

543.272.1:543.53:669.14

製品の鋼管はその必要はない。

(2) 抽出方法は分析時間の短縮、炭化物の溶解などの利点があるためにヨウ素アルコール抽出法を適用した方がよい。

(3) 軸受鋼中の酸化物系介在物を定量するのに必要な最適塩素化処理条件は、塩素化処理温度 400°C × 3 hr, 昇華温度 800°C × 2 hr である。

文 献

- 1) 前川, 他: 鉄と鋼, 42 (1956) 2, p. 121
- 2) 細田, 他: 鉄と鋼, 42 (1956) 3, p. 368
- 3) 成田, 他: 鉄と鋼, 51 (1965) 5, p. 969
- 4) 学振19委編: 鉄鋼化学分析全書新版 8
- 5) W. Koch: Beitrage zur Mettallkundlichen Analysis, 1949
- 6) 池上, 他: 分析化学, 7 (1958), p. 636
- 7) 学振報告: 19委-2512, (1952)

(181) 速中性子放射化による鋼中酸素迅速定量法に関する研究

富士製鉄, 中央研究所

○志村一輝・浜中一男・天野 実

東京芝浦電気, 中央研究所 理博 藤井 勲

Quick Determination of Oxygen in Steel by Fast Neutron Activation.

Kazuteru SHIMURA, Kazuo HAMANAKA, Minoru AMANO and Dr. Isao FUJII.

1. 緒 言

製鋼作業で溶鋼中の酸素を C, Si などの普通元素と同じように迅速に定量することができるならば, 製錬, 造塊などの作業調整が容易になり, ひいては品質, 歩留りの向上から生産原価の低減が期待できる。この目的で筆者らは種々の酸素定量法について検討した結果, 速中性子照射による放射化分析法^{1)~5)}が現状では最も迅速かつ高精度の方法であると考え, これについて分析結果の真空溶融法との比較, 同一試料繰り返し測定における精度の検討, 試料調整法の検討, などを行ない, このほどその結果を得たので報告する。

2. 実験方法

2.1 放射化分析装置

実験装置としては, 東京芝浦電気株式会社中央研究所で開発され, 現在同所に設置されている工業用放射化分析装置⁶⁾である NAT-200 型“アクチバック (ACTIVA C)”を用いた。三重水素のターゲットは英, 仏などの外国製品および東芝中央研究所製の国産品を使用した。

同上装置によれば, 1 試料当りの定量に要する時間は試料調整時間を除けば約 1min 間である。

2.2 試料寸法

前記の実験装置用試料の指定寸法は, 直径 12 mm, 長さ 10mm の円筒形であり, 試料重量は鉄鋼試料の場合で 8.5~8.7g である。

2.3 標準試料の調整

蔗糖粉末に黒鉛粉末を混合して圧縮整形した試料, および電解鉄を大気溶解したものから丸

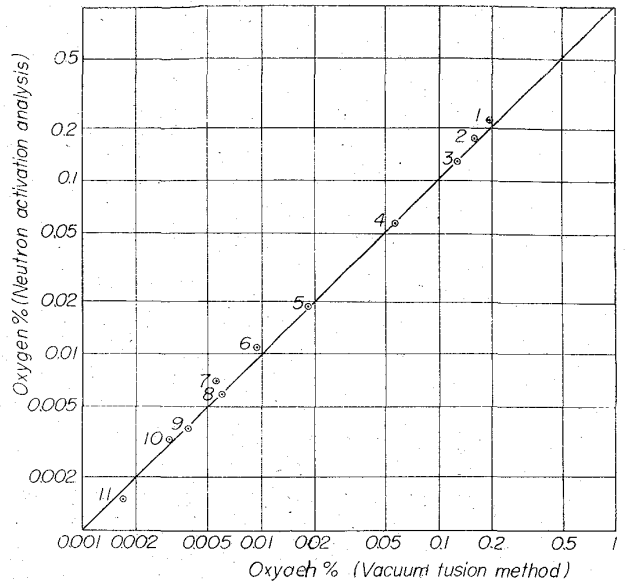


Fig. 1. Comparison of neutron activation analysis with vacuum fusion method.

