

(347) けい光X線分析による鋼中非金属介在物の定量法 (鋼中非金属介在物分析法の機器化に関する研究-I)

榑 神戸製鋼所 中央研究所 成田貴一 原 寛

宮本 醇 五藤 武 ○山本浩太郎

I 緒 言：鋼中非金属介在物（以下介在物と記す）は鋼の品質と重要な関連をもち、その析出形態、分布、析出量を知ることは鋼の諸性質ならびに合金元素の影響などを知る上できわめて重要である。一般に抽出した介在物の構成成分の定量には吸光光度法が用いられている。ところが最近、機器分析計の微量分析化学への適用が非常に進歩し、分析法の機器化、合理化にその真価を発揮している。

本研究においては、介在物分析法の研究の一環として、けい光X線分析法を介在物分析の定量手段として適用することを考え、鋼中より抽出した介在物をフィルター上へ捕集して直接けい光X線によつて定量する方法について基本的な検討を加えた。

II 実験方法：本研究に適用した介在物の抽出法は温硝酸法とヨウ素メタノール法の2法である。鋼試料を適当量採取し温硝酸法あるいはヨウ素メタノール法で介在物を抽出する。温硝酸法の場合に析出するシリカゲルはアルカリ処理で除去し残渣をメンブランフィルター(MF30、0.2 μ)上へ捕集する。ヨウ素メタノール法の場合は同時に抽出される無定形炭素を灰化して除去し、以後同様にフィルター上へ捕集する。フィルター上へ捕集した残渣は充分乾燥させてけい光X線測定用の保持台に固定し測定供試料とする。測定の対象とした元素はSi、Al、Fe、Mn、Crの5元素であり、使用した装置はFluorprint MK-II (Higler & Watts)出力は1kWで測定は50kV-20mAで行なつた。

III 実験結果、考察：鋼中より抽出した残渣をフィルター上へ捕集して直接けい光X線分析を行なうため各種の酸やアルカリ等に対するフィルターの表面性状の変化が問題となる。そこで走査電顕を用いてフィルターの表面性状を調べたところメンブランフィルターが各種の酸、アルカリに対して変化が少なくもつとも良好であつた。

ヨウ素メタノール法の場合は同時に抽出される無定形炭素がけい光X線測定において吸収などの妨害をあたえるので灰化して除去することにした。灰化操作は400 $^{\circ}$ C以下で行なえばけい光X線強度のバラツキが少なく精度よく測定できることが判明した。共存元素の影響については、Si、Alに対してFe、Mn、Crが吸収などの妨害を与えるが、単純系試料で検討したところSi、Alの定量範囲が50 γ 以上であれば(Fe+Mn)の共存量が1000 γ までは影響のないことがわかつた。したがつて温硝酸法を適用する通常のサント分析においては共存元素の影響を考慮する必要はない。しかし、ヨウ素メタノール法の場合には比較的不安定なFeOやMnOが多量に抽出されるため補正を行なう必要がある。検量線の作成は実際の鋼試料より抽出した残渣を用いて作成し同時にガラスビード試料を規準化試料として分析計の変動の補正と検量線の精度を保つた。検量線の1例を図1に、実用鋼中の残渣成分定量分析への適用例を表1に示す。

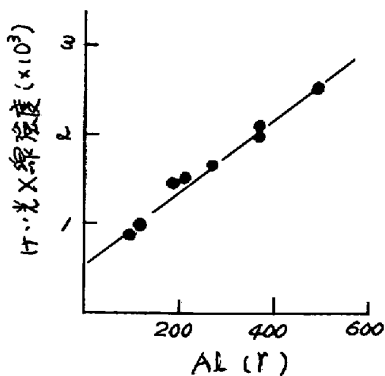


図1 検量線の1例

第1表 化学分析とけい光X線分析による酸化物系介在物定量結果

キルド鋼 温硝酸法		AW-11	AW-12	AW-13	AW-14	AW-15	\bar{d}	σd
分析値%	chem	0.0068	0.0082	0.0081	0.0093	0.0098	0.0004	0.0009
	F.X.	0.0068	0.0073	0.0094	0.0101	0.0104		
分析値%	chem	KC-1	KC-2	KC-3	KC-4	KC-5	\bar{d}	σd
	F.X.	0.0067	0.0049	0.0060	0.0053	0.0054		
		0.0068	0.0048	0.0051	0.0061	0.0053	-0.0004	0.0004