

蛍光 X 線分析法による精錬スラグのオンサイト迅速分析技術

O - a d A a S a S a g F c - a A a

横石 規子 スチール スチール研究所 分析・物性研究部 主任研究員(課長)
 佐藤 重臣 テクノリサーチ 分析・評価事業部 福山事業所営業・技術グループ 主査(副部長)

ラーを溶融スラグへ挿入することにより、サンプラー表面で固化したスラグを採取することができる。急冷固化したスラグ試料はサンプラー接触面を直接蛍光

。 以内で 1%以下の元素の分析を可能とした。これらの開発により、従来分析室へ送付して 40 以上を要していたスラグ分析が、機側において数分で可能となった。開発法は西日本製鉄所(福山)および東日本製鉄所(千葉)において実用化した。このスラグ組成オンサイト迅速分析技術は厳しい品質要求に対応するための分析法として活用できるものである。

Abstract:

近年、溶鋼の清浄化、介在物の形態制御などの厳しい品質要求に対応するため、スラグ組成を正確にコントロールすることが不可欠となっている。そのため、精錬工程においてスラグ組成を迅速に把握することが重要となってきた。従来スラグ分析には、試料をホウ酸ナトリウムとともに溶融してガラス化し蛍光 X 線分析するガラスビード法や、試料を粉碎後プレス成型して蛍光 X 線分析するブリケット法がある¹⁾。しかし、これらの試料調製は、試料を分析室へ送付して行うために 30 以上を要し、操業への迅速なフィードバックは困難であった。そこで、スラグをオンサイトで迅速に分析する手段として、溶融スラグを角柱状のサンプラーでサンプリングし、機側で直ちに蛍光 X 線分析

1. 緒言

近年、溶鋼の清浄化、介在物の形態制御などの厳しい品質要求に対応するため、スラグ組成を正確にコントロールすることが不可欠となっている。そのため、精錬工程においてスラグ組成を迅速に把握することが重要となってきた。

従来スラグ分析には、試料をホウ酸ナトリウムとともに溶融してガラス化し蛍光 X 線分析するガラスビード法や、試料を粉碎後プレス成型して蛍光 X 線分析するブリケット法がある¹⁾。しかし、これらの試料調製は、試料を分析室へ送付して行うために 30 以上を要し、操業への迅速なフィードバックは困難であった。そこで、スラグをオンサイトで迅速に分析する手段として、溶融スラグを角柱状のサンプラーでサンプリングし、機側で直ちに蛍光 X 線分析

する手法を開発して実用化した。ここでは、西日本製鉄所(福山)、東日本製鉄所(千葉)のそれぞれで開発した 2 つの方式²⁾について紹介する。

2. エネルギー分散型蛍光 X 線分析装置を用いた迅速分析法開発

2.1 開発の考え方

鉄鋼生産現場で汎用的に使用される蛍光 X 線分析装置は分光結晶を用いる波長分散型(

以下)の装置では形状の影響が少ないため

),分

あることから、各サンプラーにより採取されたスラグ片のバックグラウンド相当濃度(以下)を算出してサンプラーによる分析面の汚染度を評価した。その結果、鋼製サンプラーにより採取したスラグ片ではバックグラウンド相当濃度は0.01%であり、ステンレス鋼製の場合の0.10%、ニッケル製の場合の0.01%と比較して高値ではあったが、校正に実試料を用いることで分析結果への影響は十分解消できるレベルであることを確認した。

2.3.2 サンプラー体積の検討

均一性・代表性の良好なスラグサンプルを得るには、サンプラーの脱熱作用に影響するサンプラーの体積も重要と考えられる。そこで、サンプラー体積が試料組成の代表性に与える影響について検討した。指標としてサンプラー角柱部分の表面積(S)と体積(V)の比を用い、V/Sの異なるサンプラー(材質は炭素鋼製)を用いて検討した。

ガラスビード法による結果と比較して、V/Sの異なるサンプラーの組成の代表性を評価した結果を表3に示す。V/Sを

1.1, 0.5, 0.25, 0.125とした場合、分析結果のばらつきはV/Sが0.125のサンプラーで最も小さく、V/Sが1.1のサンプラーで最も大きくなる傾向が確認された。

く、スラグ片とホルダーが点接触をしていることによりホルダー駆動時に試料が動きやすいという問題があった。これを解消するために、Fig. 7(c) に示すホルダーを作製した。エッジ凸部を吸収するため、分析孔周囲に凹部を設け、さらにスラグ片を弾力性のあるリングで保持するようにしたものである。これにより分析面を基準面に合わせやすくなり、また試料の位置安定性を向上させることができた。さらに、スラグ片を保持したホルダー全体を毎分 30 回転で回転させる機構を組み込み、分光器の方向性による誤差を軽減するようにした。オペレーターは分析面を下にしたスラグ片をホルダー中心に置いてスタートボタンを押すだけの操作で済むため、オンサイト用装置としても操作容易な方法となっている。

3.3.2 開発装置の概要

Fig. 8 にオンサイト分析用に開発した装置の本体構成を示す。また Fig. 9 に試料室へのスラグサンプルをセットした状態の写真を示した。本装置の特長をまとめると以下のとおりである。

- (1) 下面照射で装置を小型化し、試料セットも簡便化
- (2) オイル循環冷却型小型線管球により冷却水不要
- (3) 波長分散型装置のため液体窒素も不要
- (4) ガス封入型の検出器採用のためガスも不要
- (5) 大型試料ホルダーを採用し、不定形試料にも対応
- (6) 強力な排気系により、試料室排気が 30 分で可能

開発装置における定常条件は、線管球、0.4 mA, 0.05 kV 積算とした。照射面積は 10 mm ϕ である。スラグ試料セットから約 30 分で測定可能な真空に達し、0.1 分積算してから出力され、試料が排出される。分析時間は、試料セットから結果出力まで約 1 分で可能とした。

3.4 VOD スラグ分析への適用

装置精度の確認のため、試料セットし直しを含む繰り返し測定による測定精度を調査した。井原の介二

蛍光 X 線分析法による精錬スラグのオンサイト迅速分析技術景 醜景