

(293) けい光X線分析による純鉄、炭素鋼および低合金鋼中の
微量Mn, Cu, Ni, Cr, Mo, Vの定量

神戸製鋼所 中央研究所 水野知巳 松村哲夫

小谷直実 五藤 武

I 結 言 鉄鋼の基礎研究を進むにつれて純鉄、炭素鋼、低合金鋼中の不純物元素の微量分析が要求された。この要求に対する一手法としてけい光X線分析法の迅速性、簡易性を重視し、前回の検討対象範囲外であったMn, Cu, Ni, Cr, Mo, Vの微量分析について検討を行なった。ここでは、精度、正確度、定量下限および迅速性などについて報告する。

II 方 法 分析装置はFluoroprint MK-IIである。X線管球は円対称極を使用した。分析線は対象元素の範囲であるのでX線強度の高いK α の一次線を採用した。実験試料はNBS鉄鋼標準試料(NBS 1161~68), BSI鉄鋼標準試料(BSI 1/1~8/1, BSI 50~60), 関西分析所炭素鋼標準試料のうちから検討元素について含有率0.15%以下の試料を用いた。

III 実験結果

1. 励起条件の決定 試料の励起条件を最適するため、管球電流を20mAの一定にして電圧を20KVから50KVまで変化させて測定した。この結果、各元素ともX線強度は50KVで最大値を示した。励起効率もCrが一番よく以下Mn, V, Mo, Ni, Cuの順だった。この原因はマトリックスとしての鉄の吸収強調効果および計数管の特性によるものと考えられる。

2. 研磨紙の影響 研磨紙の粒度の影響は認められなかった。むしろ研磨紙による汚染に注意する必要がある。研磨ベルトについて定性分析を行なった結果、本実験の対象元素では汚染の心配はなかったが、溶融アルミナ系研磨紙ではAl, Ti, 炭化ケイ素系研磨紙ではSi, Ca, Snの汚染に注意する必要がある。

3. 装置の安定性 装置の電源を入れてからX線強度の変化を測定した結果、2時間のウォーミングアップでCrの分析値の変動は0.0012% (3 σ)以内で測定可能であった。しかし、日間変動はバックグラウンドの変化が大きくなり、対比法によって検量線を固定化することは困難であった。また積分時間と精度の関係は測定時間100秒までは大巾に向上するが、それ以上時間を取ってもあまり向上しなかった。

4. 精度、正確度、定量下限および迅速性 結果をまとめて表1に示す。

IV 結 言 要求定量下限が10ppmオーダーの場合、本法は一元素約120秒で分析できる迅速な方法としてすぐれていると考えられる。

表1 本法の精度、正確度、定量下限および迅速性

元素	波 長	積分時間	精度(CV)	正確度	定量下限	妨害元素
Mo	K α , 0.711 Å	105秒	1.44%	0.0010%	0.0014%	Zr
Cu	K α , 1.542	105	1.38	0.0025	0.0020	なし
Ni	K α , 1.659	105	0.81	0.0016	0.0009	なし
Mn	K α , 2.103	105	0.78	0.0017	0.0007	Cr
Cr	K α , 2.291	105	0.74	0.0025	0.0004	V
V	K α , 2.505	105	0.48	0.0017	0.0004	Ti

文献1) 水野, 原, 松村, 小谷: 本 誌, 53 (1967) No. 7, p 854