Table 7. Comparison of analytical time and cost.

Analytical method	Analytical time / Sample	Analytical* cost / Sample
JIS (Chemical analysis)	60'	41 yen
Inert gas-fusion gas chromatography	10.5'	285 yen
Proposed method	9.5'	41 yen

* Without personnel expenditure

ガスの測定系への導入時期などについて検討し、半値巾法で窒素ピーク面積測定可能な分析条件を確立することができた。検量線はよい直線性を示すとともに、

再現性も変動係数として約3.3%以下の良好な結果であり、また、他の分析方法による定量値ともよい一致を示した。本法は窒素含有率0.003%以上の鋼に適用可能で、分析所要時間は8~9.5 minで炉前分析にも適用可能であるほか、分析費も低廉であるなどの利点があり、日常分析に適用し分析能率の向上を計ることができた。

終りに、本実験の遂行にあたり終始ご指導いただいた大同製鋼(株)中央研究所研究部主任研究員足立敏夫氏、第2研究室長伊藤六仁氏、ならびに直接実験に協力された水島孝、橋口紀昭両君に厚く感謝いたします。

文 献

- 1) JIS—G 1228 (1968)
- 2) 佐藤昭喜, 館要; 鉄と鋼, **55** (1969) 5, 366
- 3) 山口直治, 須藤友義, 神森大彦; 分析化学, **18** (1969) 1, 13

UDC 543.422.8.:543.426

546.78:669.14

螢光 X 線 による 鉄 鋼 分 析 法 (8)**

(鉄鋼中のタングステンの分析および白金管球の適用)

足 立 敏 夫*・伊 藤 六 仁*

Fluorescent X-Ray Analysis of Steels (8)

(Analysis of Tungsten in Steels and Application of Platinum X-Ray Tube)

Toshio Adachi and Minao Itô

1. 緒 言

螢光 X 線分析において管球ターゲットの特性 X 線と重なる元素の分析はバックグラウンドが高くなって精度が悪く、低含量の分析は不可能だとされてきた。しかし螢光 X 線装置の進歩によりターゲット特性 X 線と重

なる低含量成分でも十分な繰返精度が得られるようになったが、その正確度は非常に悪いことがわかり、W 管球を用いる鉄鋼中の W 分析の問題点の検討を行なった。また鉄鋼中の重元素を同時分析するためのターゲットとして Pt 管球を採用したが、Pt 管球使用時における共存元素の影響の補正式常数の検討を行なったのであわせて報告する。

昭和43年12月10日受付

* 大同製鋼(株)中央研究所

** 昭和43年第5回 X 線工業分析討論会にて一部発表した。

2. W管球によるW分析上の問題点

2.1 W管球によるW分析

W管球によるW分析については

(1) 測定する WL_{α} 線にたいして一次X線の散乱量が多く、S/N比が悪くなる。

(2) このためX線計測における統計変動が大きくなって繰返精度が悪くなり、定量下限を悪くする。

(3) 鋼の蛍光X線分析では共存元素によるスペクトル線の重なりがなければ、バックグラウンドの大きさは変化しない。

と一般に考えられ、必要な繰返精度が得られればW管球を用いたW分析は可能であるとされていた。

しかし当所の VPXQ にWチャンネルを増設したときに Table 1 のごとく良好な繰返精度が得られたが、この装置により SKH 2 の炉中およびレードル試料の分析を検討したところ、蛍光X線強度とW含有量との関係は Fig. 1 のごとくで、Cr 投入の前後で層

Table 1. Precision of W analysis on using W-tube.

Samples	Pure iron	Fe-W	Fe-W
Content of W %	0	1.16	24.07
Precision in short time	0.009	0.005	0.044

Fig. 1. Calibration curves for W of SKH 2 in VPXQ, W-tube.

