

(378)けい光X線分析法による鋼中炭素の定量

新日本製鉄(株)君津製鉄所 ○吉川 建二, 笠井 茂夫, 加島 尚武
基礎研究所 田中 勇, 佐藤 公隆, 大槻 孝

1. 緒 言

鉄鋼分析の主力手段の一つとして従来から普及しているけい光X線分析装置は、周知のように、軟X線域(0.3~2 nm)および硬X線域(<0.3 nm)に固有X線をもつ元素を対象としているため、フッ素より原子番号が小さい軽元素の分析は困難で、C K α 線(4.459 nm)を用いて炭素の分析を行うとすれば、開放型X線管を備えた特殊分析装置を用いるか、あるいは電子ビームやプロトンなどのイオンビームの励起による必要があった。ところが、最近では、炭素の分析の実用化を図るため、封入型X線管、分光素子、検出器などの問題点が詳細につめられて、現在ではその機構が市販されるに至っている。

本研究は、その評価を行うために、鋼中炭素の定量への適用性について調べたものである。

2. 実 験

理学電機工業製けい光X線分析装置“サイマルテイクス4B型”を使用し、つぎの条件で測定した。管球条件(R θ : 50 $^\circ$ V-55 mA, 内径30 mm ϕ マスク使用), 試料ホルダー(25 mm ϕ Zr マスク, スピン on), 積分時間(80秒, 一部30秒), 試料研摩(AA#80, ただし#40, #120と比較)。

3. 結 果

(1) 分光素子の特性: 全反射ミラーを使用しているといわれているので、炭素以外の軽元素の影響について調べたところ、図1に示すような結果が得られた。すなわち、検出されるX線の中には酸素、窒素、ホウ素などのスペクトル線も含まれている。しかし、鉄鋼試料は炭素以外の軽元素が痕跡程度しか含まれていないので、見掛け上炭素を分析していることになる。

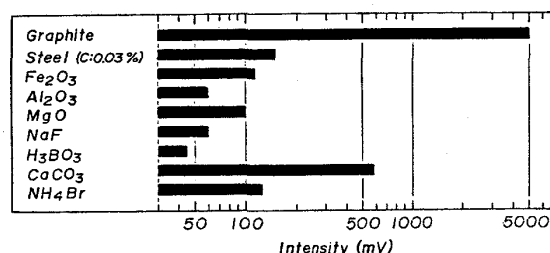


図1 炭素分光素子による種々の軽元素の検出

(2) 試料研摩の影響: アルミナ質研摩ベルト3種を用いてその粒度と繰り返し再現精度との関係を調べたところ、#80が適当であった。

(3) 共存元素の影響: 鋼中の成分元素のうち、タンゲステン、モリブデン、ニオブの重なり補正、ケイ素の吸収補正が必要である。

(4) 精度と正確さ: 長時間安定性、繰り返し精度とも良好であり、正確さは表1に示すように炭素含有率範囲0.03~0.87% (平均: 0.32%, $n=17$) に対して $\sigma_d = 0.022\%$ であった。

表1 正確さ(σ_d)の例 (%)

	St'd	Anal.	d		St'd	Anal.	d
NSS A	0.225	0.228	0.003	NBS 1261	0.38 ₂	0.38 ₅	0.003
B	0.205	0.207	0.002	1262	0.16	0.14 ₅	-0.015
NBS 1161	0.15	0.14 ₃	-0.007	1264	0.87	0.80	-0.07
1162	0.40	0.40	0	JSS 420/5	0.10	0.099	-0.001
1163	0.19	0.20	0.01	421/5	0.15	0.16 ₆	0.016
1164	0.54	0.49	-0.05	430/5	0.20	0.20	0
1165	0.03	0.044	0.014	460/5	0.60	0.60 ₇	0.007
1167	0.11	0.11	0	461/5	0.79	0.78 ₁	-0.009
FXS 470	0.47	0.47	0	σ_d			0.022

cf. * Concentration range: 0.03 - 0.87% ($n = 17$, $\bar{x} = 0.32\%$).

**Calibration curve used in the investigation was prepared with the standard samples of NBS 1166(C: 0.065%) and JSS 440/5(C: 0.40%).