

(363) X線分光法によるAl系化合物の形態別定量法

川崎製鉄(株) 技研 ○大橋善治 角山浩三 森本一三
安部忠広 針間矢宣一

1. 緒言 鋼の諸性質の解明が進むにつれて、鋼中の介在物分析はますます重要視されるようになり、信頼できる介在物の形態別定量法の開発が望まれている。著者らはX線スペクトルにおける化学シフトを用いて、鋼中の介在物を直接形態別定量すべく検討を行ってきたが、現在のところ、まったく分離せずに定量することは困難である。そこでまず一次分離した残さの測定を前提としてX線スペクトルによる形態別定量の可能性を検討した。測定の対象はAlN-Al₂O₃の二元系混合物とした。

2. 粉末標準試料による検討結果 混合に用いた標準試料は、セラック社製AlN粉末と、和光純薬製特級Al₂O₃粉末である。粉砕・混合は、メノウ乳鉢を用いて行った。測定はコンピュータコントロール式のX線マイクロアナライザ¹⁾を使用した。測定はAl_{Kβ}領域を0.001Åおきに5回測定し、その積算値を用いている。測定日を変えた時の波長位置再現性は0.0005Å以下であった。図-1にAlN, Al₂O₃の単体の K_{β} スペクトルを示す。 K_{β} 線は両者で大きく異なり、形態別定量に利用できようであるが、 K_{β} の長波長側にある K_{β}' 線はより顕著な差が認められる。 K_{β}' 線の帰属については、現在ではN又はOの2s電子軌道とAl 1s電子軌道との間の遷移によるものとされている²⁾。従って K_{β}' 線は形態別定量に最も有効に利用できるものと考えられ、以下このピークを利用することとした。

次に混合物からのピークの分離法について検討した。得られたデータは、測定波長間のスペクトルの積分値が1になるように規格化して用いた。すなわち、Al₂O₃及びAlN単体からの規格化されたスペクトルをそれぞれF(x), G(x)とし、またAl₂O₃:AlN=α:1-αの割合で混合した試料からの規格化スペクトルをH(x)とすると、三者の間に次のような関係が成立する。ここでCは、単体Al₂O₃, AlNに関する物理

$$H(x) = \frac{1}{1 + \frac{1-\alpha}{\alpha C}} F(x) + \frac{1}{1 + \frac{\alpha}{1-\alpha}} G(x) \quad (1)$$

定数であり、αに依存しない。(1)式のF(x)とG(x)の係数の和は1となることから、実際の手順としてはH(x)=AF(x)+(1-A)G(x)という関係が全波長域にわたって成立するAを求めれば、それからαが決定されることになる。このAとαの関係を、Cを変えて求めたものが図-2である。実際にAl₂O₃とAlNを種々混合してAとαの関係を求めたところ、C=0.6のグラフと最も良く一致した。

3. 鋼中のAl系介在物の分析結果 以上のようにして求められた検量線を用いて、実際の鋼から抽出された介在物中のAlの形態別定量を行った。試料は、低炭Alキルド鋼板、及び当社溶成のFe-0.03Al合金である。抽出は、10%AA×71-1ル電解液中で電解抽出することによって行ない、さらにこれを4%SA×71-1ル溶液中に室温で17h浸漬しセメントタイトを溶解させたものを試料として用いた。残渣は、3mmより小さく取り、2mmにプレスして測定した。結果は、10%以内の誤差で化学分析値と一致した。

参考文献

- 1) 安部 他; 鉄と鋼 63 (1977) S235
- 2) J. A. Tossell; Geochim. Cosmochim. Acta, 37 (1973) 583

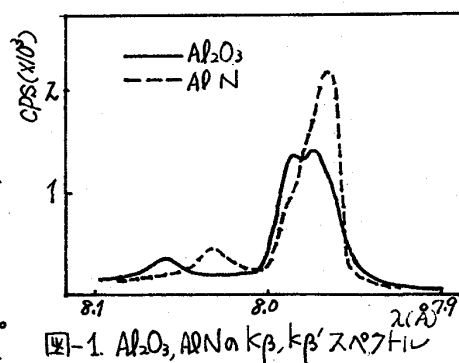
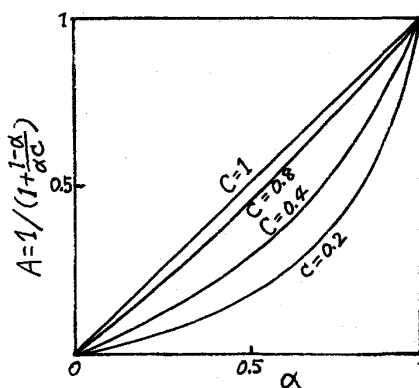
図-1 Al₂O₃, AlNの K_{β} , K_{β}' スペクトル

図-2 Cを変えた時のαとAの関係