別して検量線を定めても正確度は $\sigma_d = 0.24\%$ とかなり悪く、また低W合金鋼および SUH 31 ではまったく定量不能であった。

この繰返精度が良好にもかかわらず、正確度が不良なことを解決するために行なった検討結果について以下報告する。

2.2 試料の調製および取付方法の影響

試料の調製方法としてグラインダー No. 40 および 60 仕上げおよびベルトサーフェーサー No. 40, 80, 120, 240 仕上げについて比較したが、蛍光X線強度に差は見られなかった。

仕上面の方向を変えて測定すると Ni・Cr などの一般元素と異なり著しい強度変化を示した。Fig. 2 に示した装置の分光系の平面図で I から VIII までの方向に

Fig. 2. Direction of finishing surface of samples.

対し、Fig. 3 の仕上面を方向を変えて取付け、蛍光X線強度を測定すると Fig. 4 のごとくになった。Fig. 4 は試料の取付方法によりX線強度が大きく変化する

Fig. 3. Sample direction and polishing direction each figure shows No. 1 direction. Arrows show polishing direction.

ことを示すが、その変化は試料中のW量と比例せず、同一方向で 180° 回転した場合にも差があるがこれは仕上方向によると考えられる。しかし取付位置を一定にすれば十分な繰返精度が得られる。

仕上面の方向によって蛍光X線強度が変化し、かつ、その変化が試料中のW含量と一定の関係がないようなので、仕上面の方向により正確度がどのように変るか調べた。W検出器に平行方向と直角方向に取付けたときのW含量とX線強度の関係を Fig. 5～6 に示し

Fig. 4. Influence of sample direction on x-ray intensities. Samples contain 15% Ni, 10% Cr and 3.3%, 3.5%, 2.7% and 0% W for A, B, C and D respectively.

Fig. 5. Relation between W contents of SUH 31 and X-ray intensities of direction No. II in Fig. 2.

たが、取付位置によっては正確度は改善されなかった。

2.3 WL_a 線のピークプロファイル

使用した装置 VPXQ はマルチチャンネル型でWは固定チャンネルとして設定してある。この固定チャンネルでは試料、検出器の位置および分光結晶の回転軸位置は固定されているが、分光結晶の傾きをダイヤル目盛により微調整できるようになっている。この微調整により純鉄、Fe-W および各種の鉄系2元合金試料のプロファイルを行ない Fig. 7 を得た。Fe-W 試料および Fe-Ni のプロファイルから目盛 150 に調

Fig. 6. Relation between W contents of SUH 31 and X-ray intensities of direction No. N in Fig. 2.

整すればWチャンネルは WL_a 線に設定され、Ni K_{β} 線が近接して存在することがわかる。しかしWをまったく含まない Fe-Cu, Fe-Mn, Fe-Mo および純鉄試料にも目盛 150 にピークが現われ、ピーク高さ

Fig. 7. Peak profiling of W channel.

がかなり高かつ試料により大きく異なる。これは装置の分光系に異常があって他のスペクトルがWチャンネルに入って正確度を悪くしているのではないかとの考えを否定し、管球からの一次X線中にある WL_a の特性X線が測定されたことを示すと考えられる。

2.4 熱処理の影響

蛍光X線分析では試料の熱処理の影響は少ないといわれていた²⁾。しかし一次X線の散乱量が多いときは試料の組織により検出器に入る散乱量はあることが

考えられ、事実かなりの差を生ずる。これについては既報²⁾で報告したごとくである。

2.5 鉄系2元合金試料のバックグラウンド

2.3 に述べたごとく一次管球からのバックグラウンドが検出器に入り、Wを含まない鉄系2元合金試料でも純鉄よりかなり高いX線強度を示す。Fe—C, Fe—Mn, Fe—Ni, Fe—Cr および Fe—Mo 系の各2元

合金試料で合金元素の含量を変化させたときのX線強度変化を調べた。これを Fig. 8～12 に示す。このバックグラウンドが著者らの使用した VPXQ に固有の現象かどうかを調べるために別の蛍光X線分析装置についても調べた。また管球よりの一次X線の影響を確認するため Pt 管球についても調べた。この測定条件を Table 2 に示す。

Fig. 8～12 よりW管球マルチチャンネル型の装置

Fig. 8. W background of pure Fe-C alloys in different apparatus.

