

エネルギー分散型蛍光X線分析法による 少量鉄鋼試料の組成分析

横田文昭*¹、清水彰子*²、加藤久也*³

Compositional Analysis of Milligram Amounts of Steel Samples by Energy Dispersive X-ray Fluorescence Analysis

Fumiaki YOKOTA, Akiko SHIMIZU and Hisaya KATO

Technical Consulting Division, AITEC^{*1,2} Department of Industry and Labor^{*3}

一点補正 / エネルギー分散型蛍光X線分析法による 10 又は数 mg 程度の少量鉄鋼試料（ステンレス鋼、高速度工具鋼）の主成分元素の分析を試みた。それぞれの分析値の精度を相対標準偏差（RSD,%）で、正確さを保証値からの相対誤差（Relative Variance: RV,%）で評価し、材質の推定が可能か検討した。その結果、以下のことが明らかとなった。

- 1) ステンレス鋼の主成分 Cr、Ni は、2mg 以上の試料量があれば、RSD 値で 3.9%以内、RV 値で-1.8 ~ +5.7%の範囲で定量を行うことができ、材質の推定は可能と判断された。
- 2) 高速度工具鋼中に数%以上含まれている主成分（Cr、Mo、W 及び Co）は、5mg 以上の試料量があれば、RSD 値で 4.9%以内、RV 値で-4.8 ~ +4.9%の範囲で定量を行うことができ、ステンレス鋼同様材質の推定は可能と判断された。

1. はじめに

ステンレス鋼及び高速度工具鋼は、耐食性、耐摩耗性及び硬度等を向上させるため、Fe に Cr、Ni、W 及び Mo 等の元素を加えたものであり、鉄鋼を代表する鋼材である。これらの鋼材は、その用途により添加元素の種類とその量及びその分析法が JIS に定められている。

JIS 法により、これら鋼材の分析をするには、一般に 0.5~5g の試料量が必要である。一方、製品にされた物の分析や、異物として混入した場合の調査等、極少量しか試料が入手できない場合がある。

エネルギー分散型蛍光X線分析法は、非破壊でしかも試料の前処理も不要であることから簡便かつ迅速な分析法として広く用いられている¹⁾が、数 mg の試料量を対象にした金属試料の報告は銅合金²⁾を対象にした報告があるのみであり、鉄鋼試料の報告例はない。

そこで、本研究においては、10mg 以下の少量試料を用いて、同分析法による主成分元素の組成分析を試み、その精度及び正確さから、材質の推定が可能か検討した。

2. 実験方法

2.1 供試標準試料

ステンレス鋼及び高速度工具鋼は、分析保証値のついた 2 種の標準試料を用いた。ステンレス鋼の供試標準試料としては、(社)日本鉄鋼連盟製の日本鉄鋼認証標準物

質ステンレス鋼シリーズ JSS 652(SUS316)及び 654(SUS310S)、高速度工具鋼の供試標準試料としては、(社)日本鉄鋼連盟製の同じく高速度工具鋼シリーズ JSS609-9 (SKH55)及び 608-8 (SKH4) を用いた。

2.2 装置、測定及び測定条件

エネルギー分散型蛍光X線分析装置は、セイコーインスツルメンツ(株)製卓上型蛍光X線分析装置 SEA2010L を用いた。その測定条件を表 1 に示す。

表 1 測定条件

対陰極物質	Rh
X線管電圧	50kV
X線照射径	10mm
測定雰囲気	真空
測定時間	100sec

測定は、供試標準試料をそのままの状態でマイラー容器にそれぞれ 10、5、2mg 量り取り、表 1 の測定条件で行った。

また、定量計算においては、ファンダメンタルパラメータ法を用い、供試標準試料を一つ用いて補正（ステンレス鋼は 652、高速度工具鋼は 609-9）を行う一点補正を施した³⁾。

*1 技術支援部 加工技術室 *2 技術支援部 材料技術室 *3 産業労働部 商業流通課

3. 実験結果及び考察 微量試料への適用

本法を2種のステンレス鋼標準試料及び2種の高速度工具鋼標準試料2、5、10mgに適用した。その蛍光X線分析結果を表2に示す。なお、測定は5回行った。

分析値の精度は、相対標準偏差(RSD,%、RSD値と略記)で、正確さを示す指標として保証値からの相対誤差(Relative Variance,%)を用いた。ここで、Relative Variance(%) = [(測定値 - 保証値) / 保証値] × 100である(RV値と略記)。

