

(50) 546.22  
**蛍光 X線分析法による銑鉄および鋼中の P および S の定量分析**

理学電機工業 63240

○新井智也・吉川 進・森 正道  
 円山秀雄・高見艇二

**Determination of P and S in Steel and Pig Iron by X-Ray Fluorescence Analysis.**

1355-1356  
 Tomoya ARAI, Susumu YOSHIKAWA,  
 Masamichi MORI, Hideo MARUYAMA,  
 and Teiji TAKAMI.

**I. 緒 言**

蛍光 X線分析法の鉄鋼分野における利用は広い範囲にわたっており、すでに多くの報告が行なわれている。今回は、特に一次 X線源として Cr 対陰極の X線管球を使用し、従来 W 対陰極においては不可能であった。銑鉄および鋼中の S および P について定量分析を行なったのでここに結果を報告する。

**II. 装置、試料および測定条件**

装置は理学電機工業製の蛍光 X線分析装置 Geiger flex Spectrometer を使用した。

X線通路	真空
X線管	Machleff社製 OEG-50-G Cr 対陰極 -40KVP 40mA
分光結晶	EDDT平板型
光学系	Soller slit [主] 0.45×100mm [補] 0.45×30mm
計数管	ガスフロー型比例計数管
測定方法	3mn間の定時計数法
ゴニオメーター角度	最大強度位置で測定し Back ground の補正はしていない。
波高分析器	Differential 方式
スペクトル	Baseline pulse height channel width
P-K $\alpha$	16V 26V 20V
S-K $\alpha$	19V 34V 30V

試料は銑鉄および普通鋼で、分析値は化学分析値を採用し標準とした。大きさは約 40mm  $\phi$  10~20mm 厚さのものである。試料表面はベルトサンダーで仕上げた。耐熱鋼としては NBS 1184, 1185 および 1187 を使用した。

**III. 測定結果**

1. S について

S-K $\alpha$  スペクトルおよび Mo-L $\alpha_1$ , L $\beta_1$  の chart 記録を Fig. 1 に示す。Fe-K $\beta_1$  3次線は波高分析器で取りきれなかつたものである Mo が微量ふくまれている場合にはスペクトルの重なりあいのために測定は不可能である。例として耐熱鋼の場合に実際にこのことを経験した。

検量線は Fig. 2 に示すごとくであるが、再現性に対し検量線の巾が大きい点の問題である。この点今後の検討が必要である。

2. 測定の場合の注意事項

(i) 耐熱鋼の測定の場合には① Mo-L $\alpha_1$  が S-K $\alpha$  に完全に重なる。②この場合反射の次数が同じである

ことから波高分析の効果は期待出来ない。③ Mo-L 系列の吸収端は Cr K 系列特性 X線群より長波長側にあることから励起の条件が良いことなど以上から Mo の補正量の決定など複雑なことが予想される。一般的には不銑鋼、工具鋼の場合にあてはまる。

(ii) Co が含まれている場合には Co-K $\alpha$  3次線が重なるけれども波高分析器の設定に十分な注意をすれば解決できると思われる。しかしながら Co-K 吸収端

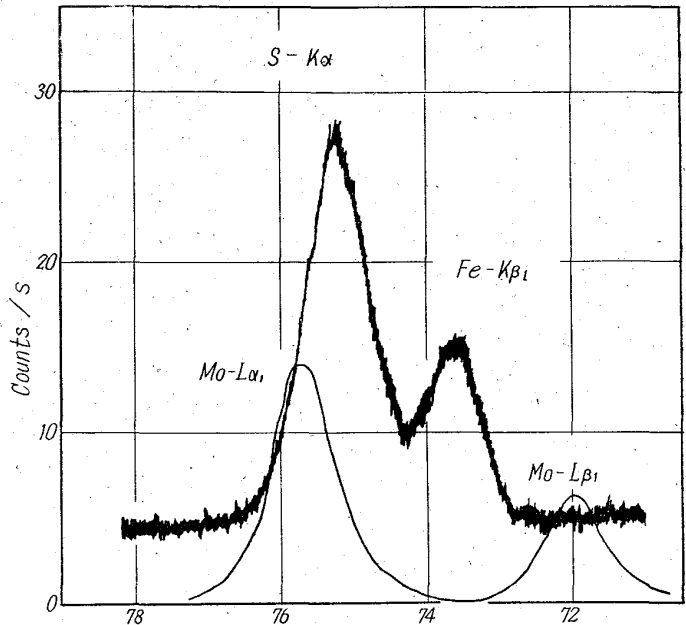


Fig. 1. S-K $\alpha$  in steel.

