

Fig. 5. Comparison of O/T. Fe determined by activation analysis with those by chemical analysis.  
Sample: partially reduced iron sand.

試薬酸化第2鉄を900°Cで水素還元した試料について、放射化分析および化学分析によつて得た酸素分析値を不純物による影響を明らかにするためにT.Feで除いてO/T.Feとして比較したものをFig. 4に示す。酸素の高い方で若干の偏倚が認められるが、低いほうではかなり良い対応をみせている。

同様にインド鉱石還元試料について行なつた比較を同じくFig. 4に示す。SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>などの脈石類はこの還元条件では還元されないとしてよいから、この酸化鉄以外の酸化物のO/T.Feは一定と考える。鉱石の分析値から計算するとこのO/T.Fe=3.31%となり、これを加えて比例直線を引くと実験値は大体この直線上にのる。

砂鉄についてもFig. 5に示すように、TiO<sub>2</sub>, SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>などのO/T.Fe=12.9%を加えると同様の比例関係が得られた。ただしこの場合、TiO<sub>2</sub>の低級酸化物への還元が起こりうるが、全TiがTiO<sub>2</sub>→Ti<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の還元を起こしたとしても酸素量として1.26%の誤差であり還元砂鉄試料のグロムメタノール分解残渣について行なつたX線分析においてもほとんどTiの低級酸化物は認められなかつたのでこの場合無視してよいのではないかとと思われる。

なお、酸化法と化学分析法によるO/T.Feの値は、試薬酸化第2鉄、印度鉱石、砂鉄、いずれもかなり良い一致を示していた。

## 5. 結 言

以上鉄鉱石の還元率測定に速中性子放射化分析法を応用することを検討したが、酸素分析としては4 MeV以上のγ線を計数することによつて他の共存元素の影響をほとんど完全に除きえ、また試験した試薬酸化第2鉄、インド産ヘマタイト鉱石、淋代砂鉄の還元試料について化学分析法による酸素量とかなり良い一致が得られた。

放射化分析においては測定値は全酸素であり、鉄以外の酸化物の酸素を多く含む場合はその取扱いに注意を要するが、純度の高い酸化鉄の高還元率における測定値は精度が高く、測定操作の迅速さとあいまつて十分な実用性があると考えられる。

## 文 献

- 1) 池上, 神森, 鈴木: 金属学会誌, 29 (1965), p. 129
- 2) D. J. VEAL and C. F. COOK: Anal. Chem., 34 (1962), p. 178
- 3) E. L. STEEL and W. W. MEINKE: ibid, 34 (1962), p. 185
- 4) D. STROMINGER, J. M. HOLLANDER and G. T. SEABORG: Rev. modern Physics, 30 (1958), p. 585

543.423.02: 669.15'24-196

## (208) 高ニッケル鑄鉄の定量

(カントバック分析法の研究—Ⅳ—)

大阪府立工業奨励館 工博 浜 口 隆 信

大阪府立工業高等専門学校 篠 谷 寿

Studies on Determination Analysis of High Ni Cast Iron

Dr. Takanobu HAMAGUCHI  
and Hisashi SHINOTANI

## 1. 緒 言

さきにカントバックによる各種鑄鉄の定量条件を検討した際、マトリックスの相異による検量線の相異は対電極を銀から黒鉛にかえることによつて、(この場合炭素の同時定量は不可能となる)完全な1本化が可能であることを知つた<sup>1)</sup>。

今回は多量の第3元素としてNi 18%程度を含む抵抗体グリット材として用いる高ニッケル鑄鉄<sup>2)</sup>の定量条件の検討、試料調製法、さらに主要成分Niについては蛍光X線分析法との比較について実験した。

## 2. 装置と実験条件

1) 装置 ARL製 quantovac, 島津 ARL製X線quantometer VXQ

2) 標準試料 Table 1に掲げたものを使用した。NC記号は高周波炉溶解(容量100 kg)砂型鑄造の自製標準試料であり、さらにNi校正用としてN1~2を追加した。普通鑄鉄標準試料としてほとんど白鉄化のNBS 1176~1183を使用し、他にSiの標準化用としてC-5を添加、前記NC系と併用した。

