

ファンダメンタルパラメータ法による蛍光X線分析の信頼性評価（第2報）

— 分析値に及ぼす試料状態の影響 —

材料科 植松俊明 田中宏樹* 田光伸也

Reliability in analytical values of X-ray fluorescence analysis by means of fundamental parameter method (2nd Report)

— Effect of sample condition on analytical values in steel with microanalysis of energy dispersive X-ray spectroscopy —

Toshiaki UEMATSU, Hiroki TANAKA and Shinya TAKO

Keywords : X-ray fluorescence analysis, fundamental parameter method, reliability

キーワード：蛍光X線分析、FP法、精確さ

1 はじめに

エネルギー分散型蛍光X線分析装置ではファンダメンタルパラメータ法（以下、FP法）を用いることで標準試料を使用せずに各元素の含有率の推定値を迅速に求めることができる。また、分析領域を小さくすることができるため、製造工程中に発生する異物や付着物などの解析に用いられている。ただし、得られる分析結果の精確さは分析装置の経年劣化、分析条件、試料状態などの様々な要因に影響を受けることが知られているため、分析結果を有効に活用するためには、測定者が分析結果の信頼性を把握しておく必要がある。

そこで、本研究ではエネルギー分散型蛍光X線分析装置を用いて、X線の照射径と試料状態の変化がFP法で算出した分析値に及ぼす影響を調査した。

2. 方法

試料はクロムモリブデン鋼を用い、図1に示す円板、ドリル加工で生成した切りくず、切りくずを蒸留水で腐食させた腐食物の3種類とした。切りくずと、黒色部（以下、黒色物）と褐色部（以下、褐色物）に分離し

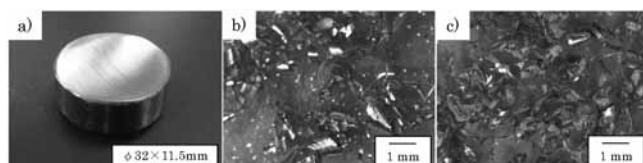


図1 試料外観

a) 円板、b) 切りくず、c) 腐食生成物

表1 使用機器及び分析条件

エネルギー分散型蛍光X線分析装置	
使用機器	SAE5120A (株式会社アイナテクノロジー)
導入年	平成19年
管球	Rh
管電圧	50kV
雰囲気	真空
照射径	0.1mm、1.0mm、2.5mm

た腐食物はそれぞれスチロールケース上に採取し、測定に供した。測定は表1に示す蛍光X線分析装置及び分析条件で行った。

3 結果および考察

X線の照射径（分析領域）を0.1mmとし、各試料をFP法で測定した結果を図2に示す。円板では主な合

外観	分析領域	
状態 分析値	円板 Fe:96.9%, Cr:1.22%, Mo:0.18% 他	切りくず Fe:97.0%, Cr:1.23%, Mo:0.08% 他
外観		
状態 分析値	腐食物（黒色物） Fe:96.0%, Cr:0%（検出不可）, Mo:0.02% 他	腐食物（褐色物） Fe:96.6%, Cr:0.31%, Mo:0.01% 他

図2 試料の状態による分析値の変化

*）現 静岡県工業技術研究所 金属材料科

金元素であるクロム (Cr) の分析値が1.22%、モリブデン (Mo) が0.18%であったが、切りくずではMoの分析値が0.08%、黒色物、褐色物ではCr、Moの分析値が大幅に低下した。

次に円板と切りくずの照射径によるCrの分析値の変化を図3、Cr-K α のX線強度(信号量)を図4に示す。円板では照射径によらず分析値は1.2%程度であった。一方、切りくずでは照射径が0.1mmで1.2%程度、2.5mmでは0.8%程度となり、照射径が大きくなることで分析値は変動した。円板のCr-K α のX線強度は照射径が大きくなることで28.0 cpsから82.5 cpsに増加するが、切りくずでは26.1 cpsから0.9 cpsに低下した。

この要因としては次の点が挙げられる。(1)照射径の拡大とともに信号量は増加するが、信号量が過剰になると照射するX線のエネルギーを低下させ、信号量を制限すること、(2)切りくずでは照射径に対して試料が小さいために、試料以外の部分からも信号が発生し、全体の信号量に対する試料の信号の割合が小さくなることである。

また、腐食物の試料サイズは照射径よりも大きかったことから、元素の選択腐食などが分析値に影響を及ぼすと考えられる。

4 まとめ

エネルギー分散型蛍光X線分析におけるFP法の分析値に及ぼすX線の照射径と試料状態を調査した。切りくずなどの微小な試料を測定する場合には照射径は試料サイズと同等以下が望ましいが、分析値は分析条件以外に腐食などによる試料状態によって大きく変動することから、異物や付着物の解析を行う場合には注意が必要となる。

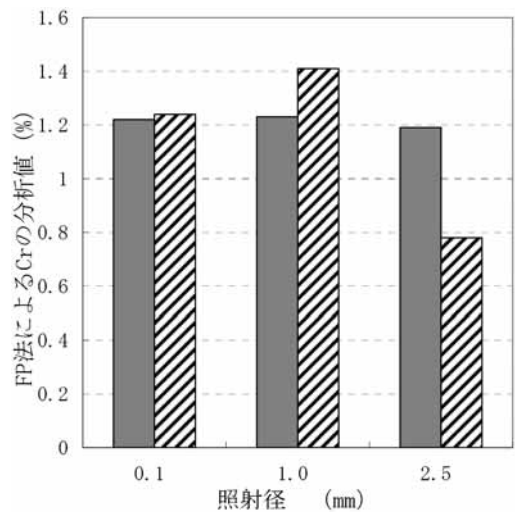


図3 照射径による分析値の変化

■ 円板、 ▨ 切りくず

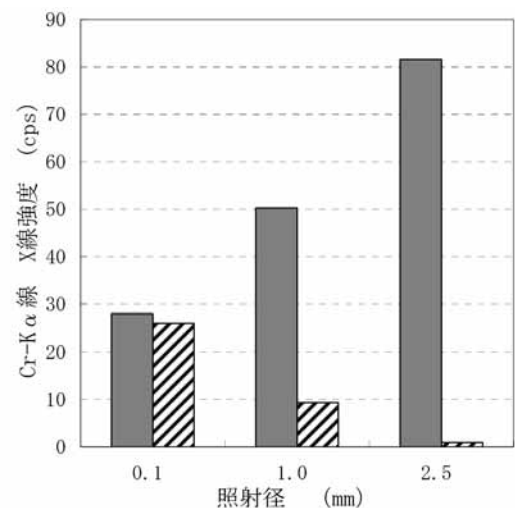


図4 照射径によるX線強度 (Cr-K α) の変化

■ 円板、 ▨ 切りくず