

(335)

543.423: 543.7: 669.1: 669.15: 26-194.3: 543.062: 546.711: 543.088.6

EPMAによるステンレス鋼の定量分析における

Mn定量のCrK β によるバックグラウンド補正

川崎製鉄 技術研究所 ○鹿野敏一郎, 森本一三

I 緒言 EPMAによる定量分析において定量する元素の含有量が低くなるほどバックグラウンドの測定法や計数の統計現象による誤差が大きくなることは衆知の事実である。特性X線同志が非常に接近している場合には連続X線の他に特性X線によるバックグラウンドの補正を必要とする。ステンレス鋼中のMnにつきCrK β によるバックグラウンド(図1)の補正を試み良い結果を得たので報告する。

II 実験条件と試料 島津製の取出角52.5°の装置を使用し, $E_0 = 20 \text{ KV}$, $i_0 = 2 \times 10^{-8} \text{ A}$ とし, バックグラウンドはピーク波長 $\pm 0.1 \text{ \AA}$ の測定値を平均して求めた。計測時間は100秒とした。種々のCr含有量の20種のステンレス鋼を含む, 十分に均質化熱処理をした, 26種の鋼について化学分析し, カつEPMA測定をした。試料のMn含有量は0.14~2.09%である。

III バックグラウンド補正 CrK β によるバックグラウンドはCrK α の強度に比例するのでその比例定数を β とすると, Crによるバックグラウンドによる定量値の誤差 $C - C_0$ は

$$C - C_0 = \beta G_{ZAF} (I_A^0 / I_{Mn}^0) R_{Cr} \quad (1)$$

で表わされる。 I_A^0 は単体A元素の特性X線強度, G_{ZAF} は定量補正係数, R_{Cr} はA元素の特性X線強度比, C および C_0 は実測値による定量値およびCrK β 補正をした定量値である。 C_0 に化学分析値を用い, $X = G_{ZAF} (I_A^0 / I_{Mn}^0) R_{Cr}$ に実測値から求めた値を用い, (1)式をプロットし図2を得た。 X 方向の標準偏差が最小になるように相関を取ったのが図2中の直線であり, 相関式は

$$C - C_0 = 4.17 \times 10^{-3} X - 3.57 \times 10^{-4} \quad (2)$$

となった。 $\beta = 4.17 \times 10^{-3}$ であり, これは $R_{Cr} = 0.1$ に相当するMnの定量誤差が0.04%ということになる。(2)式が原典を通らずに負側にシフトしているがこれはMnの短波長側のバックグラウンドのFeK α 成分に由来するものと推定され, Mnの定量誤差-0.035%に相当する。

IV 結果 実測値による定量結果は図3aに示す如くCrK β のバックグラウンドにより正の系統誤差を生じているが, (2)式によりCrK β とFeK α とによるバックグラウンドの補正をした結果図3bに示すように系統誤差がなくなり, 相対誤差の標準偏差も半分以下の4%となった。なお, 定量補正はTixierの原子番号補正, Philibertの吸収補正, およびReedの蛍光励起補正を用い電算機により反復計算をした。

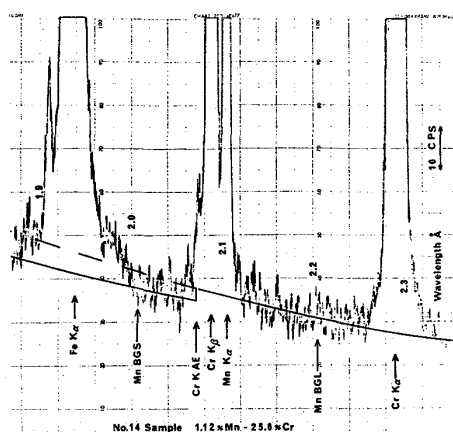


図1. 1Mn-26Cr鋼のMnK α 近傍の波長スキャンプロファイル

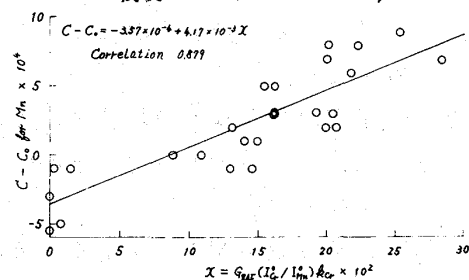


図2. CrK β によるバックグラウンド補正のための検量線

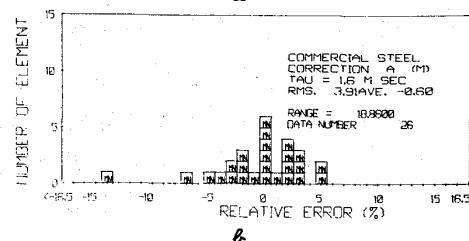
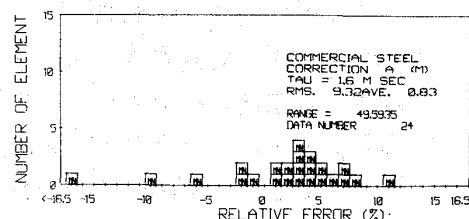


図3. Mn定量値の相対誤差分布
a. 実測値による結果, b. CrK β およびFeK α によるバックグラウンド補正結果