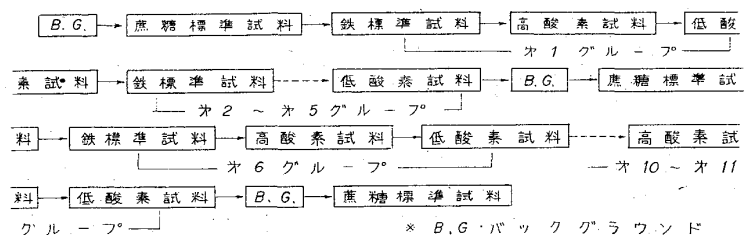
棒を作り, これから切り出した試料の酸素分布がおおむね均一であると判断されたものの 1 個の 2 種類の標準試料を使用した。なお後者の試料の酸素含有量は 0.193% である。

2.4 真空溶融法

離合社製, 定容測圧式真空溶融ガス分析装置を使用した。放射化法を実施した後の試料を, くさび型に 4 等分し, おのおのを分析し, それらの平均をもつて分析結果とした。使用浴は普通は鉄浴であるが, 試料中に Mn, Si, Al の内どれか, または Mn+Si が 1% 以上の場合, さらに前記の成分が 1% 以下でも酸素含有量がかなり低いと考えられた試料に対しては錫浴を用いた。

2.5 繰り返し精度の測定法

種々の酸素範囲での放射化法の測定精度を調査するため, いくつかの鉄鋼試料を調製し, これらの試料の繰り返し放射化定量を実施し, 測定日, および測定順序のちがいでによる酸素分析値の変動状況を調べた。実験は 1 週間に 1 日ずつ 4 週間にわたって行ない, 1 日につき各試料ごとに 10~11 定量を繰り返した。試料は, 高酸素試料として酸素 0.2% 前後のもの 1 個, 低酸素試料として酸素 0.0013% 前後のもの 1 個を使用し, さらに実験最終日だけ中酸素試料として酸素 0.015% 程度の試料 1 個を定量した。各実験日における測定は, ほぼ下図の順序にしたがって行なつた。



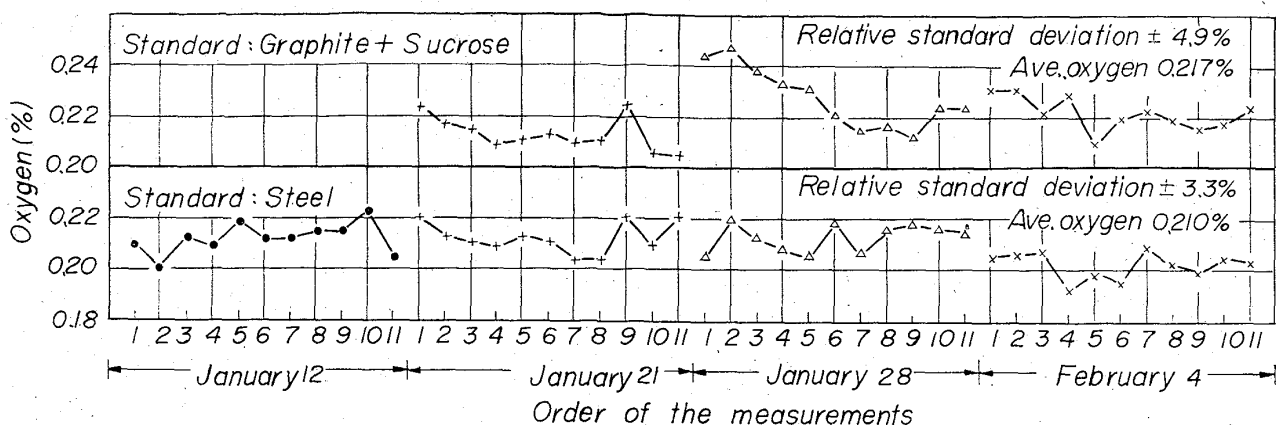


Fig. 2. Deviation of results by neutron activation analyses for the specimen with high oxygen content.

