

(250) 蛍光X線分析法による鋼板表面処理物付着量測定法

八幡製鉄(株) 東京研究所 神森大彦 河島磯志
○常盤憲司

1. 序 言 鋼板表面処理物付着量測定法として、従来から処理前と処理後との増加量および処理材はく離による減量を重量的に求める方法、はく離した処理材も化学分析する方法、マイクロメーター・顕微鏡・X線マイクロアナライザーおよびその他の物理的方法などが用いられてきた。蛍光X線分析法では表面処理層の元素の蛍光X線強度を測定するか、または母材元素の蛍光X線強度が表面処理層によりX線吸収を及ぼす割合を測定して鋼板表面処理材の厚みを求める方法が多数報告されている。本報告は線源にタングステン管球を、分光結晶にLiFを、検知器にシンチレーション計数管を使用して、鋼板表面処理材の成分元素の蛍光X線量を測定し、化学分析値既知の標準試料を用いて作成した検量線から亜鉛・クロム・銅・ニッケル・すす・鉛のめっき量およびクロム酸塩布量を定量する方法を確立した。この場合標準試料の選択および調製法に新たに工夫を加えた。その結果、化学分析法では表面のはく離に長時間を要し、多数の試料を短時間で処理することが困難であったところを、本法では数分で定量ができるようになったので報告する。

2. 実験経過 装置はNorelco 100 KV Constant X-Ray Spectrographを用い、タングステン管球、0.01インチのソーラースリット、LiF分光結晶を使用し、空気中で操作した。標準試料についてめっきした鋼板、試薬を塗布した鋼板、市販表面処理鋼板などを収集し、化学分析によって定量値を求め、これらの試料を用いて蛍光X線分析法の標準試料としての適応性を検討して使用した。定量操作：分析試料は66 r.p.m.の試料回転し、50 KV-30 mAあるいは50 KV-5 mAで励起したタングステン管球を線源とし、分析試料から発生した蛍光X線をLiF分光結晶によって分光し、シンチレーション計数管を用いて30秒の定時計数法でX線強度を測定し、対照試料によって強度比を求め、あらかじめ標準試料によって作成した検量線によって鋼板表面処理材の亜鉛・クロム・銅・ニッケル・すす・鉛の付着量を定量した。またクロム酸塩布鋼板についてはクロム付着量に偏析があるため、試料鋼板3枚を採取し、その表裏面の平均定量値を代表値とした。分析精度：くり返し測定精度(R)は各元素の標準試料から選んだ対照試料の5回のくり返し測定値の標準偏差(σ_m)とこの元素の検量線の勾配(α)から $R = \sigma_m / \alpha$ の式により求め、化学分析値と本法の定量値との比較精度は本法による表裏2面の平均定量値を求め、その試料を化学分析してその結果と比較した。

3. 結 言 蛍光X線分析法による表面処理鋼板表面の亜鉛・クロム・銅・ニッケル・すす・鉛のめっき量およびクロム酸塩布量の定量における標準試料の作り方に工夫を加えて迅速にして実用性のある方法を確立した。分析所要時間は日常作業において、従来からおこなっていた化学分析法では2〜3時間であったところを本法では数分間に短縮され、分析精度も満足すべき結果がえられた。