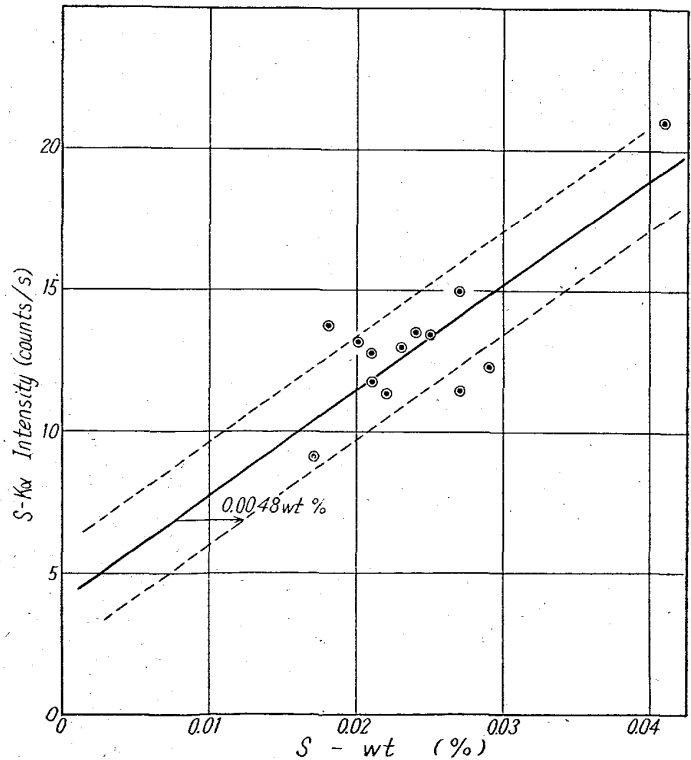


Fig. 2. Calibration curve of S in steel and pig iron.

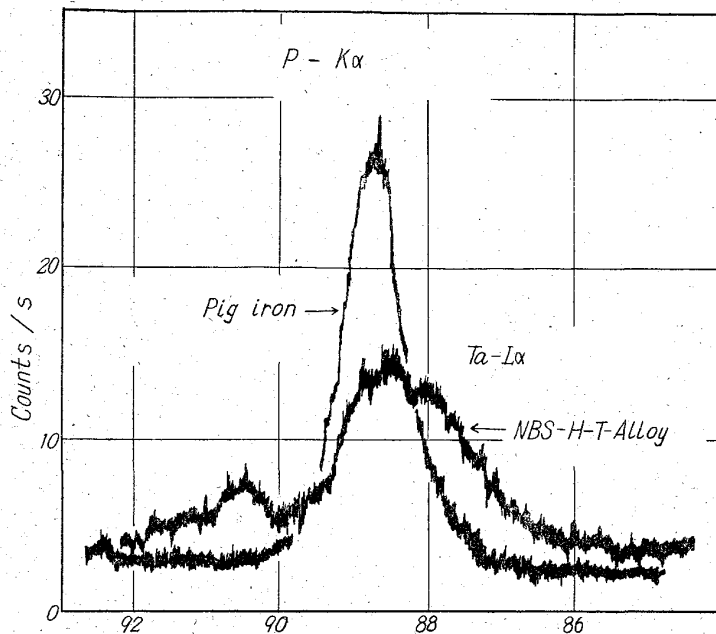


Fig. 3. P-K<sub>α</sub> in steel and pig iron NBS-high temperature alloy No. 1187.

