

(115) 蛍光 X 線分析法による特殊鋼中の主成分元素の定量

東京大学工学部 工博 平 野 四 蔵
 横浜国立大学工学部 桃 木 弘 三
 特殊製鋼 ○小 泉 武 二
 特殊製鋼 沢 井 富美雄

Determination of Alloyed Elements in Special Steel by Fluorescent X-Ray Spectrometry.

*Sizō Hirano, Kōzō Momoki,
 Takeji Koizumi and Humio Sawai.*

I. 緒 言

強力な一次 X 線管球、高感度の X 線用シンチレーション計数管などの発達により、蛍光 X 線分析法は完全非破壊迅速分析法としていちじるしく進歩し、発光分光分析法と並んで日常分析への応用性が次第に高まつて来た。

本研究は蛍光 X 線分析法の鉄鋼分析への応用として、比較的発光分析では困難な、また湿式化学分析では長時間を要する高合金鋼を主として、特殊鋼、超耐熱合金中の W, Mo, Co, V などの主成分元素について蛍光 X 線分析法で分析を行ない、きわめて有効なることを認めたので報告する。

II. 装置および計数測定条件

装置は理学電機製蛍光 X 線分析用装置を用いた。一次 X 線管球には Machlett-OEG 50 W 管球、分光用には LiF 平面結晶 ($2d = 4.05 \text{ \AA}$)、計数管には NaI(Tl) シンチレーション計数管を使用し、Pulse Height Analy-

zer を併用した。

個々の元素についての計数測定条件を Table 1 に示す。

蛍光 X 線強度の計数測定は定数 (fixed count) 法で行ない、3 回の計数の平均値をとり、特に変動の大きい場合は、4 回の平均値をとって C · P · S (count per second) を求めた、それぞれの back ground については、常法のごとく peak の両端付近において測定したが、各元素とも試料による差はほとんど認められなかつたので特に back ground の補正は行なはなかつた。

III. 試 料

使用した特殊鋼試料の鋼種、試料数および主成分元素の組成範囲を Table 2 に示す。

X 線用試料としては 1 kg のトリベ試料からエメリーソーで約 $4 \times 4 \times 0.7 \text{ cm}$ の試片を切断し、これを 100 番のベルトグラインダーで表面仕上げを行なつたものを用いた。目的の定量にはこの程度の簡単迅速な調整でおおむね充分であつて、表面キズなどの影響は全くなかつたが、時に試料の照射方向の違いによる変動が多少認められたので検討考察を加えた。試料の照射面積を一定にするため、 $1.5 \times 2.0 \text{ cm}$ の Al 製マスクを試料の直前において測定した。

IV. 結 果

(1) W の定量

W の検量線を Fig. 1 に示す。鋼種の相違により (A) (B), (C) の三つのグループにわかれるが、これらはたがいに平行になつている。これらの差は、質量吸収係数の違いにもとづくものと予想される。それぞれ高速度鋼、合金工具鋼、超耐熱合金に対応しているので、定量に

Table 1. Conditions of fluorescent X-Ray determination.

Element	Spectrum	Position of goniometer (2θ)	Pulse height analyzer			X-Ray tube		Fixed count $\times 10^3$	Statistical error (%)
			Gain	Base line	Channel width	Voltage (KV)	Amperage (ma)		
W	$L\alpha$	42.59	5	5	20	40	10	64	0.40
Mo	$K\alpha$	20.15	5	18	20	40	5	64	0.40
Co	$K\alpha$	52.47	5	6	12	40	5	64	0.40
V	$K\alpha$	76.56	10	8	20	40	20	32	0.56

Table 2. Data of special steel samples.

Type of steel	Number of samples	W	Mo	Co	V	Ni	Cr	Nb	Fe
Mo-high speed steel	3	2~8	2~6	—	1~2	—	4	—	—
Mo-Co- "	5	5~7	5~8	2~12	1~3	—	4	—	—
W-V- "	3	9~13	—	5	4~5	—	4	—	—
W-Co- "	8	17~19	1	5~10	1~2	—	4	—	—
Alloyed tool steel	5	1~9	—	—	—	—	—	—	—
Super-heat-resistant alloy	4	3~4	3~5	41~44	—	18~22	18~22	3~5	3

は試料をこの三つに分類するだけで充分である。検量線の標準偏差 (σ) は 0.341% で、励起に W 管球を使用しても 1%~19% W の定量が充分行なえることがわかった。

