

# Application News

## EDX-7200による鉄鋼の分析

顔旭、大和 亮介

### ユーザーベネフィット

- ◆ EDXRFは、WDXRFより設置面積が小さく、冷却水等の付帯設備も不要です。
- ◆ 試料形状の制限が少なく、簡便に分析ができます。
- ◆ JIS G1256で規定される併行分析標準偏差許容値を満たした、精度の高い分析ができます。

### ■はじめに

金属の製造工程における蛍光X線分析には、高精度な波長分散型（以下WDXRF）が主に使用されています。一方で、原料の合金鉄やスラグの成分分析、製品の品種判別ではエネルギー分散型（以下EDXRF）も使用されています。EDXRFはWDXRFに比べ、設置や試料の扱いが容易であることからオンサイトや炉前での使用が可能です。

本稿では、エネルギー分散型蛍光X線分析装置EDX-7200を用いた、検量線法による鉄鋼試料の定量分析、および繰り返し再現性試験による定量精度評価についてご紹介します。

### ■試料

標準試料および未知試料を示します。表1に各元素ごとに検量線作成に使用した標準試料を示します。

#### (1)標準試料

- ・BAS社 CARBON STEEL :  
SS451-1~SS460-1
- ・JSS FXSシリーズ鉄基二元系合金 :  
FXS306~FXS323
- ・MBH社 HIGH-PHOSPHOROUS CAST IRON :  
11XHPC2
- ・低合金鋼標準試料 :  
ST01-5

表1 検量線作成に使用した標準試料

元素	標準試料	点数
Si	SS456-1~SS460-1, ST01-5	6
Mn	FXS306~FXS310, ST01-5	6
P	FXS313~FXS318, 11XHPC2	7
S	SS451-1, SS453-1~SS455-1, FXS319~FXS323, ST01-5	10
Cr	SS451-1~SS455-1, ST01-5	6
Mo	SS451-1~SS455-1, ST01-5	6

#### (2)未知試料

鉄鋼試料 1点

### ■前処理

標準試料、未知試料ともにZ80番のベルダーで表面を研磨しました。研磨後の試料測定面をEDX-7200の試料観察カメラで観察した画像を図1に示します。

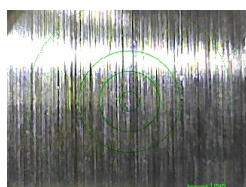
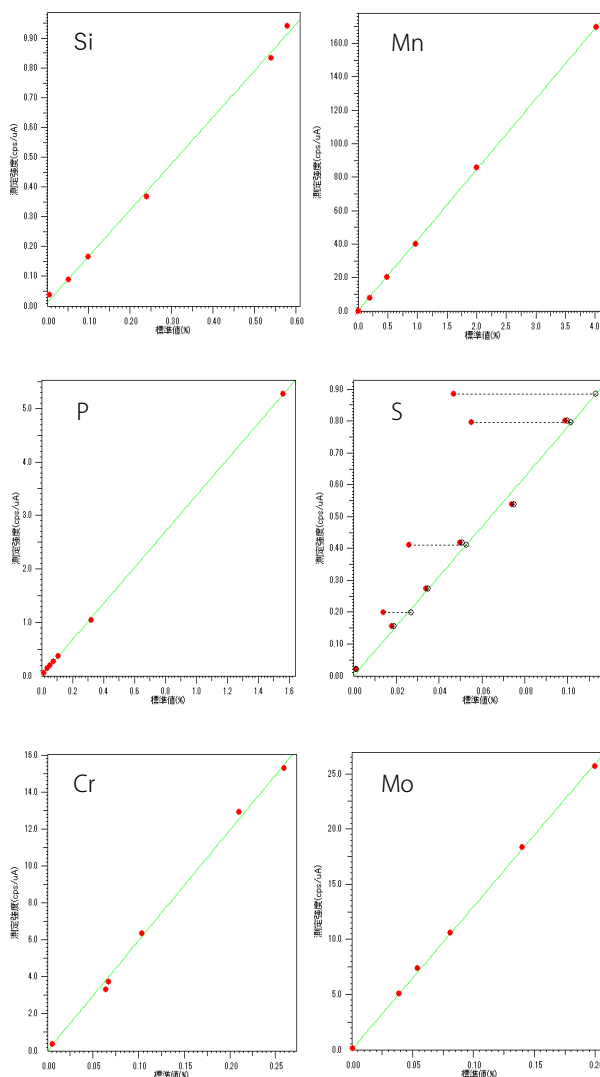


