

(389) X線マイクロアナライザーによる新状態分析法の試み

新日本製鐵(株) 基礎研究所 ○田口 勇, 浜田広樹, 釜 三夫

1. 序 言

現在の鉄鋼状態分析において、状態量を求める方法のほとんどが化学分析法である。化学分析法は抽出分離定量法ともよばれ、目的物と目的以外の物との化学的性質の差を利用して、目的以外の物のみを選択的に溶解させ、目的物を未溶解で残存させるなどによって、目的物を定量する。しかし、最近の状態分析に対する要求の質的高度化および状態分析のオンライン化などを考慮すると、化学分析法の原理とは異なる新状態分析法の開発が必要である。本報においてはその一つの試みとして、X線マイクロアナライザーを用いて、多数点の分析を実施し、電算機によるデータ処理によって状態量を算出することを検討した。

2. 方法および装置

X線マイクロアナライザー(島津製SM7)にXY試料駆動装置をつけ、試料面(128×128, 64×64各 μm)を等間隔(1, 2各 μm)で点分析できるようにした。各点における特性X線強度を電算機(FACOM-230/38とPFU-400)に入れ、定量値化するとともに指定の計算ができるようにし、さらにカラーディスプレイなどをできるようにした。各点の元素定量値をもとにして、目的物の元素組成に合致した点の数を求め、その比率が状態量と相関するものとし、検量線法によって状態量を求める。例えば、鋼試料中のセメントイト(Fe_3C)を定量する場合には、各点のうちで、鉄と炭素の定量値が、 Fe_3C を満足する点のみを求め、全体の数に対する比率(%)から、予め作製された検量線で定量する。

3. 実験結果

2.に示した新状態分析法の妥当性を検討した。Fe-C系鋼試料4種(試料A; C: 0.084, 700 $^{\circ}\text{C}$ ×20h, 試料B; C: 0.084, 650 $^{\circ}\text{C}$ ×1h, 試料C; C: 0.40, 700 $^{\circ}\text{C}$ ×20h, 試料D; C: 0.40, 650 $^{\circ}\text{C}$ ×1h)を用い、各試料面の64×64各 μm を、点間隔0.5 μm で、128×128点の分析を実施し、結果をC/Feで整理し、C/Feが0.010以上の比率を求めた。C/Feを化学分析法(非水溶媒系電解液定電位電解法)によるセメントイト分析値(Fe as Fe_3C , % in steel)に対してプロットし、検量線例として図1に示した。図1の結果によれば本法による比率と化学分析値間には相関が得られ、本法によって状態分析ができる可能性が得られた。なお、上記の鋼試料の測定所要時間は1試料約25分間であった。

4. 結 言

新状態分析法の一つの試みとして、X線マイクロアナライザーによる方法を検討し、可能性を見出した。本法においては、バックグラウンドの取扱い法、微小領域分析に関する問題、X線マイクロアナライザーの実効スポット径と目的物の大きさの問題など、実用化をはかるにはまだ解決すべき問題がある。なお、本装置では元素比率の指定値(例: C/Fe 0.010以上)でのマッピングができ、これは状態(例: Fe_3C)の分布を示すことになる。

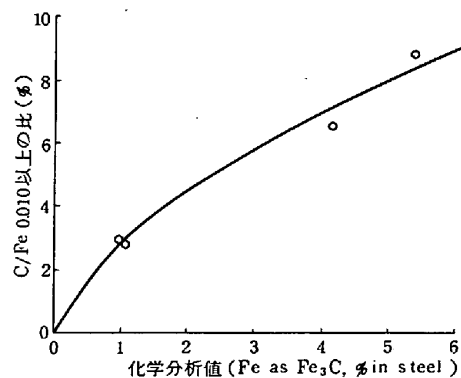


図1 本法による鋼試料中セメントイト定量用検量線例