3) 発光条件 Table 2の条件をそれぞれ用いた。

4) 分析線対 常用している次のものをを用いた。

Fe	2714.4Å	Si	1930.9Å	Mn	2993.1Å
P	1782.8Å	S	1807.4Å	Cr	2677.2Å
Ni	2316.0Å	Mo	2816.2Å		

## 3. 実験結果

1) 検量線 実験の結果Ni検量線についてはFig. 1 a, bを、他元素検量線についてはFig. 2~Fig. 4を得た。Fig. 1 aにおいてTable 2の発光条件表中No.

Table 1. Standard sample.

Sample	Element	C%	Si%	Mn%	P%	S%	Cr%	Ni%	Mo%
NC 1		3.16	2.16	0.32	0.060	0.027	1.01	19.11	0.42
" 2		2.70	4.71	0.35	0.070	0.028	0.84	17.74	0.35
" 3		2.87	3.09	0.34	0.062	0.027	0.84	18.46	0.35
" 4		2.59	4.86	0.32	0.080	0.085	0.14	16.42	0.04
" 5		2.74	3.27	0.36	0.089	0.048	0.15	20.50	0.04
N 1		0.09	6.63	0.57	0.010	0.007	1.21	13.66	0.67
" 2		0.07	6.74	0.23	0.020	0.006	0.16	23.45	0.25
1176		3.47	3.19	0.63	0.42	0.061	0.51	0.06	0.59
1177		2.74	0.88	0.37	0.61	0.037	1.39	2.97	1.49
1178		3.11	1.91	0.86	0.115	0.026	0.89	2.25	0.94
1179		3.35	1.34	0.64	0.23	0.165	0.23	1.31	0.31
1180		3.28	3.04	1.12	0.055	0.086	0.14	0.04	0.16
1181		3.63	2.54	1.32	0.29	0.052	2.04	0.11	0.04
1182		1.97	0.31	0.45	0.85	0.046	0.03	0.22	0.02
1183		3.05	1.76	0.91	0.011	0.025	0.08	0.58	0.03
C-5		2.78	6.18	0.40	0.099	0.060	0.10	0.63	t

Table 2. Excitation condition.

Quantovac						X-ray quantometer			
Case Con- dition	Multi source		High voltage source			X-ray tube condition			
	1	2	3	4	5	Target Voltage Current		OEG 60S (pt) 50kV 30mA	
C <sub>2</sub> ; $\mu$ F	10	10	0.007	0.007	0.007	Analyze condition			
L <sub>2</sub> ; $\mu$ H	50	50	360	360	360				
R <sub>2</sub> ; $\Omega$	5	5	Residual	Residual	Residual	Mode Integration time STD atten. Sense		Air 35sec 11 6.72	
V <sub>1</sub> ; V	230	230	130	130	130				
V <sub>2</sub> ; V	950	950	14800	14800	14800	Channel condition			
A; A	0.4	0.4	2.3	2.3	2.3				
Counter electrode	Graphite	Graphite	Graphite	Graphite	Ag	Element Goniometer Crystal Detector Pri slit	Ni Scan  LiF Air multitron 0.020 inch	Sec slit Attenuator  Zero Capacitor	0.030 inch 3  78 0.1
Polarity of sample	+	-	-	+	-				
Argon flow	Frush time 2 l / min		15sec						
	Pre spark time 14 l / min		10sec						
	Integration time 14 l / min		20sec						
Sample, electrode	Sample; disk counter electrode; 120° corn 6 mm $\phi$ .								

Table 3. Reproducibility on excitation condition.

