

(317)ブリケット法による切粉試料の蛍光X線分析

㈱神戸製鋼所 中央研究所 ○小谷直美 五藤 武
下田秀明

1. 緒 言

蛍光X線分析は迅速で精度の高い分析法として鉄鋼の工程管理分析に適用されている。しかし分析試料の形状には制約があり、チップ状の不定形試料を直接分析することは困難である。このため試料の前処理方法がいろいろと研究されている。筆者らは蛍光X線分析の迅速性を有効に生かすために試料をそのまま加圧成形して分析する方法を検討した。試料表面の凹凸の影響に対しては潜在内標準法を、また共存元素の影響に対しては内標準法と組み合わせた補正法を適用した。以下にその概要を報告する。

2. 実験方法

(1)試料の調製 : 切粉試料約15gを金属製のキャップ(40mmφ×5mm)に入れ、加圧成形機で10tで1分間加圧した後、マイラー膜を当てて再度30tで1分間加圧した。

(2)測 定 : 分析装置には島津製X線カントメータVXQ150を使用し、各元素とも40kV-70mA、40秒積分で測定した。

(3)補正定量法 : 検量線の作成はつぎの手順によって行った。標準試料の標準値 W_i を鉄含有率との比に変換し、この値について(1)式によって共存元素の影響を補正して推定基準値 \hat{X}_i とした。この \hat{X}_i と、定量元素のX線強度と $FeK\alpha$ 強度比(I_i/I_{Fe})との関係を検量線とした。

$$\hat{X}_i = R_i / (1 + \sum d_j \cdot w_j) \dots\dots\dots(1)$$

ここで $R_i = (W_i + \sum l_j \cdot w_j) / Fe$

l_j, d_j : 共存元素の補正係数

実際試料の分析では、X線強度比から基準値 X_i を求め、(2)式によって共存元素の補正を行い、さらに(3)式によって鉄の含有率を推定し、(4)式によって補正後の定量値を求めた。なお補正計算は近似計算となり、(2)~(4)式までの計算を6~7回繰り返す必要がある。

$$R_i = X_i (1 + \sum d_j \cdot W_j) \dots\dots\dots(2)$$

$$Fe = (100 - W_{jn}) / (100 + \sum R_i) \dots\dots\dots(3)$$

$$W_i = R_i \cdot Fe - \sum l_j \cdot W_j \dots\dots\dots(4)$$

3. 実験結果

検量線の一例としてステンレス鋼のCrの例を図1に示す。内標準として用いる $FeK\alpha$ の強度は250万CPS程度まで使用可能であった。表1にはステンレス鋼の分析精度と正確さの一例を示す。なおSi, P, Sについてはブリケット表面のマイラー膜の吸収の影響が大きく、とくにP, Sは定量困難であった。

4. 結 言

本法により、通常の蛍光X線分析法では分析困難であった切粉試料についてもディスク試料の場合と同等の迅速さで、しかも鋼種にとらわれない分析が可能になった。

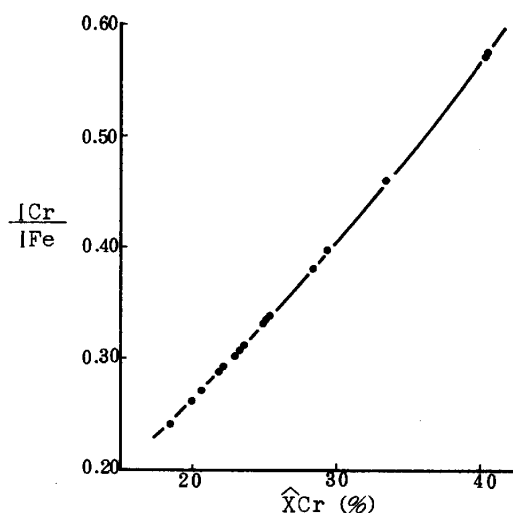


Fig.1 Calibration curve for Cr

Table.1 Accuracy and repeatability (%)

	Repeatability		Accuracy	
	x	σ	Range	σd
Si	0.41	0.011	0.4 ~ 0.7	0.041
Mn	1.77	0.008	0.4 ~ 1.9	0.015
Cu	0.13	0.001	0 ~ 0.4	0.003
Ni	13.55	0.071	0.2 ~ 20.0	0.055
Cr	16.61	0.073	16.4 ~ 25.0	0.054
Mo	2.74	0.019	0.01 ~ 2.5	0.014