

(362) 蛍光X線分析による鋼中微量アルミニウム定量法の検討

大同特殊鋼(株) 研究開発本部 伊藤六仁 佐藤昭喜
○成田正尚

1. 緒言

製鋼過程での微量アルミニウムの迅速分析は、重要な分析の一つである。従来、蛍光X線分析法による微量アルミニウムの定量は、酸化物系介在物による試料内偏在のため、正確度が悪く定量の困難な元素の一つであった。⁽¹⁾ 本報告は、この酸化物系介在物(酸不溶性アルミニウム)を低減する試料採取法を確立し、蛍光X線分析での鋼中微量アルミニウム分析の正確度も向上させ実用化を計ったものである。

2. 装置および測定条件

装置は理学電機製、蛍光X線分析装置 サイマルチェックスIV-B型を使用し、その測定条件は表1に示すとおりである。

表1 測定条件

X線管	Rh 3KW	検出器	F-PC
X線出力	50KV/50mA	P.H.A.	ディフレンシャル
分析径	30mmφ	積分時間	40秒
スペクトル線	Al Kα	スピナー	30 r.p.m.
分光結晶	EDDT		

3. 検討内容

- (1) 試料分析面の研磨にCC系研磨ベルト60番と120番を使用し、研磨粗度による分析誤差を比較した結果、60番での研磨の方が良好であった。
- (2) 全アルミニウム含有率が同量でも、酸不溶性アルミニウムの含有率が多い試料は、少ない試料に比べX線強度が高値となり、それら試料の全アルミニウム含有率とX線強度との相関は悪い。(図1)
- (3) 分析試料中の酸不溶性アルミニウム含有率を低減するため、溶鋼から分析試料採取時に各種脱酸剤を添加し、比較した結果、フェロジルコニウム(ジルコニウム約80%)の粗粒を溶鋼重量の0.5%相当量添加することにより、酸不溶性アルミニウム含有率を0.002%以下にすることが出来た。なお、フェロジルコニウム添加有無により全アルミニウムおよび酸素含有率には差がなかった。
- (4) ステンレス鋼の場合、スペクトル線の重なりとしてCr Kβの補正を行う必要があり、その I_j 値は0.0009であった。
- (5) 本法による精度・正確度は表2に示すとおりであり、化学分析法の精度と同程度であった。

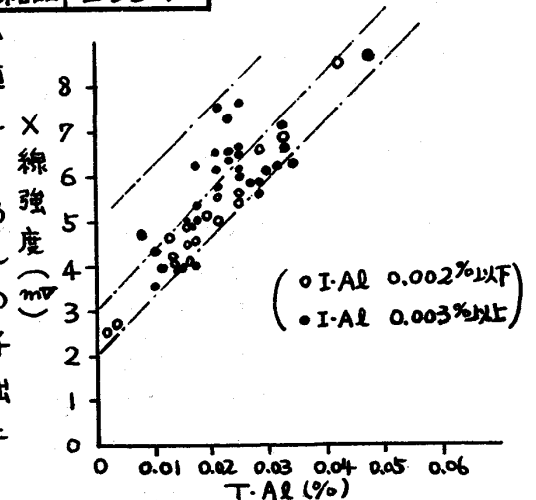


図1 T-Al含有率とX線強度との関係

表2 精度・正確度

単純くり返し 精度 (n=10)		正 確 度				
T-Al%	σ %	鋼種	範囲%	n	平均%	σ d%
0.005	0.0007	低合金 鋼	0.001 ~0.050	22	0.020	0.0024
0.027	0.0010					
0.16	0.0019	ステンレス 鋼	0.001 ~0.050	17	0.011	0.0023

4. まとめ

蛍光X線分析法による鋼中微量アルミニウムを分析する場合、酸不溶性アルミニウム含有率が多いと正確度が悪くなる。このため分析試料採取時に少量のフェロジルコニウムを添加し、酸不溶性アルミニウム含有率の低減化を計り、良好な正確度を得、日常分析に適用した。

参考文献 (1) 日本工業規格 JIS G 1204-1978 鉄及び鋼のけい光X線分析法通則