

川崎製鉄(株)技術研究所 鈴木敏子 角山浩三
 大橋善治

1. はじめに

IMMAにおける定量分析はおもに低合金鋼を用いて検討されてきた。これは合金濃度が高くなると析出相などの影響によりイオン強度比が変化するためであるが、著者らは最近 低合金鋼についてとめた検量線が高合金鋼にも十分適用することができる場合のあることを発見した。今回は特に Fe-Cr および Fe-Ni 系合金について述べる。

2. 分析結果と考察

一例として NBS ステンレス鋼 443, 444, 耐熱合金 1159, 1160 について検討した結果を示す。分析条件は前回報告したとおり (20keV, O_2^+ , 約40nA) である。まず測定場所による二次イオン強度比の変化を知るために各試料の任意の4箇所を測定し、Feに打するイオン強度比 (N_x/N_{Fe}) の変動係数(C.V.)を求めた。表1にNBS 443と1159の測定結果を示す。析出物を形成しやすいSi, Mo, NbなどはC.V値が大きいがその他の元素は10%以下であり、低合金鋼の場合と同程度である。またNBS 444, 1160では合金濃度が高いたのどの元素もC.V.値が高くなっているが、全体として傾向は変わらない。

次にこれらの測定値に低合金鋼で求めた検量線を用いて定量分析を試みた結果を表2に示す。まず主元素であるCrとNiについてはNBS 443, 1159とも非常によい結果が得られた。これからCr, Niの場合、濃度が高い範囲でも低合金鋼で求めた検量線が成立しているものと考えられる。そこで日本鉄鋼協会の蛍光X線分析用標準試料を用いて、これらの検量線を高濃度域まで拡張した。図1に示すようにCr, Niともに濃度が高くなると二次イオン強度比がいく分小さくなるが、Crでは約10~20%, Niの場合は50%近くまで良い直線性を示しており、上記の考えがほぼ成立しているものと思われる。

また表2はそれぞれの合金中に含まれている微量元素の分析結果も示している。どの元素も約20%程度の誤差であり、Feに打する検量線から求めたにもかかわらず非常に良い。これはFe-Cr-Ni,あるいはFe-Ni系においても、これら微量元素の相対イオン化効率がFe中の場合とほとんど変わらないためであると推定される。

表1. N_x/N_{Fe} の変動係数(%)

	443	1159
Si	46.3	22.4
V	18.6	-
Cr	5.5	6.1
Mn	2.0	9.2
Co	3.2	5.0
Ni	3.7	3.5
Cu	9.2	13.5
Nb	16.4	-
Mo	10.4	23.2

表2. 低合金鋼から求めた検量線による分析値(%)

	443		1159	
	標準値	分析値	標準値	分析値
Si	(0.15)	0.15	0.32	0.30
V	0.064	0.087	-	-
Cr	18.5	17.2	0.06	0.08
Mn	3.38	3.84	0.305	0.38
Co	0.12	0.12	0.022	0.026
Ni	9.4	9.4	48.2	48.8
Cu	0.14	0.14	0.038	0.032
Nb	0.056	0.048	-	-
Mo	0.12	0.21	0.01	-

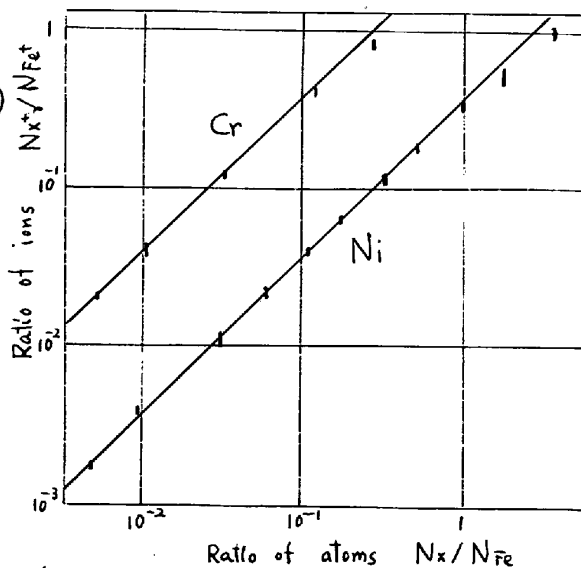


図1. CrとNiの検量線