

(177)

## 炭素鋼、低合金鋼中の希土類元素のけい光 X 線分析

神戸製鋼所 中央研究所 松村哲夫 諸岡鍊平

○小谷直美 五藤 武 木梨栄一

1. 緒 言：鉄鋼中に希土類元素を添加することにより溶鋼の流動性の向上、鋼材の加工性の改善、機械的諸性質の向上などが期待できるが、これら鋼の諸性質におよぼす希土類の効果は各元素によつてかなり異なるものと思われる。これらの効果を明確に把握するためには鋼中の希土類元素について個々の元素の存在量を正確に求める必要がある。本報告では学振法に準じて鋼中より分離した全希土類の酸化物をホウ酸ナトリウムで溶融しガラスビード化して分析試料とする方法と金属ディスク試料を用いる方法について検討を行なつたので報告する。なお、対象元素は希土類の主成分である La, Ce, Nd, Pr である。

2. 実験方法：分析装置はフロロプリント MK-1 で、X 線管球 (1 kW) には W 対陰極を使用した。分析線は Nd については  $L\beta$  線を、その他の元素については  $L\alpha$  線を用いた。実験試料は低合金鋼中に対象元素が 0.005 ~ 0.15% になるように金属希土類を加え、各元素について 6 系列、24 個、および mischmetal を添加したもの 3 個溶製した。金属ディスク試料を用いる場合は、これら試料を標準試料として用い、不定形試料を分析する場合には鋼中の希土類を酸化物として分離し、融剤で溶融してガラスビード化する方法を採用した。

この方法は試料 5 g を 6 N 硫酸で加熱分解後ろ過し、ろ液にフッ化水素酸 50 ml を加えて希土類をフッ化物として沈殿させる別する。つぎにさきにもろ過分離した残留物と沈殿を白金-金るつぽに移し、ガスバーナー上で強熱灰化する。これにホウ酸ナトリウム (無水) 5 g を加えて約 1000°C で 5~10 分間加熱し、ときどきふりませながら融解する。内容物が完全に溶解した後、熱板上で 350~400°C に加熱しておいたグラフアイト鑄型に流し込み押し棒で整形する。冷却型鑄型より取り出し鑄型に接した面を分析面として測定する。この方法による標準試料は希土類酸化物試薬を溶融してガラスビード化する方法により作製した。

3. 実験結果：金属ディスク試料を用いて分析する場合は近接線の重なるの補正を行なうだけで、とくに問題はなかつた。近接線の影響としては Pr, La に対する La,  $L\beta$  の重なりおよび Cr, Mn の  $K\alpha$  線によるバックグラウンドの影響が認められたので補正を行なつた。

ガラスビード法では試料の厚さが大きく異なると散乱線による X 線強度が異なるので一定の厚さに鑄込む必要があつた。また不溶解残留物として Fe, Ni, Cr などがガラスビード中に入ってくるので、これらの影響を調べたが問題ないことがわかつた。本法の精度はビード作製誤差も含めて変動係数 2% 以下であつた。

また分析の 1 例として表 1 に化学分析値との比較を示す。

表 1 ガラスビード法による分析値の 1 例

試料	化学分析	X線分析	試料	化学分析	X線分析	試料	化学分析	X線分析	試料	化学分析	X線分析
La-1	0.010	0.008	Ce-1	0.007	0.007	Nd-1	0.005	0.005	Pr-1	0.005	0.004
2	0.011	0.011	2	0.024	0.025	2	0.007	0.009	2	0.010	0.008
3	0.047	0.044	3	0.023	0.023	3	0.025	0.025	3	0.019	0.021
4	0.108	0.106	4	0.141	0.143	4	0.059	0.059	4	0.040	0.041
5	0.156	0.150	5	0.180	0.184	5	0.085	0.080	5	0.057	0.058
6	0.188	0.182	6	0.273	0.264	6	0.102	0.100	6	0.062	0.059