Fig. 9. W background of pure Fe-Mn alloys in different apparatus.

では傾向は一定しないが、バックグラウンドの変動量が著しく大きい。しかしW管球を使用してもシングルチャンネル走査型の装置では変動量がかなり小さい。また Pt 管球を使用すれば予想されたごとく、マルチチャンネル型の装置でも正常なバックグラウンドを示すことがわかる。

2.6 考 察

当所の蛍光X線分析装置 VPXQにてW管球による鋼中W分析を試みたが、繰返精度が良好にもかかわらず正確度が著しく不良であった。この現象について調査したところ、試料の調製・取付方法には問題なくまたピークプロファイルより分光系の異常も認められなかった。しかし、Wを含まない試料にもWピークが認められることより一次X線の特徴線が試料に散乱されて、著しく大きなバックグラウンドを与えることが明瞭

Fig. 10. W background of pure Fe-Ni alloys in different apparatus.

Fig. 11. W background of pure Fe-Cr alloys in different apparatus.

Fig. 12. W background of pure Fe-Mo alloys in different apparatus.

Table 2. Apparatus studying background of WL α

No	Apparatus	Maker	Tube target	Tube voltage/current	Crystal	Detector	Mode
1	VPXQ I	ARL	W	40kV/30mA	curved LiF	Multitron	Multi channel
2	VPXQ II	"	"	45/40	" "	"	"
3	VXQ I	Shimazu-ARL	"	40/30	" "	"	"
4	VXQ II	"	"	40/30	" "	"	"
5	"	"	Pt	40/30	" "	"	"
6	IKF	Rigaku Denki	W	40/30	flat "	Scintillation	Single channel
7	X-ray Quantorecorder	Shimazu	"	43/30	" "	"	Multi channel
8	FX 401	"	"	40/40	" "	G. M.	Single channel

に認められた。

各種の蛍光X線分析装置について鉄系2元合金試料のバックグラウンド変化を測定した結果、散乱によるバックグラウンド量は装置によりかなり異なるが、これは結晶の形状あるいは検出器の差ではなく照射角・取出角の差と考えられる。したがって、装置を選択すればかなりの程度まで鋼中WをW管球により分析可能である。しかし、W管球で鋼中Wを分析することは正確度を悪くするのでW管球以外の管球使用が望ましい。

3. W管球を取付けた島津製 FX 401型装置によるW分析

3.1 装置および検討方法

前述の如く装置を選択すればW管球による鋼中W分析はある程度可能なことが判明したので、Fig. 8~12で良好な結果が得られたFX 401型蛍光X線分析装置で分析方法の検討を行なった。装置の概略をTable 3に示した。

著者らはさきに鋼の蛍光X線分析法として全鋼種に

Table 3. Analytical condition of FX 401

Tube target	W
Tube voltage/current	40kv/30mA
Crystal	Flat LiF
Detector	G. M. counter
Detector voltage	1,550V
Spectral line	WL α
Counting method	Fixed time, 100 sec
Surface finishing	No.60 grinder

適用できる共存元素の補正式を呈出³⁾したが、W管球によるW分析では共存元素によるバックグラウンドが一定せず、また熱処理によるX線強度変化もあるのでこれをあきらめ、铸込後急冷試料を対象とした鋼種別検量線法により検討を行なった。ここにいう鋼種とは類似した成分規格を持つ鋼種群についての炉中およびレール試料を含めたものである。

3.2 鋼種別検量線、精度および正確度

W含有鋼を低W合金鋼、高W合金鋼およびNi—Cr—W系SUH 31のW含有耐熱鋼の3種類にわけて検討した。

W含量0.3%~2.3%の低W含有鋼について化学分析値と蛍光X線強度の関係からFig. 13のごとく検量線を定めた。この検量線による精度および正確度をTable 4~5に示した。

SKH 2~9の高速度鋼とSKD 4などの高W合金工具鋼について化学分析値と蛍光X線強度の関係からFig. 14のごとく検量線を定めた。Fig. 14とFig. 1

Fig. 13. Calibration curve for W in low W alloy steels of FX 401.

