

非破壊品質評価技術の向上に関する研究開発事業

The research and development project on the improvement of non-destructive quality evaluation technology

高柳和弘・天間毅

X線を用いた非破壊分析法である蛍光X線分析法やX線回折法は、試料の前処理や操作が比較的容易で、金属・セラミックスなどの無機材料のスクリーニングや異物の同定などに用いられている。

当所でも技術指導・依頼試験等で材質判定や異物分析を蛍光X線分析装置やX線回折装置を用いた分析・解析で行っている。

蛍光X線分析ではFP(ファンダメンタルパラメーター)法と呼ばれる、標準試料を必要としない、半定量分析法と呼ばれる手法を、異物分析や未知試料分析などで利用しているが、測定する元素すべての強度を元に装置付属の解析ソフトによって算出された含有量であるため、測定値が推定した鋼種のJIS規格値と一致しない場合もあり、その定量値が問題となっている。そこで、当所所有の蛍光X線分析装置におけるFP法の測定誤差を明確にして分析結果の信頼性の向上を図ることを目的に、鉄鋼材料の測定値について誤差を検証し、以下の結果が得られた。

- (1)Mn、Cr、Niについては標準試料の含有量(以下標準値)との誤差が、Mn、Cr、Niでそれぞれ-9%、6%、-3%であった。0.3%程度の低含有量では10%以上の誤差であったが、高含有量となるほど誤差は小さくなった。測定のばらつきは測定値の $\pm 2\sim 5\%$ であった。
- (2)Moは標準値の30%(1.3倍)程度の誤差であった。
- (3)Siは標準値の50%(1.5倍)程度の誤差であった。
- (4)Pは0.04%以下の低含有量の場合、FP法による定量値の算出は困難であった。

蛍光X線分析装置による迅速な分析は重要な技術支援ツールであるが、上述の結果からFP法での定量分析値の取り扱いは、元素によっては測定誤差を把握した上で解析し、その他の分析手法による結果やヒアリングの情報などを総合して鋼種等を推測する必要があると考える。

次にX線回折法については、当所では財団法人JKA「平成23年度公設工業試験研究所の設備拡充補助事業」を活用して、X線回折装置を更新したので、高精度測定の可能性を探るため性能の評価を行った結果、以下のとおりであった。

- (5)半導体検出器を用いることによりシンチレーションカウンタでの測定に比べ10~25倍の高速測定が可能であり、3倍以上の測定強度が得られた。
- (6)集中法と平行法を簡易に切替えられ、集中法では高速・高強度測定が行え、平行法では面の凹凸に依存しない測定が可能である。

以上のような特徴を生かした高精度な測定が可能になり、今後企業支援の強化拡充を図るとともに県内機械工業の振興と技術力向上への寄与が期待できるものと考えている。

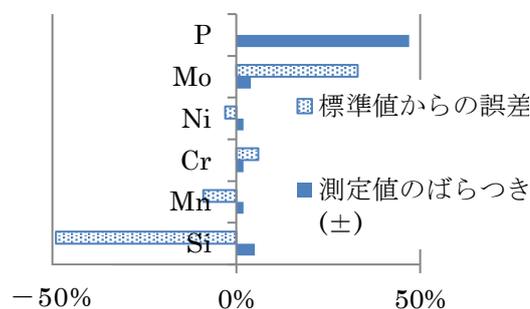


図 測定値のばらつきと誤差



写真 X線回折装置