cr の分析に対し線-バックグラウンド比は 3:1 である。

III. 装 置

装置は普通のフィリップス社製蛍光 X 線装置である。結晶偏析など連続的な元素分析のために新たにマイクロメーター方式の試料後移動装置を製作した。(Fig. 1) 試料は支持棒にネジではめこまれてあり、上から押えて試料が金属箔に密着できるようになっている。実際には試料が金属箔に直接接触するのを防ぐためその間に 6 μ 厚さのマイラー箔を使用した。移動を容易にするため、ここに少量の油を用いるのも有効である。試料の移動距離は 5mm, 最小目盛は 0.01mm に相当する。試料の移動、回転が自由であるので、金属箔の穴よりケンビ鏡で試料表面を観察しながら 2 つの固定ネジによつて所定の位置を得ることができる。

IV. 実験結果および考察

装置についての検討結果は、ここでは省略するが、分析の一例として実用の Mn-Cr 鋼 (各成分 1% 含有) 中の帯状組織を分析した。Photo. 1 は金箔の穴の大きさ

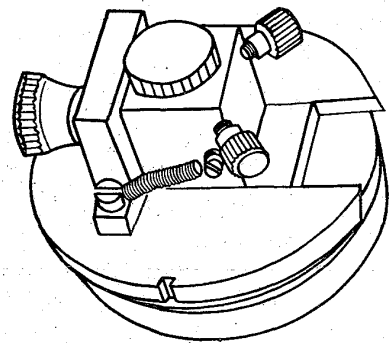


Fig. 1. Sample holder.

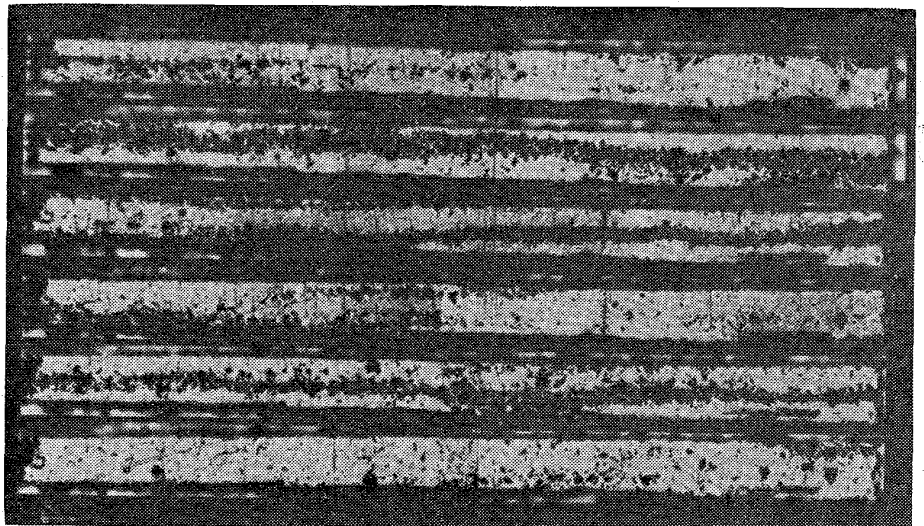


Photo. 1 Microstructure in the slit of 0.1 x 2mm.

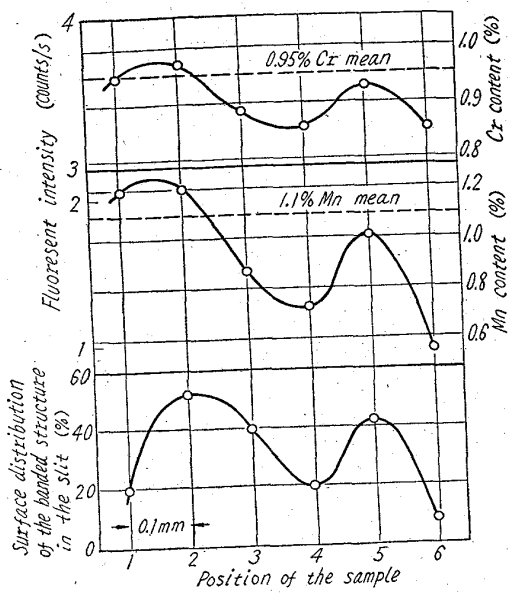


Fig. 2. Segregation of Cr and Mn.

0.1×2mm 中に見える帯状のケンビ組織であり、0.1 mm ずつ移動したものである。Fig. 2 は各部分における Cr および Mn の分析結果である。蛍光 X 線分析結果はケンビ組織の分布とよく対応しており、これによりパーライト (実際にはセメントライト) 中に Cr と Mn の偏析していることが定量的に実証することができた。

Fig. 2 からみられるように、これでは X 線強度が小さくて測定に長時間を要するが、彎曲解析結晶などを用いて集中法方式を採用すれば、かなりの強度も得られこの方法はマイクロ、アナライザーと一般の蛍光 X 線法との中間的な大きさ部分の元素分析には非常に有効な手段となるであろう。

543, 272, 20542, 465, 17
 = 669, 13
 (188) 真空溶融法による鑄鉄中水素の分析
 63188

早稲田大学鑄物研究所 ○加藤 栄一

Determination of Hydrogen in Cast Iron by Vacuum Fusion Method.