は特性X線群に比べて短波長側にあることは測定上は具合の良いことである。

3. Pについて

P-K<sub>α</sub> スペクトルおよび耐熱鋼 NBS No. 1187 の chart 記録を Fig. 3 に示す。耐熱鋼には Ta が 0.04 wt% ふくまれているために Ta-L<sub>α1</sub> の4次線が現われている。波高分析器により強度は非常に低下しているが P-K<sub>α</sub> それ自体の強度が低いので無視出来ないものとなっている。Ta は不銹鋼にも微量ふくまれているようであるから、この問題の処理には前もって十分な調査が必要であると思われる。

検量線は Fig. 4 に示すごとくであるが、S と同じよ

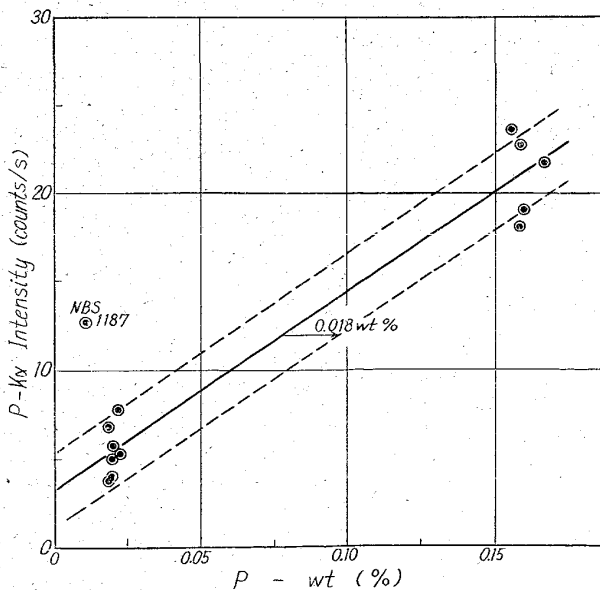


Fig. 4. Calibration curve of P in steel and pig iron.

うに再現性に対し検量線の巾が大きいことが問題である。

4. 測定の場合の注意事項

(i) Table 1 に示すように、Cu-K<sub>α</sub> 4次線と P-K<sub>α</sub> とは完全にスペクトルが重なる。この場合には①一般に Cu 含有量が少ないこと、②4次線であることから波高分析器の効果が十分に期待できること、③Cr 特性X線による励起が少ないなどのことから測定の障害にならないと思われる。

(ii) カルシウムシリコン (Ferro-Alloy) 中の P の測定の場合には① Cr K 系列特性 X 線群による Ca の励起条件が良いこと、② Ar-CH<sub>4</sub> 混合ガスの比例計数管を使用する場合には escape peak が生ずることから波高分布が複雑になり波高分析器の使い方に十分な配慮が必要である。しかしながら測定はできたとしてもかなり困難なものとなる。

(iii) 耐熱鋼を測定する場合は Fig. 3 において説明したとき問題があり、Fig. 4 中に NBS 1187 の測定点を示してあるが、これはその例である。一般的には Ta を既知量として (Ta-L<sub>α1</sub> の強度または含有量) 補正しなければ単純な検量線にはならない。

Table 1. X-ray spectrum

Analytical line	Interfering Line order	2θ (EDDT) degree
P-K <sub>α</sub>	Cr-K <sub>β1</sub> 3	90.49
	Ca-K <sub>β1</sub> 2	89.08
	Cu-K <sub>α</sub> 4	88.85
	Ta-L <sub>α1</sub> 4	87.45
S-K <sub>α</sub>	Ti-K <sub>α</sub> 2	77.29
	Mo-L <sub>α1</sub> 1	75.72
	Co-K <sub>α</sub> 3	75.18
	Fe-K <sub>β1</sub> 3	75.15
	Fe-K <sub>β1</sub> 3	73.52

543,422,8  
(51) 潜在標準法の概要

(潜在標準法による蛍光X線定量分析—I)

石川島播磨重工業技術研究所

工博○氏家信久・茂木淳一・小池田鶴子

General Review of the Intrinsic Standard Method. 6324/

(Fluorescence X-ray analysis on the intrinsic standard method—I)

Dr. Nobuhisa UJIYE, Jun-ichi MOGI and Tazuko KOIKE.

I. 緒

言 1356 ~ 1358

今日知られている蛍光X線定量分析法は、内部標準試料法および外部標準試料法に大別することができる。何れの方法でも、被験材において着目する元素は、その蛍光特性X線強度について、これとは独立した標準試料中