ノ ー ト

スラグ中に存在する SiC のけい光 X 線分析

五十崎徳夫・朝井博一・高井一男

株式会社神戸製鋼所尼崎製鉄所 尼崎市大浜町2丁目23 (〒660)

(1974年1月7日受理)

X-Ray Fluorescent Determination of SiC in Slag

Tokuo IKAZAKI, Hirokazu ASAI, and Kazuo TAKAI

Kobe, Steel Ltd., Amagasaki Works
2-23 Ohamamachi, Amagasaki 660

(Received January 7, 1974)

1. ま え が き

低周波炉で合金鉄を溶解する際、生成したスラグが炉壁に付着し、ライニングを侵食する原因となっている。この原因究明にスラグの成分を知る必要性が生じたが、従来の化学分析では時間的な制約から、現場の要望に答えることができなかった。そこでつぎのごとく

- 1) けい光 X 線分析装置の応用範囲の拡大
- 2) 化学反応を利用した SiC の分離
- 3) ガラスビード法の活用

の三者の長所を融合して、正確度、迅速性ともに満足すべき結果を得たので報告する。

2. 装置ならびに分析条件

実験は島津 V X Q-103A 型けい光 X 線分析装置で行なった。その概要はつぎの Table I のとおりである。

3. 実 験

低周波炉に付着したスラグは、通常 SiC, total Fe, total Si, CaO, Al_2O_3 などを定量するが、この中で SiC は特に重要な成分となっている。

炭化けい素の分析方法については、TIS-R6124—(1970)、炭化けい素研削材の化学分析方法によって、全

* JIS-G-1312 フェロシリコンの Si 分析における、フッ化水素酸処理における、けい素の揮散とおなじと考えられる。

Table I. Analytical condition.

Element	Crystal	Spectral line (Å)	X-ray path
Si	4" EDT	K α 7.126	vac
Fe	4" LiF	" 1.937	"
Ca	4" LiF	" 3.360	"
Al	4" EDT	" 8.339	"
X-ray tube : Rh target, 40 kV, 70 mA			
Spinner : 24 r.p.m.			
Integration time: 20 sec.			

炭素量から遊離炭素量を差し引き、係数を乗じて炭化けい素量を求めることになっており、直接的に定量の規定はない。

われわれは定量の簡素化をはかるため、スラグ試料の他成分を酸で溶解させ、酸に不溶である SiC の取り出しをはかった。すなわち

- 1) 試料に HCl と HNO₃ を加えて溶解する。
- 2) HF を添加して可溶性の Si を SiF₄* などとして揮散させる。
- 3) HClO₄ を加えて白煙処理する。
- 4) 5 B の口紙にて口過洗浄する。
- 5) 乾燥後口紙を白金るつばに入れ、強熱灰化する。

この灰化した残さが SiC である。こそここの白金るつば中に無水ホウ酸ナトリウム 15 g を加えて、よく混

合し約 1000°C の電気炉中で融解する。

融剤のみは早く溶け、その流動性はよくなるが SiC は融解に時間がかかる。そこで 5 分ごとに白金るつぽを電気炉中より取り出し、よく振りまぜるように振動を与えて融解をたすける。

白金るつぽで融解中に SiC の炭素が火花様に光るが、これが出なくなったときを完全に溶解したものと考え、さらに約 5 分間強熱をつづける。

融解が完了したならば、白金るつぽの内容物を約 350°C に保ってある黒鉛鋳型に流し込み、約 20 分をかけて徐冷する。出来あがったものが俗に、ガラスビードと称しているもので、近時けい光 X 線分析に各所で応用され、その報文¹⁻³⁾も多い。このガラスビード法を応用した、SiC の定量結果は Fig. 1 の検量線 (SiC% = 0.0695 x - 1.80) であり、化学分析値に対する標準偏差は Table II のとおりである。

Table II. Data on the accuracy of the method

Element	SiC
Range	0.45~11.36%
$\bar{d}$	+0.011%
σ_d	0.096%

$\bar{d}$: mean difference between the X-ray and chemical values.

σ_d : standard deviation of the differences between the X-ray and chemical values.

4. あ と が き

SiC の分析について、今回の検討のごとく、三者の長所をお互に活かして、従来の化学分析では約 15H を要していたが、約 3 H と大幅に短縮することが実現し、生

Fig. 1 Calibration curve for SiC

産工程へのアクションが早くなった。

ガラスビード法の利点を活用した一つの例であり今後その応用範囲を拡大したいと思う。

文 献

- 1) 水野, 松村, 小谷, 五藤: 日本金属学会誌 **31**, 1186 (1967).
- 2) 新見, 猪熊, 井上: 住友金属 **23**, 539 (1971).
- 3) 松村, 諸岡, 小谷, 五藤: 鉄と鋼 **59**, 1159 (1973).