図1 研磨後の鉄鋼試料測定面の観察画像

### ■検量線

標準試料を用いて6元素（Si、Mn、P、S、Cr、Mo）の検量線を作成しました。Crについては、CrK $\alpha$ とFeK $\alpha$  ESCが隣接するため強度重なり補正を行いました。Sについては、SK $\alpha$ とMoL $\alpha$ が重なるため共存元素補正（重なり補正）を行いました。各元素の検量線を図2に示します。

検量線範囲、正確度および理論統計変動から算出される検出下限、定量下限を表2に示します。



横軸：標準値 (%)  
縦軸：測定強度 (cps/μA)

図2 各元素の検量線

表2 検量線の範囲・正確度および検出下限・定量下限

単位 [wt%]

	Si	Mn	P	S	Cr	Mo
検量線範囲	0.006~0.58	0.005~4.02	0.014~1.56	0.0012~0.099	0.006~0.26	0.001~0.2
正確度*	0.0118	0.0206	0.0055	0.0025	0.0057	0.0018
検出下限**	0.0019	0.0042	0.0011	0.0005	0.0019	0.0011
定量下限**	0.0063	0.0138	0.0035	0.0016	0.0063	0.0036

※ 正確度 : 誤差 (定量値-標準値) の標準偏差

※ 検出下限: 含有量0%のときの理論再現精度の3倍

※ 定量下限: 含有量0%のときの理論再現精度の10倍

## ■ 定量分析・併行分析精度

未知試料の10回単純繰り返し再現性試験結果を表3に示します。また、定量値の平均値から、JIS G1256「鉄及び鋼—蛍光X線分析方法」に掲載の併行分析標準偏差許容値 ( $\sigma_r$ ) を算出した結果を併せて示します。計算式は以下の通りです。

$$\log \sigma_r = 0.3892 \cdot \log (X\%) - 2.1107 \quad (X\% \text{ は定量値の平均値})$$

蛍光X線分析装置の性能基準として、併行分析精度は併行分析標準偏差許容値以下でなければなりません。今回の結果はその値を十分満たしています。

表3 未知試料の単純繰り返し再現性試験結果

単位 [wt%]

n	Si	Mn	P	S	Cr	Mo
1	0.0201	0.0487	0.0044	0.0039	0.0290	0.0042
2	0.0204	0.0452	0.0042	0.0039	0.0256	0.0039
3	0.0198	0.0468	0.0044	0.0036	0.0250	0.0045
4	0.0213	0.0484	0.0043	0.0039	0.0286	0.0039
5	0.0210	0.0483	0.0046	0.0039	0.0264	0.0040
6	0.0205	0.0474	0.0044	0.0040	0.0258	0.0039
7	0.0221	0.0480	0.0043	0.0038	0.0262	0.0044
8	0.0217	0.0461	0.0047	0.0039	0.0261	0.0042
9	0.0212	0.0479	0.0041	0.0036	0.0272	0.0046
10	0.0221	0.0461	0.0038	0.0036	0.0258	0.0048
平均値	0.0210	0.0473	0.0043	0.0038	0.0266	0.0042
併行分析精度 (標準偏差)	0.0008	0.0012	0.0003	0.0002	0.0013	0.0003
変動係数[%]	3.9	2.5	5.9	2.2	4.9	7.6
$\sigma_r$ **	0.0017	0.0024	0.0009	0.0009	0.0019	0.0009

※  $\sigma_r$  : 併行分析標準偏差許容値 (JIS G1256)

## ■ まとめ

今回、鉄鋼試料について、検量線法による定量分析および繰り返し再現性試験による精度評価をした結果についてご紹介しました。EDX-7200は、JIS G1256で規定される併行分析標準偏差許容値を満たした分析が可能です。

なお、今回のような精密な分析では測定面の研磨は必要になりますが、EDXRFでは試料形状の自由度が高く、製品の形状のままでも高精度に分析できるケースが多くあります。

## ■ 測定条件

本稿でご紹介した標準試料と未知試料の測定に使用した条件を表4に示します。

表4 測定条件

装置	EDX-7200	
元素	Si, P, S	Cr, Mn, Fe, Mo
X線管	Rhターゲット管球	
管電圧	9 kV	50 kV
電流	自動制御(Max 1000 $\mu$ A)	
フィルタ	なし	#5
測定時間	100 sec	100 sec
X線照射径	$\Phi$ 10 mm	
デッドタイム	最大30%	
雰囲気	真空	

▶ アンケート

**関連製品** 一部の製品は新しいモデルにアップデートされている場合があります。



▶ EDX-7200

エネルギー分散型蛍光X線分析装置  
EDX-7200

## 関連分野

▶ 工業材料・マテリアル

▶ 金属材料

▶ 価格お問い合わせ

▶ 製品お問い合わせ

▶ 技術お問い合わせ

▶ その他お問い合わせ