

研究テーマ	波長分散型蛍光 X 線分析装置の測定精度向上に関する研究		
担当者 (所属)	阿部治・尾形正岐・山田博之 (機械電子)		
研究区分	経常研究	研究期間	平成 28 年

【背景・目的】

波長分散型蛍光 X 線分析 (WDX) では、できるだけ大きな面積かつ平滑な平面に対して X 線を照射することで、安定かつ高分解能な測定が行える。しかし、十分な面積や平滑面が確保できない場合も多いが、試料表面の状態や処理方法の違いによって、測定結果がどのように変わるのかについての報告は少ない。また企業から持ち込まれる試料によっては表面に除去しきれない傷や穴が存在する場所があるが、測定にどの程度影響しているか不明なケースがある。そこで、測定面の状態が波長分散型蛍光 X 線分析に与える影響について調査した。

【得られた成果】

低合金鋼およびステンレス鋼の標準物質において、試料表面の加工方法がWDXの測定に与える影響について調べた。試料の測定面には、ベルト研磨 (ベルト速度 432mm/min, アルミナ砥粒#400, #240, #40), 手動研磨 (SiC砥粒#220), フライス加工 (加工径φ50, 回転数770min⁻¹, 送り速度20, 300, 600mm/min) を行った (図1, 図2)。試料を回転させながら、測定径φ30mm, 測定元素範囲B-Uの条件で定性分析を実施し、検出した元素の質量濃度をファンダメンタルパラメータ (FP) 法による半定量計算により求めた。

その結果、ベルト研磨ではAl, 手動研磨ではAlおよびSiの質量濃度がフライス加工よりも高くなっており、砥粒の残留が認められた。測定する元素によっては注意が必要である。

また図3に、ベルト研磨で砥粒の番手を変えた場合、およびフライス加工で送り速度を変えた場合のSiの質量濃度の測定例を示す。表面粗さおよび送り速度が小さくなるにつれて、Siの質量濃度の測定値が大きくなる傾向が見られた。ベルト研磨では砥粒の番手が#240以上、フライス加工では送り速度が300mm/min以下であれば、認証値との誤差が10%以内の測定結果が得られることがわかった。

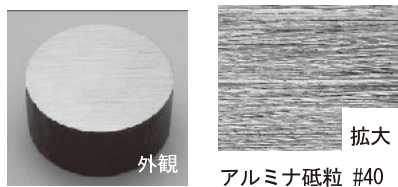


図1 ベルト研磨した標準物質の例

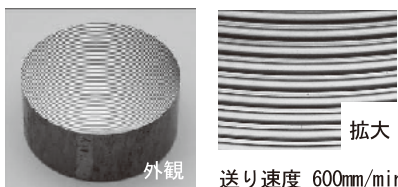


図2 フライス加工した標準物質の例

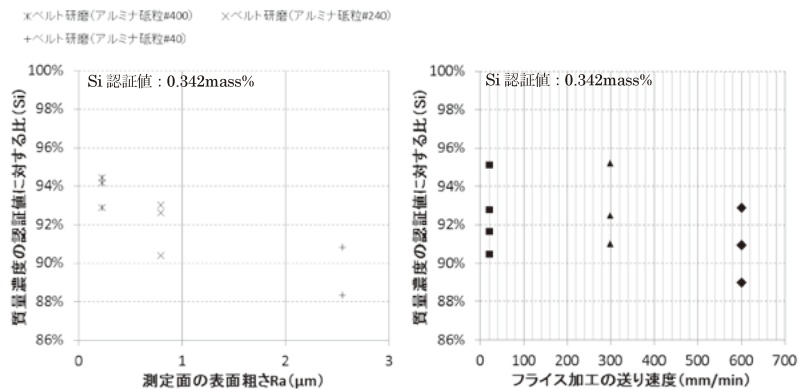


図3 標準物質BCS/SS-CRM No. 406/2のSiの質量濃度の測定結果

【成果の応用範囲・留意点】

WDX測定時に試料を回転させて測定している一方で、表面粗さは一方向の測定値であるため、単純な相関関係ではないことに注意が必要である。フライス加工については同一加工条件でも試料の材質や工具・砥粒の種類によって、表面粗さや残留砥粒が変化するため、WDXの測定結果も変化する可能性があることに注意が必要である。