

## 鉄鋼標準試料委員会ニュース

No.11

## I 試料入庫状況

昭和 48 年 7 月中 機器分析用標準化シリーズ A

\*803-1 (ハマスレー), \*851-1 (焼結鉄)

\* 新製品

## II 技術解説

## 機器分析用標準試料解説

(ステンレス鋼シリーズ その2)

前回日本鉄鋼標準試料のステンレス鋼シリーズを用いたカントバック分析の例について述べたが、ひきつづいてこれを用いたけい光X線分析の一例について説明する。

測定に用いたけい光X線分析装置は島津 VXQ 120 型 (ロジウム管) でその励起条件は 40 kV・60mA である。分析操作は JIS G 1256-1973 鉄および鋼のけい光X線分析方法による。定量元素はけい素、マンガン、ニッケル、クロムの4元素とし、マンガンおよびクロムのみ補正定量法を適用し、けい素、およびニッケルは無補正法で定量した。このマンガンおよびクロムの補正定量法で補正計算に用いた総合吸収補正係数  $d_j$  は鉄共研鉄鋼分析部会の共同実験 (個別三元法による) の平均値を用いた。また  $MnK_{\alpha}$  線に対する  $CrK_{\beta}$  線の重なり補正係数  $l_j$  は使用装置について実測して 0.0016 とした。なお  $CrK_{\alpha}$  線に対する  $VK_{\beta}$  線の重なり補正は供試料中にバナジウムを含有するものがなかつたので省略した。用いた総合吸収補正係数  $d_j$  を表1に示す。

表1 総合吸収補正係数 ( $d_j$ )

$i \backslash j$	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Cu	Co	W	Nb	Ti
Mn	-0.0373	0.0046	—	0.0002	0.0010	0.0186	0.0127	-0.0051	0.0195	0.0153	0.0253
Cr	-0.0336	0.0086	0.0049	0.0038	—	0.0315	0.0001	0.0010	0.0335	0.0282	0.0436

定量操作の手順はつぎのとおりである。

i) 標準試料 JSS 650~655 のマンガンおよびクロムの標準値から上記補正係数を用いて基準値  $\hat{X}_i$  を計算する。その補正式はつぎによる。

$$\hat{X}_i = \frac{W_i + l_j \cdot W_j}{1 + \sum d_j \cdot W_j} \dots \dots \dots (1)$$

ここに  $\hat{X}_i$  は基準値、 $W_i$  は標準値、 $W_j$  は共存元素の含有率 (標準値でなくてもよい)。

ii) 各試料を測定してX線強度  $I_i$  を求める。

iii) マンガンおよびクロムについては  $I_i$  と  $\hat{X}_i$ 、けい素およびニッケルについては  $I_i$  と  $W_i$  との関係求めて検量線を作成する。

iv) 供試料の測定値から  $X_i$  または  $W_i$  を求める。  $X_i$  はつぎの補正式を用いて計算し補正定量値を求める。

$$\hat{W}_i = X_i (1 + \sum d_j \cdot W_j) - l_j \cdot W_j \dots \dots \dots (2)$$

ここに  $X_i$  は未補正定量値、 $\hat{W}_i$  は補正定量値とする。

つぎに本実験で供試料として用いた英国標準試料 (BAS), 米国標準試料 (NBS), および社内試料 (NAS) の組成を表2に示す。

表2 供試料組成

No	元素	元素 (%)										
		C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Cu	Co	W	Nb	Ti
BAS SS63	64	0.07	0.45	0.79	9.49	18.70	0.02	0.10	0.04			
	65	0.08	0.45	0.85	20.60	25.60		0.10				
	66	0.09	0.67	0.94	9.47	18.45	0.03	0.11	0.03			0.46
	67	0.08	0.51	0.81	9.48	17.60	2.43	0.11	0.06			
	68	0.08	0.50	0.87	9.52	17.80	0.04	0.10	0.03		1.02	
	69	0.16	1.42	1.59	9.33	18.50	0.03	0.10	0.04			
	70	0.18	0.35	0.38	0.40	16.35	0.02	0.06				
NBS D845	845		0.52	0.77	0.28	13.31	0.92	0.06		0.42		0.03
	847		0.37	0.23	13.26	23.72	0.06	0.19	0.06			0.02
NAS 251	251	0.07	0.60	1.64	8.87	18.70	0.25	0.15				
	046	0.06	0.58	1.93	12.27	17.31	2.54	0.10				