Eiichi KATO.

I. 緒言

著者はすでに白鉄試料からの水素抽出を 1650°C 以下の温度において検討し、1000°C 抽出値は 1650°C 抽出値の 87~98% で、通常の目的には 1000°C 抽出で十分であることを見出した。しかし鑄鉄溶湯中の水素を定量する場合、溶湯の炭素および珪素量が高いと、採取した試料を急冷しても完全に白鉄化することは困難である。一部黒鉛化した試料からの水素逸出についての研究報告はないが、鼠銑からの水素逸出は 1000°C では完了しない

という報告がある。また白鉄でも水素の完全な抽出には 2100°C という高温が必要であるという主張もある。一方、一般に用いられている黒鉛坩堝を用いる真空溶融法による水素分析値の精度はあまりよくないという報告もある。ゆえに鑄鉄試料から完全に水素が抽出できて、しかも精度のよい抽出法を見出す必要がある。今回は従来使われている 1000°C 真空加熱法や錫溶融法、それに 2100°C 真空溶融法および新たに考案したアルミナ坩堝を用いる 1250~1300°C 真空溶融法による抽出の比較検討を行ない、さらにこの真空溶融法を用いた際の水素分析精度について実験を行なった。

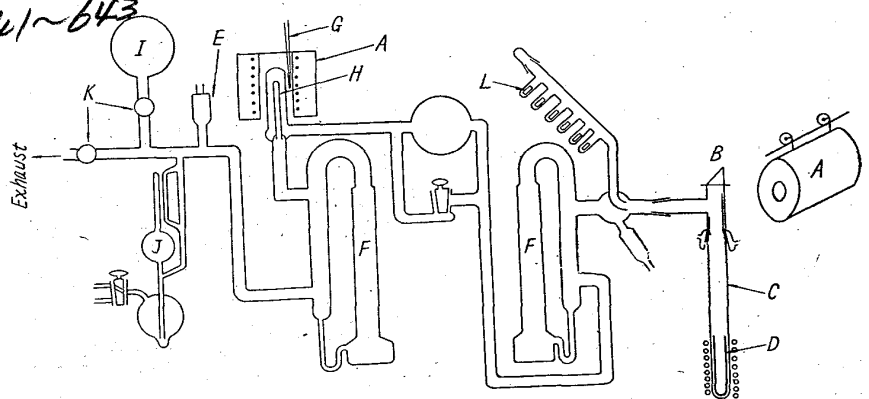
II. 実験方法

Fig. 1 に 1300°C 真空溶融法によつて水素を抽出する時の装置の状態を示した。抽出ガス中の水素を分離定量する部分は既報の装置と同じである。真空溶融炉は内径 25mm の透明石英管にアルミナ坩堝を入れたものである。この坩堝にあらかじめ真空溶融によつて溶製した Fe-C 合金 (C=2%) を入れ、まず管状炉で 950°C に加熱して脱ガスしたのち、高周波によつて 1300°C に加熱し、空実験値の低下をまつて試料を投下、水素の抽出を行つた。この際浴中の炭素および珪素量が多くなつて黒鉛が析出することがないように注意した。1000°C 真空加熱には管状炉を用いた。2100°C 真空溶融には既報のような黒鉛坩堝による溶融を用いた。また錫溶融法にはアルミナ坩堝の代わりに透明石英坩堝を用いた。

用いた鑄鉄は釜石 2 号銑または釜石ダクタイル銑に電解鉄を加えて化学組成を調整して、タンマン炉で溶解した。試料の採取は石英管吸上法によつた

III. 実験結果

Table 1 に 1000°C, 1300°C, 2100°C 抽出値を示した。この実験では長い石英管を用いて溶湯を吸上げて試料をつくり、これを切断して分析に供した。No. 2 の溶湯は No. 1 の溶湯よりも炭素および珪素量が高くなっている。これらの実験において常に 1300°C 抽出が最も高い水素定量値を与え、1000°C 抽出値をこれよりわずかに低い値であつたが、その差は No. 2 の実験の方が大きくなっている。2100°C 抽出はこれらいずれより



- A. Wire-wound furnace, B. Prism, C. Clear quartz tube
- D. Alumina crucible, E. Pirani-gauge head
- F. Mercury-diffusion pump, G. Thermocouple
- H. Palladium tube, I. Reserve volume, J. McLeod gauge
- K. Mercury cut-off, L. Sample

Fig. 1. Apparatus for vacuum fusion (1300°C) method.