

新日本製鐵 生産技術研究所 曾我 弘, 川島捷宏, ○北村公一
小早川勲, 渡辺準之

1. 緒 言 前講演大会(第102回)で開発報告をした
鋳片大断面二次元定量分析装置マクロアナライザー(M.A.)に
於て, その基本特性の確認実験をしたところ良好な結果を
得たので報告する。

2. 実験内容及び実験結果

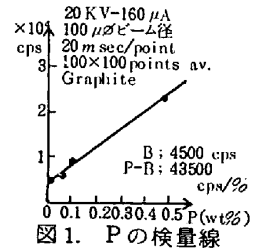
2.1 精度と検出限界 一般にEPMA等における検出限
界(L.D.)は次式により評価されている。

$$L.D.(3\sigma) = 3 \cdot \frac{\sqrt{B}}{A} \cdot \sqrt{\frac{2}{t}} \dots\dots\dots (1)$$

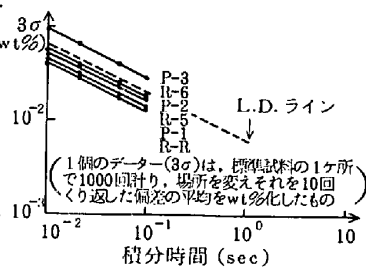
但し, A ; 単位濃度あたりの計数率
B ; バックグラウンド計数率
C ; 積分時間

表 1. 標準試料成分表 [wt%]

| | C | P | S | Si | Mn | Al |
|-----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| R-R | 0.006 | 0.002 | 0.002 | 0.008 | 0.005 | 0.006 |
| R-5 | 0.820 | 0.057 | 0.096 | 0.650 | 1.900 | 0.860 |
| R-6 | 0.810 | 0.480 | 0.095 | 0.620 | 1.930 | 0.860 |
| P-1 | 0.010 | 0.016 | 0.001 | 0.003 | 0.002 | 0.008 |
| P-2 | 0.008 | 0.100 | 0.001 | 0.003 | 0.004 | 0.012 |
| P-3 | 0.008 | 0.480 | 0.001 | 0.006 | 0.015 | 0.013 |



M.A.において表1に示すPの濃度0.002~0.48の6個の標準試料により得られたPの検量
線図は図1であり, これよりX線の統計変動をもとに(1)式からPのL.D.を計算すると
0.0065wt%(1秒3σ)となり, EPMA(通常1秒3σで約0.01wt%程度)よりも優れている。
また表1の6個の標準試料について, 積分時間を変えて実測したデータの標準偏差(試料
同一点を同一時間で10³回測定した, その濃度・積分時間における測定のバラツキ)を求め
ると図2のようになり, (1)式より得られたL.D.(X線の統計変動)とほぼ同じ値を示し(濃
度と共に増加するが)また傾きも一致することから, M.A.
の装置安定性は非常に優れ, 検出限界は積分時間の平方根に反比例して時間と共に減少して
いくことが確認できた。



2.2 研磨と試料歪みの影響 図3は, 100×100mm範
囲のPの偏析マッピングであり, (a)#320研磨で水平固定(b)#320
研磨で試料を左右に最大8mmだけ傾け固定(c)#80研磨で水
平固定である。(a)(b)(c)より#80研磨及び数mmの試料歪みを有
する試料でも極めて精度良く分析できることがわかり, 例えば
A-A'に沿うwt%ラインプロットに比べてもピーク値は一致していた。

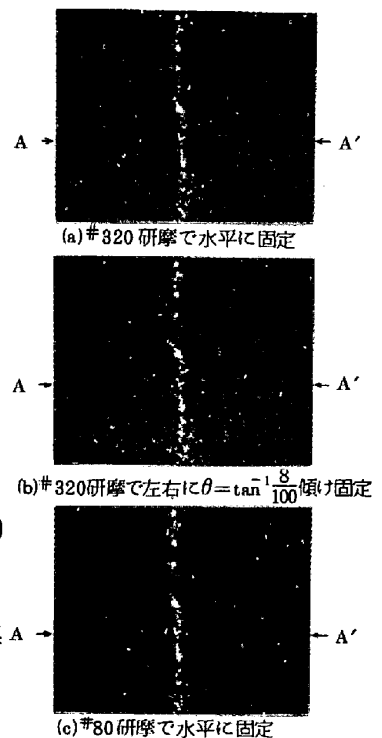


図3. Pマッピング
(100×100mm範囲, 20 msec/point)
(200μφビーム, 200μステップ)

2.3 ビーム径と検出分解能 図4はCa介在物の分析例で(a)は, 40μステップ(100μφビ
ーム)で, (b)は200μステップ(200μφビーム)を5倍ズームアップし(a)と同じ大きさにしたもので
ある。両者は良く対応し(a)の左上の介在物が2×2ポイントであり (b)で1ポイントとして検出
される事からCaの感度は極めて高く, 200μφビームで
80μ以下のCa介在物が検出可能であることがわかった。
図5は, 100μφビーム・40μステップでPのマッピングと
ワレの同時表示をしたもので, これより100μφビーム・
40μステップの分析でも高分解能かつ十分にシャープな
マッピングが得られること及び反射電子を利用してのワ
レ判別は有効で, 偏析とワレとの対応等を究明する上で
極めて便利であることが確認された。また, 図5に示す
鋳片のP,Sスポット偏析をビーム径を変えて分析した結果
(100μφ, 200μφ, 500μφ), ビーム径とバックグラ
ンドレベルは余り関係がなく, 500μφビームでも数100μ
のP,Sスポット偏析は十分検出可能であることがわかった(但し, 積分時間は20 msec/ポイント)。

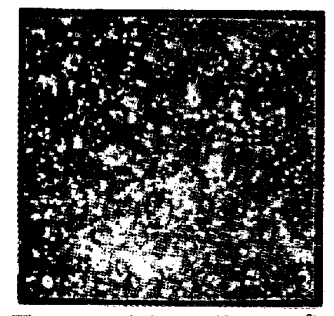


図5. 100μφビーム, 40μステップに
よるPのマッピングとワレの
同時表示(20×20mm範囲で
ありワレは黒で表示)

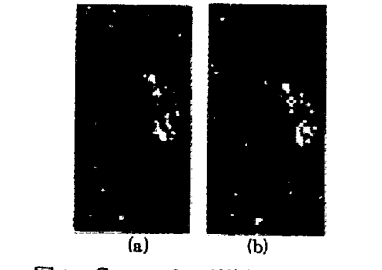


図4. Caマッピング例(7×14mm)
(a); 100μφ, 40μステップ
(b); 200μφ, 200μステップで
画像を5倍ズームアップ

3. 結 言 鋳片大断面を迅速かつ定量的に二次元分析するマクロアナライザーにおいては, 大径ビーム + 長焦点電子
光学系及び大電流照射 + 平板結晶というハードの開発によって, 極めて高精度で試料表面粗さ及び歪みに強く, 検出分解能
の高い基本特性が実現されたことが確認された。