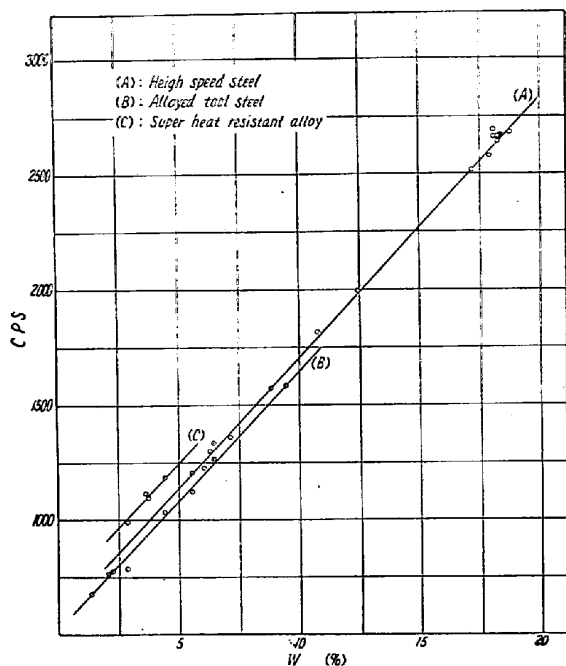


Fig. 1. Calibration curves of W.

(2) Mo の定量

Mo の検量線を Fig. 2 に示す。この場合の検量線は

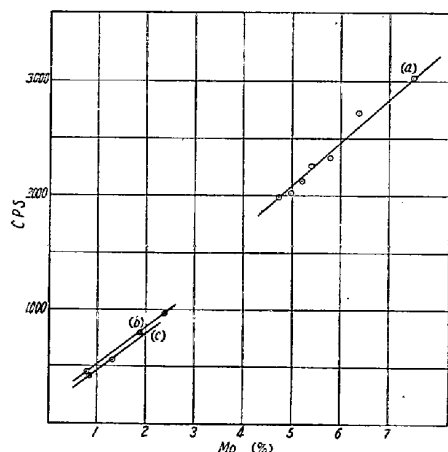


Fig. 2. Calibration curves of Mo.

W の量にしたがつて 3 本にわかれる。(a) は W 5%~8%, (b) は 10%~13%, (c) は 17%~19% に対応するものである。検量線の標準偏差 (σ) は 0.104% であり、定量範囲は Mo 2%~8% であった。

(3) Co の定量

Co の検量線を Fig. 3 に示す。Co も W の量にしたがつて 2 本にわかれ、(a) は W 5%~7%, (b) は 10%~18% に対応している。検量線の標準偏差 (σ) は 0.153% で、定量範囲は Co 2%~12% であった。

(4) V の定量

V の検量線を Fig. 3 に示す。他元素に比して V は蛍光 X 線強度が弱く、やはり W の量にしたがい 3 本にわかれ、(a) は W 5%~7%, (b) は 10%~13%, (c) は 17%~19% に対応している。検量線の標準偏差 (σ) は 0.053% で、定量範囲は 1%~5% であった。

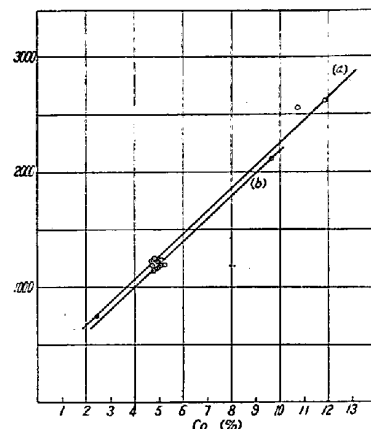


Fig. 3. Calibration curves of Co.

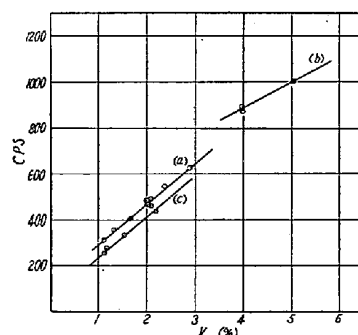


Fig. 4. Calibration curves of V.

V. 日常分析への応用

本法を工場における日常分析へ応用して特殊鋼中の W, Mo, Co, V を定量した結果つぎのように満足すべきものであった。

(1) 化学分析値との比較

日常分析として本法および湿式化学分析法と並行して行なった結果の一例を Table 3 に示す。いずれもそれ

Table 3. Accuracy in routine work.

