

(210)

Fluoroprint による炭素鋼, 低合金鋼のけい光X線分析

神戶製鋼所 中央研究所 水野知己 原 寛
 松村哲夫 小谷直美

I. 結 言, 低合金鋼の分析における機器化はこれまで発光分光分析によるものがおもであったが, けい光X線分析による分析法の検討を行なつたので, 精度, 正確度, 定量下限および, 迅速性などについて報告する。

II. 装 置, Hilger & Watts 社製 Fluoroprint MK-II を使用した。X線管球はフィリップス製 W 対陰極, 分光結晶には LiF, PE を用いた。

III. 測定条件, 各元素とも 50KV-20mA で励起し, スペクトル線は普通成分については K α 線を, 特殊成分については妨害のない範囲で最高強度の線を送んだ。分析時間は普通成分 30 秒とし, 微量元素では 1.5 ~ 6 分の計数時間をとった。

IV 標準試料, NBS および BAS 製鉄鋼標準試料を使用した。

V 実験結果および考察。

1) 普通成分, S, Si, P, Mn を標準試料として使用した。S, Si を基準試料としてこれとの強度比をとることによって各成分とも良好な検量線が得られた。Mn についてはとくに高い正確度を必要とする場合には Cr K β の重なりを補正を行なった。

2) 検量線の長期間安定の問題, S, Si, P, Mn の試料についての日内精度と 3 か月間にあたる日間精度を比較すると有意差は認められなかった。したがって Mn, Cu, Ni, Cr, Mo は変動率 1% 以下で, 軽元素の Si についても 2% 以下で長期的に安定していることがわかった。

3) Si 分析の問題点, Si については装置を連続して運転していると問題はないが, 連続運転をやめると Si については基準試料をたびたび入れて測定する必要がある。Si K α 線の分光には比較的膨張係数の大きい PE 結晶を使用しているため, このため温度変化の影響が大きく現われ, ピーク角度が時間の経過とともに移動した。この現象は冬期において著しく計数値が安定するには約 4 時間を要した。

4) 化学分析値との比較, 約 50 個の試料についての化学分析値との差の標準偏差は 0.025% 以下であった。

5) 日常分析における精度, 検量線が長期的に安定しているため, 日常分析では基準試料とチェック試料の 2 個だけで分析の管理を行なった。チェック試料の再現精度は 4% 以下であった。

6) 特殊成分, Nb, Zr, Pb, As, W, Ta, Sb, Co, Ti, Sn, Al について検討を行い, それぞれ良好な検量線が得られた。Ta K β については Nb K β , As K α には Pb L α の重なりがあるので補正を行なった。Pb は As を含まない試料では分析が可能である。

VI 結 言, けい光X線分析法を日常分析に適用し始めてから約 1 カ年を経過したが, 精度 4% 以下で化学分析ともよく一致する分析を迅速に実施している。低合金鋼中の普通成分, 7 元素を分析するのに約 10 分で分析値が得られる。鋼中の比較的微量の特殊成分についても検討を行なった。他の分析法にまさる迅速かつ精度の高い分析が可能となった。