Table 4. Precision of analyzing W with FX 401.

Samples	SKS 42	SKD 4	SKH 9	SKH 2	SUH 31
W contents, %	2.02	5.12	7.55	19.07	2.73
Precision, σ %	0.024	0.024	0.030	0.060	0.019

Table 5. Accuracy of analyzing W with FX 401.

Kind of steels	Number of samples	Accuracy	Content range of W and other elements									
			W	C	Si	Mn	Cu	Ni	Cr	Mo	V	Co
Low W alloy steels	19	0.061	0.3	0.3	0.02	0.1			0.1	<0.03	<0.02	
			~ 2.3	~ 1.1	~ 1.1	~ 1.1	<0.2	<0.2	~ 8.8	~ 1.8	~ 0.5	<0.02
High W alloy steels	43	0.17	0.1	0.1	0.01	0.04			0.1	<0.03	<0.02	<0.02
			~ 19.6	~ 1.4	~ 0.9	~ 0.5	<0.2	<0.2	~ 7.2	~ 6.9	~ 1.6	~ 14.0
SUH 31	21	0.055	2.3	0.2	0.1	0.1		13	8			
			~ 3.8	~ 1.1	~ 2.2	~ 0.5	<0.1	~ 18	~ 15	<0.05	<0.02	<0.5

とを比較すればW管球を使用しても装置により著しく正確度が異なることが明瞭に示されている。この検量線による精度および正確度を Table 4 ~ 5 に示した。

Fig. 14. Calibration curve for W in High W alloy steels of FX 401.

耐熱鋼 SUH 31 について化学分析値と蛍光X線強度の関係から Fig. 15 のごとく検量線を定めた。この検量線による精度および正確度を Table 4 ~ 5 に示した。

4. 白金管球による分析

4.1 装置および検討方法

Fig. 15. Calibration curve for W in SUH 31 of FX 401.

2. に述べたごとく VPXQ でW分析を行なうためにはW以外の管球を使用する必要がある。鋼中の各元素を同時に定量するためには Cr 管球では Cr, Mn に問題を生ずるので Pt 管球を使用することにした。Pt 管球では Fig. 8 ~ 12 に示すごとくバックグラウンドに何の異常も示さないの、通常の元素と同様に共存元素の影響の補正式を検討することとし、補正式形状としては著者らが先に報告⁹⁾した吸収励起効果とスペクトル線の重なりを同時に補正する方法をとった。これを(1)式に示す。

$$\hat{W}_i = i(X)(1 + \sum a_{ij} W_j) - D_{ij} \dots \dots \dots (1)$$

$\hat{W}_i$: i 元素の蛍光X線分析値。

$i(X)$: i 元素の蛍光X線強度を Fe-i 系 2 元素金試料より作製した検量線 (以下標準検量線という) で読み取った値。

a_{ij} : i 元素定量にさいし共存元素の種類によって定まる常数。

W_j : 共存元素 j の含量。

D_{ij} : i 元素定量にさいし重なりをおよぼす元素 j について Fe— j 系 2 元合金試料を用いて求

めた重なり量を i の標準検量線読取値で表わしたもの。 W_j の関数として表わされる。

j : Fe および i を除く全元素。

補正式検討に使用した装置および設定条件を Table 6 に示した。

Table 6. Apparatus and analytical condition.

