

(452) 蛍光X線分析による鋼中微量元素の定量

大同特殊鋼株式会社 中央研究所 伊藤六仁 佐藤昭喜
○成田正尚

1. 緒 言

鉄鋼の管理分析において蛍光X線分析は主要な分析法の一つであり、広い含有率範囲に適用されている。しかし更に微量域に適用範囲を拡大することが今後の課題として残されている。このため鋼中の微量のAg, Sn, Sb, Te, Pb, Biをとりあげ、その検出限界におよぼす測定条件の影響、バックグラウンド強度に対する共存元素の影響の検討を行った。

2. 装置・条件

実験に使用した装置は、理学電機製蛍光X線分析装置サイマルチックスⅣB型でX線管には、Rh 3 kWを使用、積分時間40秒で実施した。各元素の測定条件を表1に示した。

3. 検討結果

- (1) 供試料は高周波誘導加熱溶解遠心铸造機で低合金鋼・高合金鋼試料に検討元素の金属を適当量添加して溶製した試料、JSS, NBS, BCS などを使用した。検討元素の含有率範囲は

Ag : 0.0001~0.05% Sn : 0.001 ~0.10% Sb : 0.001 ~0.06%
Te : 0.001 ~0.12% Pb : 0.0003~0.12% Bi : 0.0004~0.08%

で、これらはAA120番ベルトで研磨した面を分析した。

- (2) 表1の各元素の測定スペクトル線でのX線管出力の違いによる検出限界(バックグラウンドの推定標準偏差の3倍)は表2に示すとおりであり、励起電圧の高いAg, Sn, Sb, Teについては60 kV・40mAの条件が最適であり、Pb, Biは条件の違いによる差は小さい。

- (3) これら元素の測定スペクトル線ではX線管球の散乱X線強度が図1に示すように共存元素により異なるので共存元素量の変動が大きい時は補正する必要がある。その時の補正式の形状としてはスペクトル線の重なり補正と同じ形式で良い。

- (4) バックグラウンドの高い元素を定量する時、波高選別器のウィンド幅を狭くし、SN比、検出限界の向上可否の比較を行ったがほとんど改善効果はなかった。

- (5) 共存元素の補正はスペクトル線の重なり、バックグラウンドの変動補正を行う必要があり、これらの補正係数を求めた。この結果得られた正確度は再現精度と同程度であった。

4. 結 言

鋼中微量元素のAg, Sn, Sb, Te, Pb, Biの蛍光X線分析法の検討を行い散乱一次X線の補正を行えば11~15 ppmの検出限界と同程度の正確度で定量出来ることが判った。

表1. 測定条件

元 素	スペクトル線	分 光 晶	検出器
Ag	K α	LiF	SC
Sn	K α	LiF	SC
Sb	K α	LiF	SC
Te	K α	LiF	SC
Pb	L β	LiF	SC
Bi	L α	LiF	SC

表2. 管球出力と検出限界

元素 \ kV/mA	40/60	50/50	60/40
Ag	27 ppm	17 ppm	12 ppm
Sn	47	22	11
Sb	30	22	15
Te	71	19	13
Pb	12	12	11
Bi	15	13	11

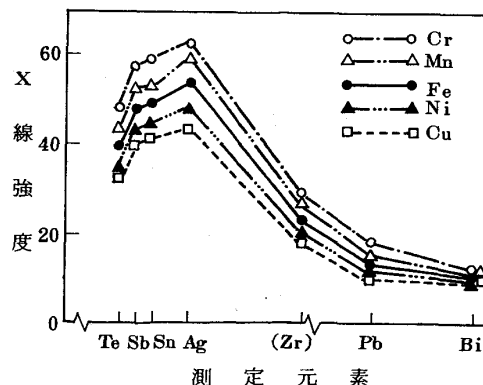


図1. 共存元素によるバックグラウンドの違い