

(269) 鋼中P・Sの蛍光X線分析について

大同製鋼(株)平井工場 大山 叡・O鈴木敬彦
中央研究所 足立敏夫・伊藤六仁
理学電機工業(株) 新井智也

1. 緒言

当工場では蛍光X線分析法によりMn・Cu・Ni・Cr・Mo・Pbの分析を実施していたが、今回装置を改造してSi・Sn・P・Sを追加分析できるようにした。軽元素分析にはCr管球が最適だがCr分析を同時に行わねばならぬためW管球使用でP・S分析の精度を上げることが、実際試料の分析を実施できるようにした。このうちP・S分析の検討経過について報告する。

2. 装置および設定条件

理学電機製。高圧発生装置D9C-分光装置K45-計数装置ECP2。

Philips製薄窓W管球, Ge平面結晶, ガスフロー比例計数管, X線通路真空, 試料照射面積25mm²中使用。測定条件を第1表に示す。

3. 検討概要

第1表 測定条件

X線管球電圧	40 kV
電流	44 mA
真空度	0.5 torr以下
PRガス流量	150 ml/min
Base Line	6 V
Channel Width	15.8 V
計数時間(定時)	80 sec
Scale Factor	×10

- ①真空度 0.5 torr以下で強度変化なし。
- ②PRガス流量 流量を増すと強度が上がる。100 ml/min 以上でほぼ一定。
- ③管球電圧・電流 X線出力を一定にして電圧・電流を変化させたところ、電圧を下げるとバックグラウンドを含んだ蛍光X線強度は小さくなるが検量線が立つのでP%に換算した統計変動は小さくなる。
- ④リーラースリット 3種のリーラースリットについて比較し、スリット間隔30/100 mmに決めた。
- ⑤パルハイ設定条件 一定増巾率でChannel Widthを変化させて、統計変動および増巾率が変化したときの強度変化を調べた。
- ⑥結晶 GeとEDDTを比較し、Ge結晶を採用した。
- ⑦パルハイ条件の設定法 本装置のパルハイはマルチチャンネル型だがGain切替え方式になっている。この型のマルチチャンネルパルハイではBase LineおよびChannel Widthを固定して、Gainを各元素ごとに調節するのが便利である。このためGainつまみの1回転当りの増巾率変化を小さくして作業を容易にした。
- ⑧スペクトル線の重なり補正 SにたいするMoの重なりなどの補正法を検討した。

4. 精度および正確度

以上検討の結果第2表および第3表のごとき精度・正確度を得られ、管理分析に使用している。

第2表 分析精度

元素	S		P	
試料	A	B	A	C
含量%	0.007	0.19	0.007	0.079
統計変動%	0.0007	0.0017	0.0011	0.0015
連続精度%	0.0009	0.0014	0.0010	0.0016
日内精度%	0.0011	0.0010	0.0010	0.0018

第3表 正確度

元素	S		P	
鋼種	低合金鋼	Ni-Crステンレス	Mo不含低合金鋼	Mo含有低合金鋼
n	7	12	35	27
$\bar{d}$ %	+0.0001	+0.0002	-0.0002	+0.0003
σ_d %	0.0025	0.0036	0.0020	0.0014