Apparatus					VPXQ
Tube target and voltage/current					Pt, 40 KV/30 mA
Measuring time					60 sec c. a.
Element	Line	Crystal	1 st slit	2 nd slit	Detector
Mn	K_α	4'' LiF	0.020''	0.040''	Ar Multitron
Cu	K_α	11 "	0.030	0.060	Ar "
Ni	K_α	11 "	0.030	0.060	Ar "
Cr	K_α	4 "	0.020	0.040	Ar "
Mo	K_α	11 "	0.010	0.020	Kr "
W	L_α	11 "	0.030	0.060	Ar "
V	K_α	4 "	0.020	0.040	Ne "
Co	K_α	4 "	0.015	0.030	Ar "

4.2 W 分析の補正式および補正結果

WL_α 線にたいする重なりの有無を調べるため、既報³⁾の方法にしたがい各種の鉄系 2 元合金試料を用いて WL_α におけるバックグラウンド変化を検討した。これより通常の鉄鋼分析で W 分析上問題になるのは、Ni および Mo のみであることがわかり、 D_{Wj} として (2)

式が得られた。

$$D_{Wj} = 0.0036 W_{Ni} + 0.0015 W_{Mo} \dots\dots\dots(2)$$

Table 7 に示した合金鋼およびその製造過程の試料の標準値および蛍光 X 線強度を測定し、最小二乗法にて常数 $a_{w,j}$ を定めた。これを (3) 式に示す。また (3) 式による補正前後の正確度は Table 7 に示すごとくで、Table 5 に示した W 管球での鋼種別検量線法に

Table 7. Accuracy of correction and content range of samples.

Element	Number of samples	Accuracy before correction	Accuracy after correction	Content range									
				C	Si	Mn	Cu	Ni	Cr	Mo	W	V	Co
		%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%
Mn	48	0.15 ₅	0.09 ₉	~2.3	~2.4	2.3 ~21.3	~4.1	~21.5	~22.1	~3.8			
Cu	26	0.31 ₆	0.03 ₃	~2.3	~2.1	~20.8	0.6 ~4.1	~21.4	~21.4	~3.8			
Ni	134	0.42 ₈	0.09 ₉	~2.2	~2.4	~20.7	~4.1	3.0 ~22.5	~28.9	~3.8	~4.2		~0.9
Cr	188	0.66 ₅	0.08 ₇	~2.4	~2.4	~21.4	~4.1	~21.4	2.3 ~21.5	~10.3	~21.8	~5.9	~25.6
Mo	91	0.17 ₉	0.06 ₉	~2.4	~2.1	~20.4	~4.1	~21.5	~21.5	1.1 ~10.8	~8.2	~5.5	~18.7
W	92	0.26 ₂	0.10 ₀	~2.3	~2.4	~0.5	~0.3	~17.4	~16.8	~10.4	1.6 ~21.3	~5.8	~21.7
V	33	0.55 ₃	0.02 ₈	~2.3	~1.1	~0.7	~0.2	~2.1	~13.3	~9.4	~18.6	0.3 ~5.8	~15.4
Co	58	1.47 ₂	0.11 ₈	~2.3	~0.4	~0.8	~0.3	~15.8	~20.2	~10.8	~21.8	~5.8	0.6 ~26.1

よる正確度に比べ良好な正確度で定量できた。

$$\begin{aligned}\hat{W}_W = & W(X)(1 - 0.0263 W_C - 0.0002 W_{Si} \\ & - 0.0118 W_{Mn} + 0.0255 W_{Cu} - 0.0008 W_{Ni} \\ & - 0.0016 W_{Cr} - 0.0089 W_{Mo} - 0.0018 W_V \\ & + 0.0004 W_{Co}) - (0.0036 W_{Ni} \\ & + 0.0015 W_{Mo}) \dots\dots\dots(3)\end{aligned}$$