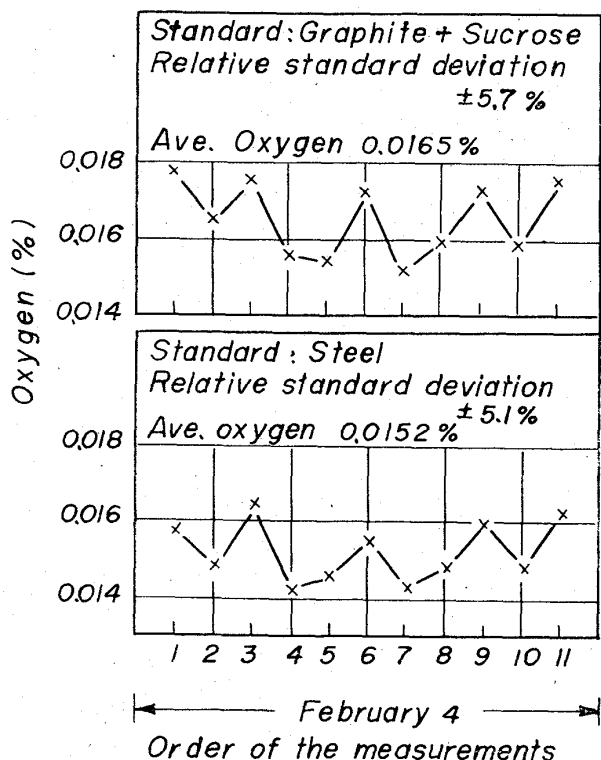


Fig. 3. Deviation of results by neutron activation analyses for the specimen with medium oxygen content.

2.6 試料採取法の検討

放射化分析の特徴である迅速性を生かすためには試料調製を短時間でこなす必要がある。最も簡単な方法は、試料の指定直径を持つ鋳型の中に試料を汲み取り、湯引けの部分をして所定の長さで切断し、黒皮のまま放射化分析にかけることである。しかし黒皮は酸化物であるから、これが測定値におよぼす影響を調査するため、内径 12mm および 14mm の 2 種の銅鋳型に同一チャージから試料採取した後、径 12mm の試料はそのまま長さ 10mm に切断し、径 14mm の試料は旋盤加工して黒皮を落とし所定寸法とし定量した。

3. 実験結果および考察

3.1 放射化法と真空溶融法による同一試料酸素分析結

Table 1. Influence of surface conditions to the analytical results of oxygen content in steel.

Charge No.	Sample No.	Surface conditions		NAA* oxygen %	V. F.** oxygen %
		Machined	As cast		
1	C-1	○		0.029	—
	C-2	○		0.030	—
	C-3		○	0.029	—
	C-4		○	0.029	—
2	C-5	○		0.018	0.014
	C-6	○		0.020	0.014
	C-7		○	0.021	0.017
	C-8		○	0.025	0.020
3	C-9	○		0.0040	0.0032
	C-10	○		0.0036	0.0031
	C-11		○	0.0040	0.0033
	C-12		○	0.0047	0.0035

* NAA: Neutron Activation Analysis.

** V. F.: Vacuum Fusion Method.

果の比較

酸素含有量の異なる鉄鋼試料11個を放射化分析した後真空溶融法にかけ、両者の結果を比較すると Fig. 1 に示すようになりに良く一致している。なお放射化法の結果は3回の測定の前平均値を用いた。

3.2 繰り返し精度の調査結果

前章にのべた測定順序にしたがって、鉄鋼試料を繰り返し定量した結果を Fig. 2~4 に示す。これらの図において、蔗糖標準試料使用の際には、感度は平均値を用い、鉄標準試料使用の際には、各測定グループごとに感度を計算して、これからそれぞれ酸素量を求めた。したがって Fig. 2 および Fig. 3 では蔗糖標準試料による結果の方がデータの変動が多いが、これはむしろ各測定ごとに感度を求めたほうが良い精度が得られるという実例と考えるべきである。いずれにしても酸素量0.01%~0.2%付近では、40回以上もの繰り返しによる結果の変動が±3~5%という好結果をえた。Fig. 4の低酸素試料ではかなりの変動が見られるが、この程度の酸素量で