Excitation condition	Element	Chemical analysis %	n	Quantovac analysis %	Standard deviation %	Coefficient of variation %
Case 3	Si	2.17	8	2.18	0.02	0.92
	Mn	0.33	8	0.31	0.002	0.57
	P	0.077	8	0.068	0.003	4.29
	S	0.029	8	0.026	0.001	3.92
	Cr	0.90	8	0.80	0.010	1.26
	Ni	19.34	8	19.00	0.27	1.43
	Mo	0.40	8	0.41	0.014	3.53
Case 4	Si	2.17	8	2.17	0.04	1.64
	Mn	0.33	8	0.31	0.008	2.56
	P	0.077	8	0.069	0.004	5.08
	S	0.029	8	0.027	0.002	6.78
	Cr	0.90	8	0.92	0.025	2.72
	Ni	19.34	8	19.01	0.32	1.68
	Mo	0.40	8	0.42	0.019	4.52

Table 4. Reproducibility of Ni for mould.

Method	Mould	n	Average (%)	Standard deviation (%)	Coefficient of variation (%)
Quantovac	Quanto mould	56	18.41	0.29	1.55
	Sand mould	32	18.29	0.34	1.87
	Metal mould	48	17.97	0.27	1.48
X-ray Quantometer	Quanto mould	10	19.37	0.08	0.42
	Sand mould	10	19.22	0.04	0.21
	Metal mould	10	18.87	0.30	1.57

Table 5. Accuracy of Ni.

Sample	Chemical analysis (%)	Quantovac analysis		X-ray quantometer analysis	
		n	Average (%)	n	Average (%)
Quantomould-1	19.35	8 8	19.33 18.44	5	19.36
Quantomould-2	19.31	8 8	18.70 18.44	5	19.37
Sand mould-1	19.56	8 8	18.34 18.14	5	19.14
Sand mould-2	19.51	8 8	18.18 18.50	5	19.29
Metal mould-1	19.44	8 8	18.39 18.02	5	18.95
Metal mould-2	19.47	8 8	17.56 17.82	5	18.78

1, 3, 4 の条件しか記入していないが, No. 2 条件では検量線にならなかった. また No. 1~4 条件での高 Ni 鑄鉄の積分時間は普通鑄鉄と大差はないが No. 5 条件では数倍も要した. 普通鑄鉄の場合は No. 3 条件にて定量しており, 今回の実験でも変動係数はこれが最小であった. しかし Fig. 1 のごとく Ni 検量線の直線性から No. 4 条件とした. X線カントメーターは Table 2 の条件で Fig. 1 b 検量線を得た. Fig. 2 の Si, Mn, Fig. 3 の P, S, Fig. 4 の Cr, Mo は Table 2 の No. 4 条件による他元素の検量線である.

発光条件 No. 3, No. 4 の精密度を比較すると Table 3 のごとく変動係数ではやや高いが No. 4 条件とした理由は前述のとおりである.

2) 試料調製法と精度 試料調製法として同一の湯を砂型, カントモールド, 金型に鑄込み, 組織を変えた試料を調製した. モールドの大きさが同一でないため完全な比較とはならないが, Photo. 1 によつて冷却速度が異なることはわかる. この結果が定量値におよぼす影響は Table 4 に示している.

X線カントメーターでは金型が最も変動係数が高い結果になっているが, これはカントバックと同一面を照射面としたためで蛍光X線分析法の場合には照射面についての検討がなお必要と考えら

