

669.017.15: 543.426: 543.088.6:

(205) 多元系合金のけい光X線分析のための  
新しい定量補正法新日本製鉄(株)基礎研究所 ○浜田 広樹・理博 佐藤公隆  
官崎武志・稲本 勇・松本龍太郎

## 1. 緒 言

Si, Ti, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Nb, Mo などの多元素が広範な含有率でマトリックス成分として存在する多元系合金をけい光X線分析する場合には、一元素毎の検量線方式では困難で、何らかの補正を行なうことによって多元素を同時に分析できることが望ましい。本研究では、多元系合金中のマトリックス成分分析の迅速処理を目的として、けい光X線分析の新しい定量補正法の検討を行なった。

## 2. 分析条件など

理学電機製真空形多元素同時けい光X線分析装置「サイマルテックス」により、X線管球(Rh), 管電圧(50KV), 管電流(60mA), マスク(15mmφ), 計数時間(20秒)の条件で測定した。分析元素は, Si, Ti, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Nb および Mo の9元素を対象とし, 標準試料として NBS, JSS, Inco.社製などの各種耐熱合金, 高合金鋼を用いた。

## 3. 新しい補正式および収斂操作

種々の補正方法について検討した結果, 経験的に次の関係式により補正できることを見出した。

$$W_i = I_i (1 + \sum \alpha_{ij} \cdot W_j) + W_i \sum \beta_{ij} \cdot W_j \quad (1)$$

ここで,  $W_i$ : 分析目的元素の補正定量値,  $W_j$ : 共存元素の化学分析値,  $I_i$ : 分析目的元素のけい光X線強度,  $\alpha_{ij}, \beta_{ij}$ : 分析目的元素(i)に対する他共存元素(j)の補正係数である。

この補正式(1)から重回帰法によって, あらかじめ補正係数 $\alpha_{ij}, \beta_{ij}$ を求めておき, さらにこの補正係数を用いて右辺の $W_i, W_j$ にそれぞれの元素成分のけい光X線強度を初期値として代入し収斂計算を行なう。この(1)式の収斂条件としては初期値にはできるだけ真値(化学分析値)に近い値を入れた方がよいので, 次の(2)式によってけい光X線強度を一次補正して初期値とするようにした。

$$\hat{W}_i = I_i (1 + \sum d_{ij} \cdot I_j) \quad (2)$$

ここで,  $\hat{W}_i$ : 補正初期値,  $I_i, I_j$ : 分析目的元素(i)および他共存元素(j)のけい光X線強度,  $d_{ij}$ : 初期値補正係数である。

## 4. 補正例

耐熱合金, 高合金鋼あわせて30種の試料について, そのマトリックス成分を本補正式によって定量した結果を, JIS G1256-1973「鉄および鋼のけい光X線分析手法」に準じて求めた参考データとともに表1に示す。本補正式による定量値はJIS法に準じた値と比較して, 含有率1%以上のものに対して良好な正確さ( $\sigma_d$ )が得られた。

表1 新しい定量補正法によって得られた分析結果の例

		Si	Ti	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Nb	Mo
分析試料数		30	25	30	30	30	24	30	15	19
分析範囲 (%)	最少	0.15	0.18	13.92	0.03	1.32	0.02	9.36	0.03	0.02
	最大	0.94	3.09	26.37	1.37	65.97	20.80	76.94	5.38	10.30
平均値 (%)		0.44	0.88	19.04	0.55	21.40	3.08	49.63	1.01	2.26
正確さ ( $\sigma_d$ , %)	本法	0.074	0.082	0.204	0.026	0.302	0.194	0.339	0.049	0.093
	JIS法	0.058	0.050	0.385	0.034	1.185	0.233	0.780	0.074	0.130