

(331) 蛍光X線法によるターンシートメッキ部の組成およびメッキ厚の同時分析

新日本製鐵(株) 製品技術研究所 渡辺俊雄 ○橋口栄弘
佐藤秀之

I 緒言 ターンシートは薄鋼板にPb-Sn合金を溶融メッキしたものであり、メッキ部の構造は図1に示すようにPbの中にSnが島状に散在している(常温ではPb-Snはほとんど固溶しない)。このような合金メッキの分析は(イ)メッキ層内組成の不均一、(ロ)メッキ厚み方向の濃度勾配、(ハ)メッキ厚みの変動、のために機器による非破壊分析は困難であった。例えば蛍光X線分析する場合、メッキ厚の変動が影響しないように透過能(臨界厚)の小さいSnL線又はPbM線を測定すると、メッキ厚み方向の濃度勾配のためにメッキ層平均組成を求めることはできなかった。

II 測定原理 新しく開発した蛍光X線分析方法は次の原理による。

ターンメッキの通常の厚みは10μm以下であるから、これよりも透過能の大きいSnKα線およびPbLβ線のX線強度を測定し、これらを純Sn、純PbからのX線強度との強度比で表示して I_s 、 I_p とする。これらはメッキ組成(Sn%) x 、メッキ厚(g/cm²) y との間に次の二式のような理論的關係がある。

$$I_s = \frac{x}{100} \{1 - \exp(-B \cdot y)\} A/B \quad (1)$$

$$I_p = \frac{(1-x)}{100} \{1 - \exp(-D \cdot y)\} C/D \quad (2)$$

ただし、A: SnKαに対する純Snの質量吸収係数、

B: SnKαに対するターンメッキの質量吸収係数、

C: PbLβに対する純Pbの質量吸収係数、D: PbLβ

に対するターンメッキの質量吸収係数である。

上記二式を解くことにより、メッキ組成およびメッキ厚が同時に求まる。

(1)、(2)式を解くには、計算機により漸近法で解くか、又は図式解法による。図式解法は、予め図2のように理論的な I_s 、 I_p の等X線強度曲線を書いておき、この中に未知試料からの I_s 、 I_p の交点を求めて、その交点の横軸を読みとってSn%とし、縦軸を読みとってメッキ厚とする。

III 結果 本法の正確度を確認するために各種のターンシートを本法により分析した結果と化学分析結果と比較して表1に示す。メッキ組成およびメッキ厚ともに化学分析結果と良く一致している。又、本法は理論式で定量化するために基準物質として純金属を使用するだけで標準試料は不要なので、標準試料のバラツキによる誤差はなく、良好な精度である。

IV 結言 組成が不均一で厚み変動する合金メッキの二成分のX線強度を測定する理論的方法で、メッキ組成およびメッキ厚を同時に分析することができた。

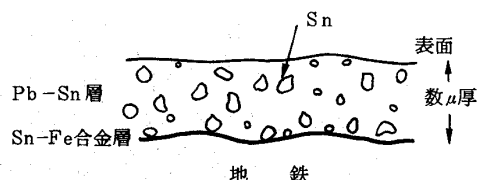


図1 ターンメッキの構造

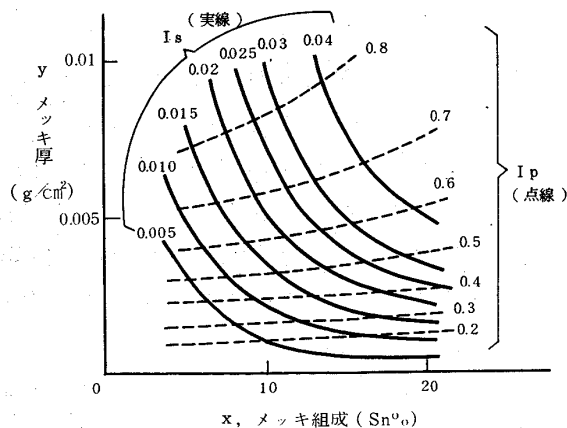


図3 図式解法に用いる等X線強度曲線

試料		A	B	C	D	E
本 法	メッキ組成 (Sn%)	17.0	13.3	8.6	8.8	9.0
	メッキ厚 (mg/cm ²)	3.1	6.4	2.8	4.7	3.5
化学分析	メッキ組成 (Sn%)	17.5	13.9	9.0	9.0	7.7
	メッキ厚 (mg/cm ²)	2.8	5.3	3.5	3.5	3.5

表1 本法による分析結果例