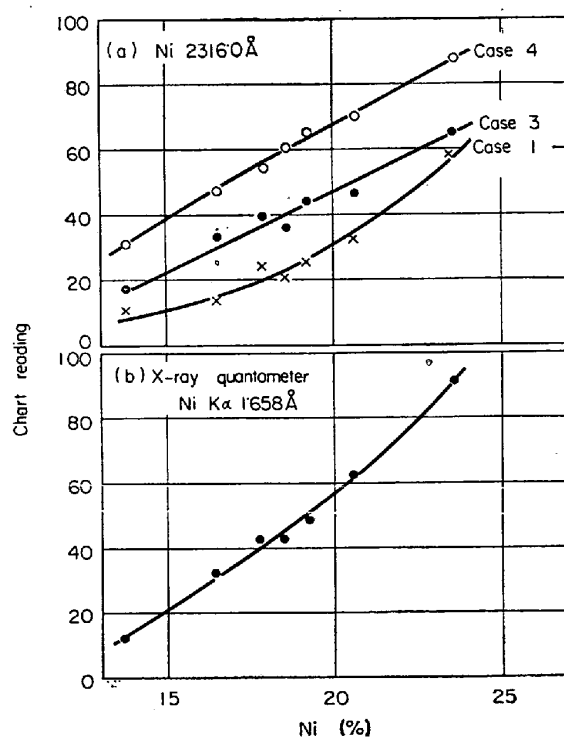


Fig. 1. Working curves for Ni.

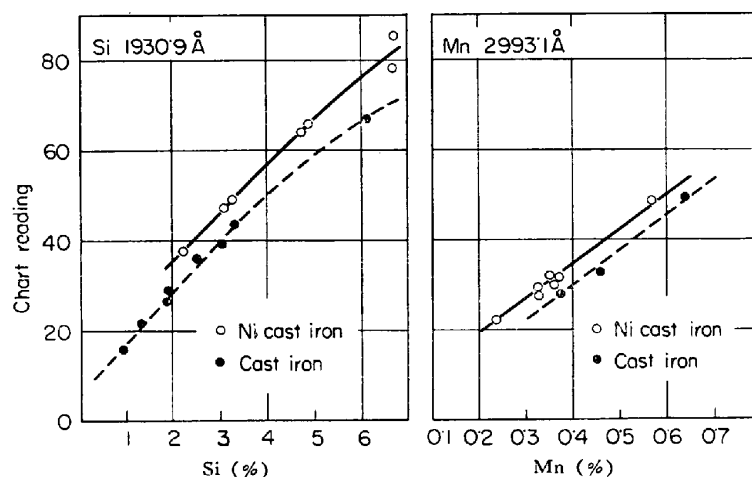
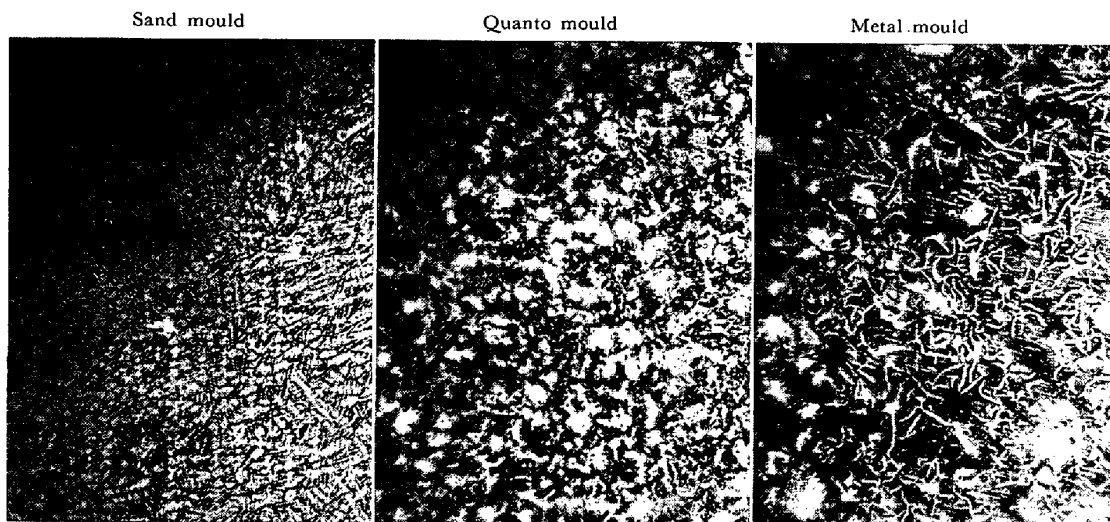


Fig. 2. Working curves for Si and Mn.

