

(335)

## 機器分析における硫黄快削鋼中の硫黄定量の問題点

川崎製鉄㈱ 水島製鉄所 工博 遠藤芳秀 ○杉原孝志  
甲斐梶朗

1. 緒言 機器分析において鋼中介在物の存在はその形態により、スペクトル強度に種々の影響を与える。著者らは硫黄快削鋼のSの定量を例にとり、硫化物系介在物の形態が蛍光X線強度、発光強度に及ぼす影響とその対策について考察した。

## 2. 実験および考察

2.1 蛍光X線分析：硫黄快削鋼のSを蛍光X線で分析したところ、S含有量がほぼ同じであるにもかかわらず、試料によつてSの蛍光X線強度に著しい差が生じ、その強度は2つのグループに分かれた。

図1に2つのグループのS含有率とX線強度との関係を示す。そのため共存元素を調べたところ、1つのグループにはAlが約0.3%含有され、他のグループには共存していないことがわかった。その他の元素はほぼ類似の組成であつた。そこでSに対するAlの影響を調べたところ、スペクトル線の重なり、あるいは吸収励起効果のないことがわかり、Alの影響でないことを確認した。

次に、硫化物形態による差が懸念されたので、顕微鏡による観察を行った。その結果を写真1に示す。写真Aに代表されるものはS含有量が同じにもかかわらず、X線強度が写真Bより高いことからX線強度に差を生じたのは明らかに硫化物形態によるものである。

この影響低減のため試料を切削後、デグサ焰<sup>1)</sup>でAr-Arc溶解し試料を再調製したがその効果はみられなかつた。蛍光X線強度に影響する硫化物の形態は試料の凝固過程に起因される。Alの添加もその効果の一つであり、検量線を一元化するためには試料の履歴を同一にする必要がある。

2.2 発光分光分析：発光分析では介在物の界面に選択放電して発光強度に影響を与えることは $Al_2O_3$ 等介在物<sup>2)</sup>の例でよく知られている。硫黄快削鋼のSを定量するときも同様の現象を生じ、精度が著しく悪くなる。写真A; Bに代表される介在物の粒径の相違は図2に示すI-t曲線の相違で示される。写真Aに示すグループは矢印に示すデスタイムが長い。しかし図に示すように予備放電時間を40 secとすれば発光強度が安定し、検量線が一元化できる。

2.3 分析結果：硫黄快削鋼中のSの定量を蛍光X線分析、発光分光分析で行つた場合、 $\bar{x} = 0.30\%$ で前者は $\sigma = 0.004\%$ 、後者は $\sigma = 0.006\%$ となつた。蛍光X線分析ではAlが含有しているときと、含有していないときの二種類の検量線を用いた。

## 3. 参考文献

- 1) 遠藤ほか；鉄と鋼，55(1969)13, P1270  
2) 佐藤ほか；鉄と鋼，64(1978)4, S363

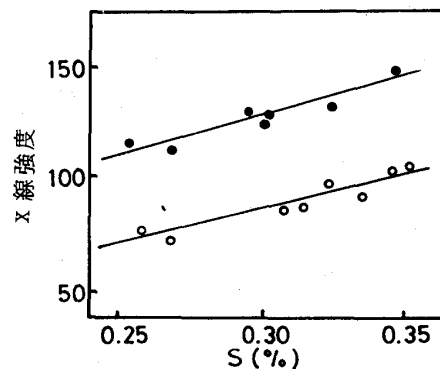


図1・S含有率とX線強度の関係

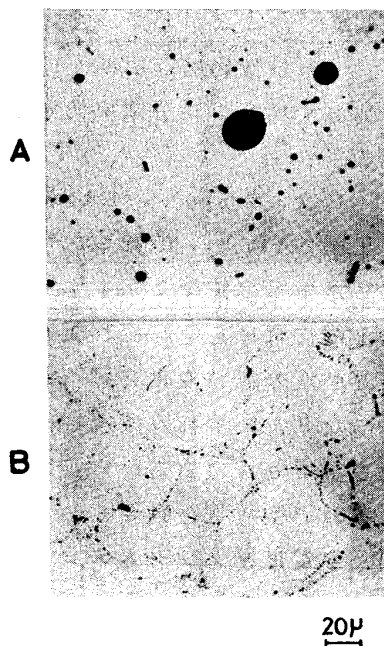


写真1 硫化物の形態

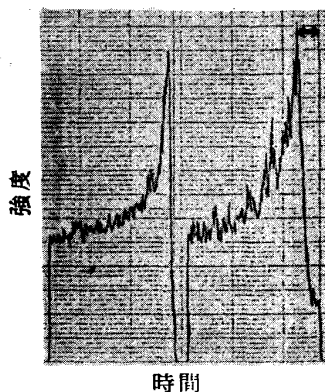


図2 SのI-t曲線