W			Mo			Co			V		
Chemical	X-Ray	Difference	Chemical	X-Ray	Difference	Chemical	X-Ray	Difference	Chemical	X-Ray	Difference
17.70	17.65	0.05	5.83	5.70	0.13	10.09	10.00	0.09	4.09	4.15	0.06
18.18	18.28	0.10	5.74	5.79	0.05	9.75	9.81	0.06	4.05	4.00	0.05
11.00	11.13	0.13	5.70	5.81	0.11	7.91	7.99	0.08	2.86	2.70	0.16
9.31	9.10	0.21	0.86	0.82	0.04	4.97	4.88	0.09	1.24	1.31	0.07
5.31	5.40	0.09	0.84	0.78	0.06	4.87	4.80	0.07	1.10	1.18	0.08

ぞれ 1 回のみの分析値である。

同一検量線を使用して、日を違えた場合の計数値の変動に対しては、測定に先だつて標準試料により補正を行なつて充分であつた。

分析所要時間は試料のセット、3 回計数、計算を行なつて 1 元素あたり 3~5 分である。

(2) 精 度

計数の統計誤差からいうと W, Mo, Co の定量の σ は存在量の 0.40% で、V は 0.56% であるが、検量線の σ はこれより小さく、他の分析法に比較して満足すべきものと思われる。

VI. 結 言

特殊鋼中の諸元素について蛍光 X 線分光法による定量法を研究した結果、共存元素による影響は比較的蛍光分光分析よりも少なく検量線作製は容易であること、分析操作は簡単であり、また精度は充分高く、分析所要時間も短時間であることが知れた。

特殊鋼、超耐熱合金における諸元素特に高含有元素の分析には将来装置の発展と相いまち有効な機器分析方法として活用し得られるとし確信を得た。

(116) 高周波焼入による残留応力の測定について

神戸製鋼所、神戸研究部

西原 守・O中野 平・後藤督高

Measurement of Residual Stress by Induction Hardening.

Mamoru Nishihara, Taira Nakano
and Tadataka Gotō.

I. 緒 言

高速ディーゼルクランク軸のピンおよびジャーナル部は運転時の耐摩耗性を考慮して高周波焼入を施す場合が

多い。この場合高周波焼入を施した部分は表面層に高い圧縮残留応力の生成されることが知られており、著者らも Sachs の方法を用いて、焼入冷却液、焼入深度の影響を入れて焼入部の残留応力分布を測定したが¹⁾、焼境部の非焼入部分には逆に引張残留応力の生成される場合も予想され、事実クランク軸大型疲労試験で高周波焼入を施した時に実体の疲労強度が低下し²⁾、この傾向は漸進式焼入法の場合にいちじるしく、定置式焼入法の場合にその低下が僅少であることを認めた。この現象に対する原因を究明するため、主として焼境部近傍の非焼入部について残留応力測定を行ない、原因究明の手掛りを得たのでそれについて報告する。

II. 供 試 材

供試材は S40C, SCM4, SAE4340 の 3 鋼種を選び、調質処理を施した径 86mm、長さ 200mm の各 2 本ずつの丸棒試験片に、Fig. 1 に示すごとく長さ 55mm だけ局部的に高周波焼入を施したものをを用いた。高周波焼入は 300kVA の鳥養式高周波焼入装置を用いて、漸進式、および定置式の二通りの方法により、深度 5mm に焼入し、170°C 6h の低温焼戻を行なつた。Table 1 に供試材の焼入方法と、焼入深度、硬度の明細を示す。

III. 実 験 方 法

高周波焼入部および焼境部近傍の非焼入部の残留応力を、前者に対しては Sachs の方法により、後者に対しては主として X 線回折法により測定した。Fig. 1 に示すとき測定位置に Sachs 法の場合は、ゲージ長さの 3mm ストレインゲージを貼布し、X 線回折法の場合は表面の機械加工の影響を除くため 30% 硝酸水溶液による腐蝕により深さ 0.11~0.13mm の表面層を除去した後、X 線ビームを照射した。X 線回折法は、Co K α 特性 X 線を試験片の軸中心線を含む平面で、試験片表面に対して 90° および 45° 方向に照射し、背面反射集中法により両方向の格子面間距離 d_{90° と d_{45° との差をもとめ Glocker の式³⁾により応力を計算した。

Table 1. Specimens for measuring of residual stress.

Specimens No.	Type	Induction-hardening condition		Hardening depth		Surface hardness (HS)
		Method	Cooling medium	Heat effected depth (mm)*	Hardening depth (mm)**	
S-1	S40C	Stationary	Water (20°C)	4.4	2.4	83
S-2	S40C	Progressive	Water (20°C)	4.3	2.3	84
C-1	SCM4	Stationary	Hot soap water solution (40°C)	4.9	4.2	83
C-2	SCM4	Progressive	Hot soap water solution (40°C)	4.6	4.3	84
A-1	SAE 4340	Stationary	Hot soap water solution (40°C)	4.8	4.2	84
A-2	SAE 4340	Progressive	Air-blast	4.5	3.2	73