

543.53.062: 546.21
放射化分析法による各種粉体試料および鋼の抽出分離残渣中の酸素定量について
(速中性子放射化分析法による酸素定量に関する検討-I)

神戸製鋼所 中央研究所

松村哲夫

○長田 範人

理・工 成田貴一

1. 緒 言

従来の金属中酸素分析法における分析対象は塊状あるいは粉体試料で、分析適用範囲は0.0005~1%程度であった。したがって装置も、そのように設計され数%~数10%の酸素の含有が予想される酸化物粉、抽出分離残渣などには適用しがたい点があった。本研究はこれらの試料を対象とし、微量試料(5~100mg)で分析可能な方法を確立したので報告する。

2. 実験方法

ステンレス製の試料封入カプセル(外径12.5mmφ×10mmℓ, 内容積0.25mℓ)を考案し、これに所定量の試料を封入して、一般展伸材などの分析法に順じて分析をおこなう。

3. 結 果

検量線の作成は、あらかじめX線回析、蛍光X線分析などにより不純物元素含有量、形態を明確にした高純度試薬 Al_2O_3 , Fe_2O_3 , ZrO_2 , MnO を使用し、図1に示す結果を得た。 Al_2O_3 (X線回析結果は $Al_2O(OH)_2$ の形であった)による検量線が若干高目の傾向を示し、これは Al の影響(Al の生成核種の半減期がかなり長いこと、誘導放射能が大きいこと)により ^{60}Co 計数値に加算され測定されたものである。他はいずれも同程度のもので分析精度内で満足すべきものである。この検量線から各種試料の分析値を求めたのが表1である。溶製試料のFe-X-N系は純鉄に微量(0.1~1%)の金属元素 Al , Cr , Nb , Ti , V , Si , B , Mn などを投入し、大気中で溶製した鋼塊の(1+1)HCl処理残渣で、また鉄粉末は当社の粉末冶金用高密度アトマイズ鉄粉である。これらの結果から本法による分析値は、計算値あるいは不活性雰囲気融解分析法(IGF)と比較した場合、良好で有意差検定しても有意差のないものであることがわかった。

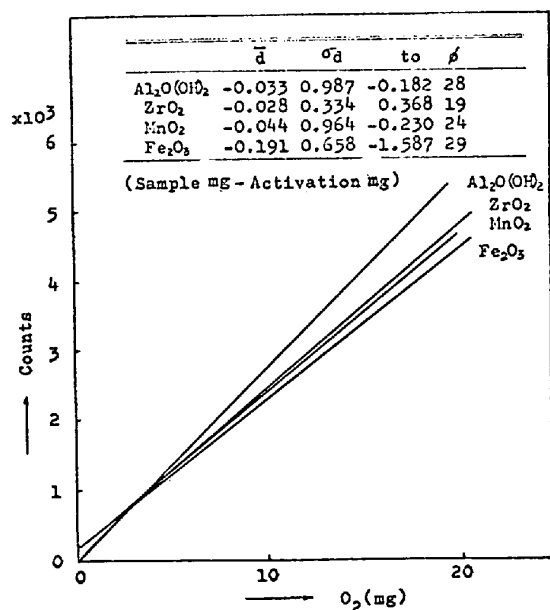


図 1

Analytical curves constructed by using oxide
(Table in this figure shows the error of the curves)

表 1 Typical activation analyses(%)
(Sample taken:5-50mg)

| (1+1)HCl treated residue | | | Reagent | Iron Powder | |
|--------------------------|-------|----------|---------|-------------|-----------------|
| Tertiary alloy | Steel | | | | |
| Fe-Al-N | 15.3 | SKH-9 | 1.85 | FeO* 24.1 | No.1 0.62(0.68) |
| Fe-Cr-N | 17.7 | Pig iron | 29.6 | MnO* 23.7 | 2 0.96(0.95) |
| Fe-Nb-N | 19.3 | S-steel | 9.42 | MnO* 21.9 | 3 1.32(1.24) |
| Fe-Ti-N | 21.6 | S-steel | 0.87 | FeS 0.60 | 4 0.79(0.82) |
| Fe-V-N | 12.6 | S-steel | 4.33 | MnS 0.42 | 5 1.15(1.26) |
| Fe-Si-N | 24.9 | S-steel | 2.79 | Mn 0.91 | 6 1.78(1.65) |
| Fe-B-N | 23.2 | | | Mn 0.74 | 7 0.78(0.89) |
| Fe-Mn-N | 4.49 | | | | 8 1.20(1.20) |
| | | | | | 9 1.34(1.40) |
| | | | | | 10 0.75(0.85) |
| | | | | | .11 1.15(1.28) |

* Theoretical value, FeO:22.3, MnO:22.6
** Inert gas fusion method