表2に示すように、ステンレス鋼の主成分Ni及びCrについては、2mg以上の試料量があれば、精度(RSD値3.9%以内)及び正確さ(RV値-1.8~+5.7%)を損なうことなく定量できることが分かった。また、Mn及びMoも1%以上の含有量があれば、RV値はNi及びCrに比べ劣るものの、本分析法の分析値から材質の推定は可能と判断される。同様に、高速度工具鋼についても数%以上の含まれている主成分4元素(Cr、Mo、W及びCo)については、5mg以上の試料量があればステンレス鋼と同様に材質の推定は可能と判断される。

4. 結び

筆者らは、依頼業務として鉄鋼材料の組成分析を行っているが、異物として混入した場合の調査など数mgの試料量(JIS法の約1/100以下の量)から材質の推定ができないかという相談をよく受ける。そこで本研究ではステンレス鋼及び高速度工具鋼を対象に検討し、2~5mg程度の少ない試料量でも、一点補正を行うことにより、材質の推定ができることを見いだした。本分析法は非破壊であり、かつ分析経験が少ない人でも短時間で分析可能な方法であり、企業でも採用可能と考える。

文献

- 1)例えば、永嶋仁：鉄と鋼、**85**(2)、1(1999)
- 2)清水彰子、横田文昭：愛知県工業技術センター報告、**37**、66(2001)
- 3)H.Sakata：Adv. X-ray Chem. Anal., jpn., **24**、27(1993)

表2 微量鉄鋼標準試料の蛍光X線分析結果

ステンレス鋼											
標準試料	元素	保証値	10mg ^{a)}			5mg			2mg		
			測定値	RSD(%)	RV(%) ^{b)}	測定値	RSD(%)	RV(%)	測定値	RSD(%)	RV(%)
JSS 652	Cr	17.44	17.32 ^{c)}	2.02	-0.69	17.15	1.79	-1.66	17.54	2.86	0.57
	Ni	11.79	11.74	2.42	-0.42	12.35	2.89	4.75	12.14	3.30	2.97
	Mn	1.94	1.92	2.55	-1.03	1.95	6.69	0.52	2.10	4.68	8.25
	Mo	2.46	2.55	2.51	3.62	2.76	7.86	12.03	2.59	4.49	5.20
JSS 654	Cr	24.87	25.27	0.71	1.61	24.69	0.66	-0.72	25.01	2.19	0.56
	Ni	19.12	18.77	1.49	-1.83	20.20	0.98	5.65	19.89	3.89	4.03
	Mn	0.97	0.71	12.76	-26.80	0.81	10.30	-16.49	0.82	17.49	-15.46
	Mo	0.039	0.021	18.17	-46.15	0.025	38.19	-35.90	0.030	101.0	-23.08
高速度工具鋼											
標準試料	元素	保証値	10mg			5mg			2mg		
			測定値	RSD(%)	RV(%)	測定値	RSD(%)	RV(%)	測定値	RSD(%)	RV(%)
JSS 608-8	Cr	3.99	4.02	2.99	0.85	3.90	3.43	-2.23	4.04	1.92	1.30
	Mo	0.41	0.40	3.53	-2.44	0.34	30.50	-17.07	0.34	8.64	-17.07
	W	17.03	16.94	0.80	-0.53	16.22	1.63	-4.76	17.44	2.16	2.41
	V	0.99	0.77	14.62	-21.82	0.81	8.23	-18.08	0.45	33.99	-54.24
	Co	9.09	9.25	0.77	1.77	9.16	1.94	0.73	8.90	1.55	-2.13
JSS 609-9	Cr	4.01	4.03	1.71	0.55	3.95	2.02	-1.52	3.92	9.95	-2.27
	Mo	4.84	4.84	4.99	0.00	4.92	3.78	1.65	4.60	5.91	-4.96
	W	6.11	6.29	3.36	2.95	6.21	4.38	1.64	7.18	18.37	17.51
	V	1.85	1.93	8.80	4.32	1.67	11.62	-9.95	1.55	42.23	-16.05
	Co	4.66	4.89	3.82	4.89	4.65	4.66	-0.17	4.51	5.07	-3.30

a) 試料量り取り量 b) Relative Variance(%)=[(測定値 - 保証値) / 保証値] × 100 c) 5回の測定の平均値