

蛍光 X 線分析法における試料表面状態の影響について

1. はじめに

蛍光 X 線分析法は、迅速に多元素同時分析が可能であり、広い定量範囲で分析精度がよいことから、鉄鋼材料の製造工程管理や品質保証などで広く使用されています。この分析法は、蛍光 X 線の分光法により波長分散型分光法(WDX)とエネルギー分散型分光法(EDX)の二つに分けられます。当センターでは、WDX を使用した蛍光 X 線装置を用いて JIS G 1256「鉄及び鋼-蛍光 X 線分析方法」に規定された塊状・板状の鉄鋼試料の定量分析を行っています。ここでは、当該装置(図1)による定量分析と分析事例を紹介します。



図1 波長分散型蛍光 X 線分析装置

2. 検量線法による定量分析方法

まず初めに、試料と構成元素が類似した濃度既知の標準試料を用いて検量線を作成します。次に試料の蛍光 X 線強度を測定し、あらかじめ作成した検量線を使って試料の構成元素濃度を求めます。したがって、試料で発生する蛍光 X 線の強度を正確に測定する必要があります。しかし、発生する蛍光 X 線の強度は、①試料の組成、共存元素、②蛍光 X 線分析装置の性能、③試料の形状、表面状態によって影響を受けます¹⁾。

3. 鉄鋼の分析事例

今回、試料分析面の表面粗さの違いが及ぼす蛍光 X 線の強度への影響について紹介します。用意した試料A、Bは同一組成の鉄鋼材料であり、

試料調製方法が異なります。分析面を試料Aは鏡面研磨し、試料Bは研磨ベルト(コランダム #120)で研磨しています。なお、試料A、試料Bの表面粗さはそれぞれ0.019 μm 、1.046 μm です。

リンおよび硫黄の測定結果を表1に示します。リンの蛍光 X 線強度は、試料Aの方が試料Bに比べて強くなりました。硫黄の蛍光 X 線強度についても同様の結果となりました。一般に表面粗さが小さいと蛍光 X 線の取り出し方向での試料内吸収が小さくなるため、蛍光 X 線強度が強くなります²⁾。今回測定した試料Aは、試料Bに比べて表面粗さが小さくなっており、このことが試料Aのリンや硫黄の蛍光 X 線強度が強くなった原因と考えられます。

表1 リンおよび硫黄の蛍光 X 線強度

試料 (表面粗さ μm)	リン	硫黄
A (0.019)	6.064	20.931
B (1.046)	6.033	20.868

以上のように同一の試料であっても、表面粗さが分析値に影響を及ぼします。特に軽元素ほど粗さの影響を受けやすいと言われています³⁾。そのため、蛍光 X 線強度を測定する際は試料の研磨方法を定めておき、試料間の表面粗さを統一することが、より正確な定量分析を行う上で重要になります。

4. おわりに

当センターでは、蛍光 X 線分析装置の他、炭素計、硫黄計及び ICP 発光分析装置を用いた鉄鋼材料の定性・定量分析を行っています。

お気軽にご相談ください。

参考文献

- 1)中井 泉(編集), 蛍光 X 線分析の実際, 朝倉書店
- 2)JIS G 1256 鉄及び鋼-蛍光 X 線分析方法
- 3)蛍光 X 線分析の手引き, (株)リガク



産業技術センター 化学材料室 青井昌子 (0566-24-1841)

研究テーマ: 金属材料の定性・定量分析方法

担当分野: 無機材料