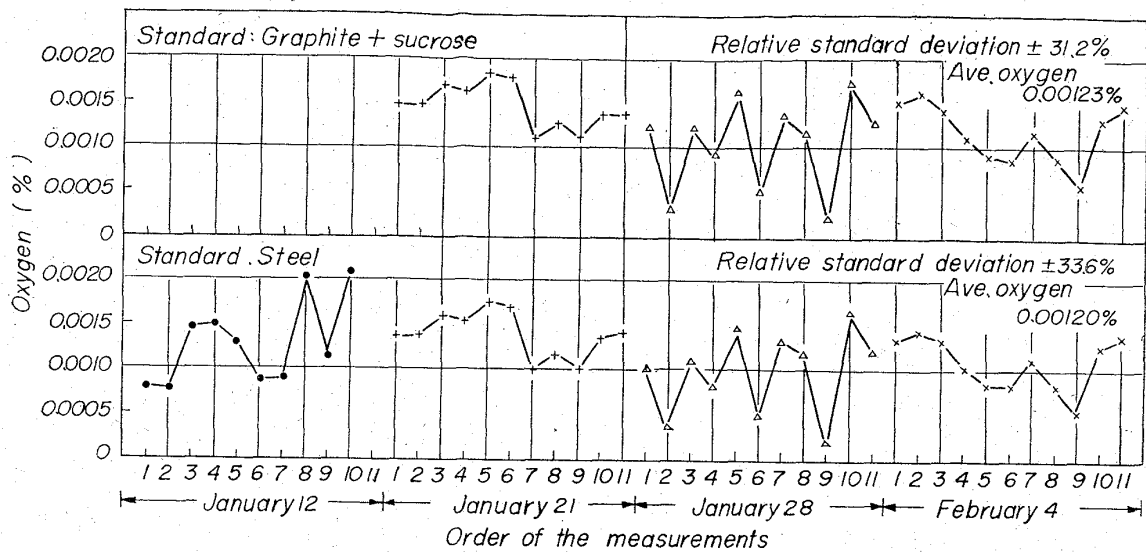


Fig. 4. Deviation of results by neutron activation analyses for the specimen with low oxygen content.

はガンマ(γ)線の計数値がかなり少なくなり、統計上ある巾の変動は避けられない。しかしながらこの問題も三重水素ターゲットと試料との間の距離や、ターゲット裏打ち材の厚さと材質の改善によつて有効計数値を増加させることも容易と考えられるので低酸素でも今回の結果より良い精度が得られることは、ほぼ確実と考えられる。

3.3 放射化分析用試料採取法および試料調製法についての検討結果

2種の銅鑄型に3チャージから溶鋼を採取し、各鑄塊から2個づつ試料を作製したものの放射化分析結果とそれらの真空溶融酸素分析値を Table 1 に示す。

これによると黒皮の影響の程度は、一定していない。したがつて、試料調製法としては例えば石英管で吸引採取し表面を軽く研磨した後切断するほうが時間はかかるが測定値の信頼性はより高いと考えられる。

4. 結 言

放射化分析による鉄鋼中酸素の定量について検討した

結果、次のことが明らかになった。

(1) この方法は鋼中酸素の現場分析用として十分な迅速性とかなり良好な精度を有する。

この方法による酸素分析値と真空溶融法による分析値はかなり広い酸素含有範囲においてよく一致する。

(3) 試料調製法、その試料が溶鋼酸素量を代表するかどうかなどに問題はあるが、この方法はその迅速性と良い精度のため製鋼造塊作業遂行上極めて有効なものと認められる。

文 献

- 1) COLEMAN: *Analyst*, **87** (1962), July, p. 590
- 2) CRAWFORD et al.: *The Radio & Electronic Engineer*, **26** (1963) 3, p. 251
- 3) 藤井, 他: *分析化学*, **13** (1964) 3, p. 249
- 4) 成田, 他: *神戸製鋼技報*, **14** (1964) 3, p. 189
- 5) KOPINECK, et al.: *Arch. Eisenhüttenw.*, **35** (1964) 10, p. 987