Photo. 1. Microstructure of analyzed specimen.  $\times 200$  (4/7)

れる。

カントバックでは3者ほとんど差はないが金型カントモールド、砂型の順になる。このことは普通鑄鉄の報文<sup>1)</sup>とも一致している。

次に Ni 含有量のみについて行なつたカントバック、X線カントメーターの正確度の比較結果を Table 5 に示す。

一般に高含有量の元素については蛍光X線分析法のほうがすぐれているといえる。Table 5 においてカントバックについてのみ  $n = 8$  が2段になっているがこれは2回実験した結果である。

おわりに本実験に対しご協力をえた鈴木合金(株)、(株)島津製作所に、深甚なる謝意を表します。

#### 文 献

- 1) 浜口, 仲尾, 小林: 大阪府立工業奨励館報告, No. 25 (1961), p. 53
- 2) 岡本: 鑄物協会誌, 33巻 (1961), p. 137

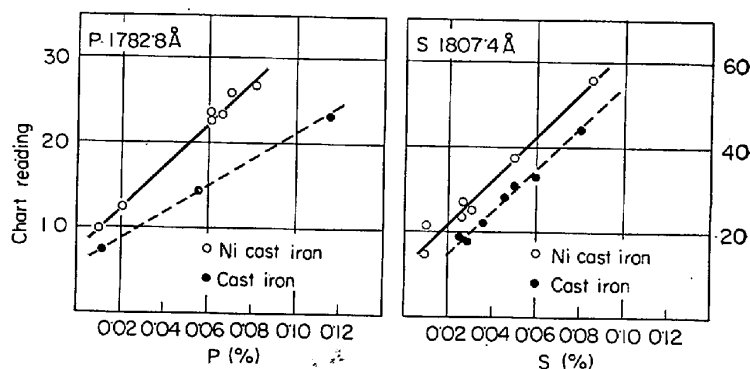


Fig. 3. Working curves for P and S.

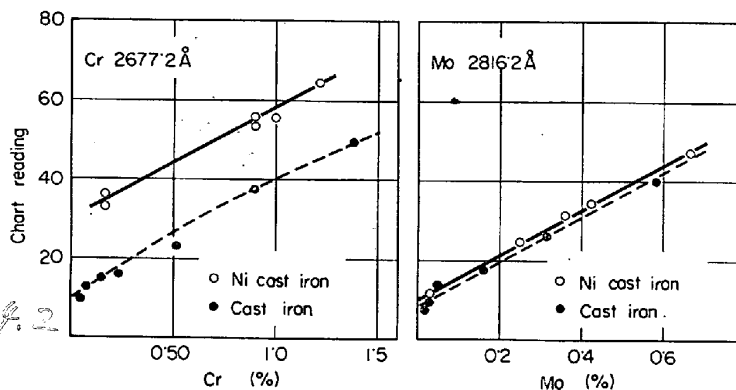


Fig. 4. Working curves for Cr and Mo.

## (210) Fluroprinx による炭素鋼低合金鋼のけい光X線分析

神戸製鋼所

水野知巳・原 寛・松村哲夫・○小谷直美  
The X-Ray Fluorescence Analysis of Low Alloy Steel with the Fluroprint Spectrometer

Tomomi MIZUNO, Hiroshi HARA

Tetsuo MATSUMURA and Naomi KOTANI

### 1. 緒 言

鉄鋼関係の分析所における低合金鋼の分析は発光分光

分析法によるものが主流をしめ、迅速性の点で他の追隨を許さず、かつ湿式化学分析に匹敵する精度、正確度により著しい成果を納めている。その後装置の改良進歩にともなつて高合金鋼の分析にもこれを適用する試みが行なわれているが、最近のけい光X線分析装置の急速な進歩により、発光分光分析法は低含有成分の分析に適用し、高含有成分の分析にはけい光X線分析法を採用するという考え方が一般化しつつある。しかしながら低含有成分と高含有成分との境界をいかに決めるかという問題や、装置の改善はなされたが分析法自体の研究は両法ともいまだじゅうぶんとはいえない現状などにより、画一