作成した検量線を図1~4に、定量結果を表3~4に示す。

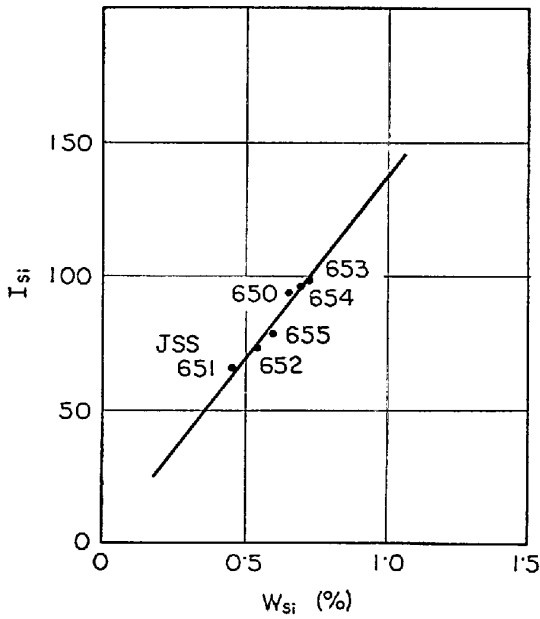
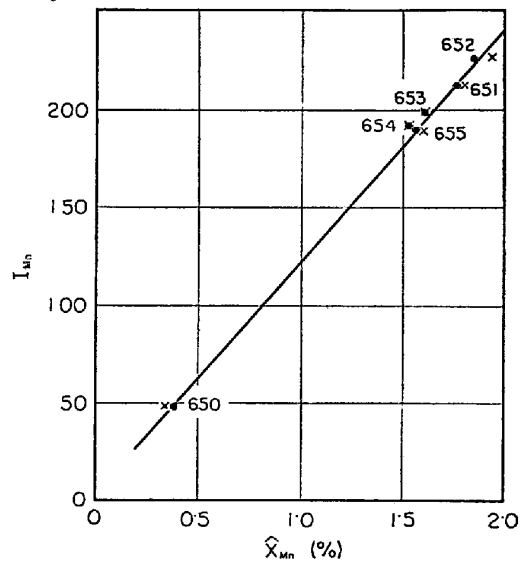


図1 Si 検量線 (無補正)



× 補正前  
• 無補正  
図2 Mn 補正 (平均値)

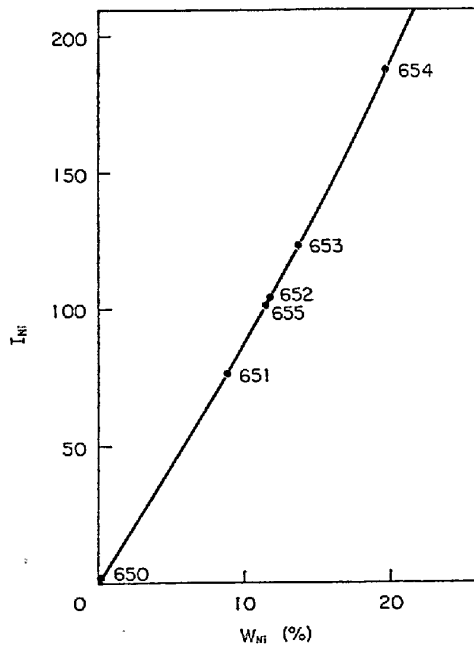
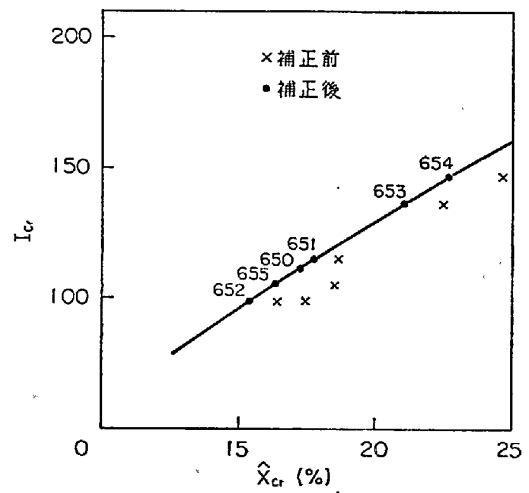


図3 Ni (無補正)



× 補正前  
• 補正後  
図4 Cr (補正)

表3 定量結果

試料	Si (%)			Mn (%)		
	標準値	定量値	$d$	標準値	定量値	$d$
BAS SS63	0.45	0.45	0	0.79	0.83	+0.04
64	0.45	0.44	-0.01	0.85	0.90	+0.05
65	0.67	0.64	-0.03	0.94	0.94	0
66	0.51	0.50	-0.01	0.81	0.86	+0.05
67	0.50	0.48	-0.02	0.87	0.90	+0.03
68	1.41	1.36	-0.06	1.59	1.62	+0.03
70	0.35	0.38	+0.03	0.38	0.39	+0.01
NBS D845	0.52	0.52	0	0.77	0.78	+0.01
847	0.37	0.38	+0.01	0.23	0.22	-0.01
NAS 251	0.60	0.62	+0.02	1.64	1.64	0
046	0.58	0.57	-0.01	1.93	1.94	+0.01
$\bar{d}$			-0.007			+0.020
$\sigma_d$			0.025			0.021

表4 定量結果

試料	Ni (%)			Cr (%)		
	標準値	定量値	$d$	標準値	定量値	$d$
BAS SS63	9.49	9.4	-0.09	18.70	18.6	-0.10
64	20.60	20.6	0	25.60	25.6	0
65	9.47	9.3	-0.17	18.45	18.4	-0.05
66	9.48	9.6	+0.12	17.60	17.6	0
67	9.52	9.3	-0.22	17.80	18.0	+0.20
68	9.33	9.3	-0.03	18.50	18.6	+0.10
70	0.40	0.4	0	16.35	16.4	+0.05
NBS D845	0.28	0.3	+0.02	13.31	13.2	-0.11
847	13.26	13.3	+0.04	23.72	23.7	-0.22
NAS 251	8.87	8.9	+0.03	18.70	18.7	0
046	12.27	12.3	+0.03	17.31	17.4	+0.09
$\bar{d}$			-0.024			-0.004
$\sigma_d$			0.098			0.115

以上のように概ね満足すべき結果が得られた。この場合ニッケルも補正定量法を適用すれば若干正確さの向上が期待できるが、一般のステンレス鋼のみの分析では必要性が少ないであろう。その他チタンやモリブデンなども補正定量法を適用すれば鋼種の異なる他の標準試料を併用して検量線を作成できるから定量することが可能である。