4.3 W以外の元素の分析

著者らはW管球使用時の Mn・Cu・Ni・Cr・Mo の分析における共存元素の影響の補正式を呈出³⁾⁴⁾し、またこの補式常数が分析条件によって実用的な差を生

じないことを報告⁵⁾している。今回鋼中W分析の必要性から Pt 管球について検討を行なったが、W以外の重元素について補正式の適用範囲を広め、またより正確な補正式常数を求めるため、上記5元素の補正式の再検討をするとともに新たにVおよびCoの補正式についても検討した。

4.2と同様な方法により各元素に対する共存元素のスペクトル線の重なりの有無を調べると Table 8のごとくになった。また Table 7 に示した試料を用いて各元素定量の補正式常数を求めると(4)~(10)式が得られた。(4)~(10)式による補正前後の正確度は Table 7 に

Table 8. Overlapping of co-existent elements.

Co-existent element	content range	Measured line	Mn	Cu	Ni	Cr	Mo	W	V	Co
			K _α	K _α	K _α	K _α	K _α	L _α	K _α	K _α
Si	0 % ~ 6 %		×	×	×	×	×	×	×	×
Mn	0 ~ 44		—	×	×	×	×	×	×	○
Cu	0 ~ 5		×	—	×	×	×	×	×	×
Ni	0 ~ 50		×	○	—	×	×	○	×	○
Cr	0 ~ 46		○	×	×	—	×	×	×	○
Mo	0 ~ 31		×	×	×	×	—	○	×	○
W	0 ~ 24		×	×	×	×	×	—	×	○
V	0 ~ 3.5		×	×	×	○	×	×	—	×
Co	0 ~ 24		×	×	×	×	×	×	×	—
C	0 ~ 1.8		×	×	×	×	×	×	×	×
S	0 ~ 0.4		×	×	×	×	×	×	×	×
Al	0 ~ 2.7		×	×	×	×	×	×	×	×
Ti	0 ~ 1.0		×	×	×	×	×	×	○	×

○ : overlapping, × : not overlapping

示すごとくで、いずれの元素も良好な正確度で補正できた。

$$\begin{aligned}\hat{W}_{Mn} = & Mn(X)(1 - 0.0041 W_C + 0.0009 W_{Si} \\ & - 0.0083 W_{Cu} + 0.0003 W_{Ni} + 0.0002 W_{Cr} \\ & + 0.0112 W_{Mo}) - 0.0036 W_{Cr} \dots\dots\dots(4)\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\hat{W}_{Cu} = & Cu(X)(1 - 0.0023 W_C + 0.0011 W_{Si} \\ & - 0.0042 W_{Mn} - 0.0064 W_{Ni} - 0.0002 W_{Cr} \\ & + 0.0004 W_{Mo}) - 0.0016 W_{Ni} \dots\dots\dots(5)\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\hat{W}_{Ni} = & Ni(X)(1 - 0.0014 W_C - 0.0060 W_{Si} \\ & - 0.0011 W_{Mn} - 0.0084 W_{Cu} \\ & - 0.0022 W_{Cr} - 0.0063 W_{Mo} - 0.0050 W_W \\ & - 0.0042 W_{Co}) \dots\dots\dots(6)\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\hat{W}_{Cr} = & Cr(X)(1 - 0.0287 W_C + 0.0094 W_{Si} \\ & + 0.0041 W_{Mn} + 0.0011 W_{Cu} \\ & + 0.0035 W_{Ni} + 0.0348 W_{Mo} + 0.0365 W_W \\ & + 0.0123 W_V + 0.0011 W_{Co}) - 0.013 W_V\end{aligned}$$

