

(155)

70431

吸収端利用の実験例

(EPMA分析における吸収端利用-Ⅱ)

豊田中央研究所 ○知久健夫 織田勇三 佐々木洋

1. 緒言 前報(I)において、吸収効果の利用法および膜厚推定法に関する基礎的裏付けを行なった。本報では発生関数 I_{P} の決定、およびⅡ、Ⅲの応用例について述べる。

2. 実験方法 測定は、ARL-島津製EPMAを用いて行なった。測定条件は、加速電圧30KV、X線取出し角、52.5°、電子線径、約2 μ m、照射電流、約0.05 μ Aである。

3. I_{P} の決定 X線発生関数 I_{P} に関しては、それか特性X線の場合には、Casting 5により求められている様に原子番号によらず PX のみの関数で表わされる。しかし、連続X線の発生関数はまだ明確にされていないが、特性X線の場合と同様に PX のみの関数で表わし得るとすれば、連続X線の発生関数も特性X線の場合と同様に取扱うことが出来る。

前報(I)の(2)、(3)式の計算は極めて複雑である。この計算の簡単化のために、発生関数を図1に示す様に2つの直線で近似した。この様な近似を行なうと現実にも程度の誤差を生じるかの検討を行なった。その結果、2つの直線による近似を行なった発生関数を用いて定量補正を行なった場合と、従来の発生関数を用い、Philibertの定量補正を行なった場合を比較すると、相対誤差5%以下で一致している。

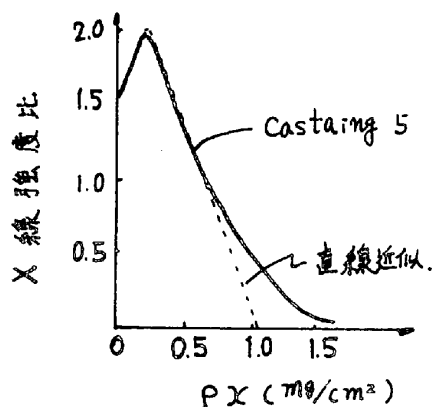


図1. 特性X線発生関数

4. 介在物への応用例

4.1 不銹鋼中に存在する介在物(長さ約10 μ m, 巾数 μ m)の定性分析の結果、Fe, Mn, S が検出された。介在物かMnの硫化物か、Fe-Mn系の硫化物かの判定は、従来の分析法では困難である。しかし、この試料において、Fe-K α , Fe-K β の他にMnのK吸収端が入ることを利用して、Fe(K β , K α)特性X線の吸収のされ方から介在物の状態を判定出来る。前報(I)の(2)式よりRを測定し、これを計算値と比較すると、介在物はMn系の硫化物であり、上記Fe-K α は下地である不銹鋼部分から発生した特性X線であると結論された。この様に、介在物はMn-S系である事が判明したので、前報(I)の(4)式を用いる事により、介在物の厚さを推定することが出来る。この結果、介在物の厚さは、約6200 \AA であることが推定された。

4.2 鉄鋼中に存在する介在物(約10 μ m)の定性分析の結果、Caを主成分とし、Fe, O, Al, Si, Ti が検出された。この場合も、検出されたFeが介在物中にも含まれているのか、或いは下地金属からのみのものであるかの判定は、従来の分析方法のみでは困難である。しかし、Fe吸収端前後の連続X線強度を測定し、R(前報の(3)式)を求め、これを計算値と比較すると、介在物の組成はCaを主成分とする酸化物であり、Fe-K α は下地金属から発生した特性X線であると結論された。介在物の組成がCaを主成分とする酸化物であることが判明したので、前報(I)の(4)式を用いることにより、この介在物の厚さを推定することが可能となる。この結果、介在物の厚さは、約8300 \AA であることが推定された。

5. ち づ け 下地金属の影響を考慮しなければならない場合、例えば、1~2 μ 以下といった薄いメッキ膜、表面処理層あるいは、微小介在物などを分析する場合、本報告に示す様な吸収効果を利用することにより、下地金属からの特性X線と分析対象物からの特性X線を識別することが可能となる。更に、分析対象物のみの組成がわかれば、同時にその厚さをも推定することが可能である。