.....(7)

$$\begin{aligned}\hat{W}_{Mo} = & Mo(X)(1 - 0.0096 W_C - 0.0089 W_{Si} \\ & - 0.0011 W_{Mn} + 0.0082 W_{Cu} + 0.0015 W_{Ni} \\ & - 0.0037 W_{Cr} + 0.0099 W_W + 0.0037 W_V \\ & + 0.0005 W_{Co}) \dots\dots\dots(8)\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\hat{W}_V = & V(X)(1 + 0.0244 W_C + 0.0058 W_{Si} \\ & + 0.0742 W_{Mn} - 0.0068 W_{Cu} - 0.003 W_{Ni} \\ & + 0.0038 W_{Cr} + 0.0276 W_{Mo} + 0.0272 W_W \\ & + 0.0016 W_{Co}) \dots\dots\dots(9)\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\hat{W}_{Co} = & Co(X)(1 - 0.0311 W_C - 0.0556 W_{Si} \\ & + 0.0766 W_{Mn} - 0.0076 W_{Cu} + 0.0056 W_{Ni} \\ & + 0.0286 W_{Cr} + 0.0086 W_{Mo} + 0.0107 W_W \\ & + 0.0197 W_V) + 0.0056 \sum W_j \dots\dots\dots(10)\end{aligned}$$

5. 結 言

鋼中タングステンの蛍光X線分析を検討し下記の結

論を得た。

(1) タングステン管球を用いてタングステンの分析をするとき、十分な繰返精度は得られるが、装置によっては正確度が著しく悪い。

(2) 装置によって正確度が変わるのは検出器に入る管球よりの特性X線量に変化するためで、これは鉄系2元合金試料のバックグランド変化に明瞭に示される。

(3) 各種の蛍光X線分析装置について上記バックグランド量を測定した結果、この装置による正確度の差は入射角・取出角によると推定される。

(4) バックグランド変化が良好な装置について鋼種別検量線法によるタングステン分析を試み、分析可能なことを確認したが、更に良好な正確度で分析するためには管球を変更する必要がある。

(5) タングステン以外の管球として白金管球の使用を検討してタングステン分析の補正式を定め、良好な正確度で分析することができた。

(6) 先に報告した共存元素の影響の補正法について、適用範囲を広め、かつ、より正確な常数を求めるための検討を行ない、マンガン・銅・ニッケル・クロム・モリブデン・バナジウムおよびコバルトについて補正式を定めた。

おわりに各種装置の比較検討について多大な御援助をいただいた島津製作所にたいし厚く感謝いたします。

文 献

- 1) P. K. Koh, B. Caughy; J. Appl. Phys., **23** (1952), 427
- 2) 上中正一, 足立敏夫, 伊藤六仁; 電気製鋼, **36** (1965), 265
- 3) 足立敏夫, 伊藤六仁; 電気製鋼, **35** (1964), 178
- 4) 足立敏夫, 伊藤六仁; 電気製鋼, **34** (1963), 384
- 5) 足立敏夫, 伊藤六仁; 電気製鋼, **36** (1965), 68

UDC 543.422.8:543.426

669.14/.15:546.18+546.22

鋼中りんおよびいおうの蛍光X線分析

新井智也*・足立敏夫**・伊藤六仁**・伏田 博**

Fluorescent X-Ray Analysis of Phosphor and Sulphur in Steels

Tomoya Arai, Toshio Adachi, Minao Ito and Hiroshi Fushida

【概要】

鋼中りんの蛍光X線分析にはモリブデンおよびタングステンの重なりを補正し、いおう分析にはモリブデン・チタンおよびコバルトの重なりを補正する必要がある。スペクトル線の重なり以外の共存元素の影響は小さいが、重なりの補正を行なっても鋼種によって僅かながら検量線が変化する。

高いいおう含有量の試料のいおう分析では測定面調製時に面の汚染が生じ易いので注意が必要である。

1. 緒 言

鋼中のりんおよびいおうの蛍光X線分析はその含有

量が低くかつ軽元素で感度が悪いために、重元素に比べて実用化が遅れていた。しかし最近の装置の改良によって感度が向上し、繰返し精度の点では実用化の段階に近づいてきた^{1)~3)}。

著者らは先に装置の測定条件の検討を行なって精度の向上をはかるとともに、試料の熱処理の影響および

昭和44年5月10日受付

* 理学電機工業(株)

** 大同製鋼(株)中央研究所