

X線分析 No. X194

X-RAY ANALYSIS

X線回折法による鉄系試料の定量分析(その2)

Quantitative Analysis of Iron Phase by X-ray Diffractometry (No.2)

鉄鋼原料や加工部品など鉄系試料は一般的に定量分析精度が低いと考えられております。その要因としては鉄から発生する蛍光X線がP/B比を低下させる為です。今回、

モノクロメータでのP/B比改善の効果と検量線法における酸化鉄の定量精度についての検討結果を紹介します。

検量線法による酸化鉄の定量精度

Quantitative analysis accuracy of Iron Oxide by calibration curve method

鉄鋼材料の主成分であるFeOの定量精度評価を行う目的で、標準試料Fe₃O₄、Fe₂O₃、FeOを混合して既知の検量線用標準試料を作製して、FeOの定量精度を求めました。標準偏差、測定値の精度(=95%の信頼限界)は5%濃度の10回繰り返し再現性から求めました。定量の下限(3 limit)はバックグラウンドの標準偏差の3倍の回折線強度が得られた濃度として求めました。

Table 1 測定結果と精度
Result of measurement value and accuracy

試料と計算項目	積分強度と測定精度
FeO 20%	10080 (counts)
FeO 10%	4918 (counts)
FeO 5%	2355 (counts)
5%濃度の信頼限界	5 ± 0.7%
定量限界	0.44 (%)

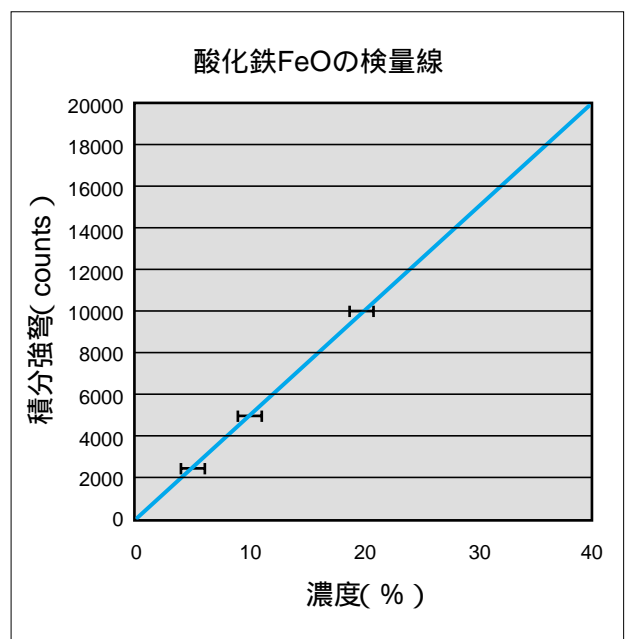


Fig.1 酸化鉄の検量線
Calibration curve of Iron oxide

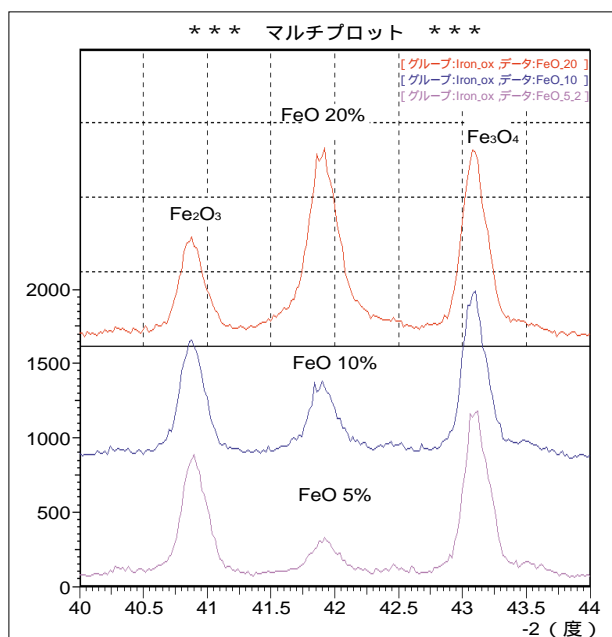


Fig.2 FeOの回折線
X-ray diffraction pattern of FeO

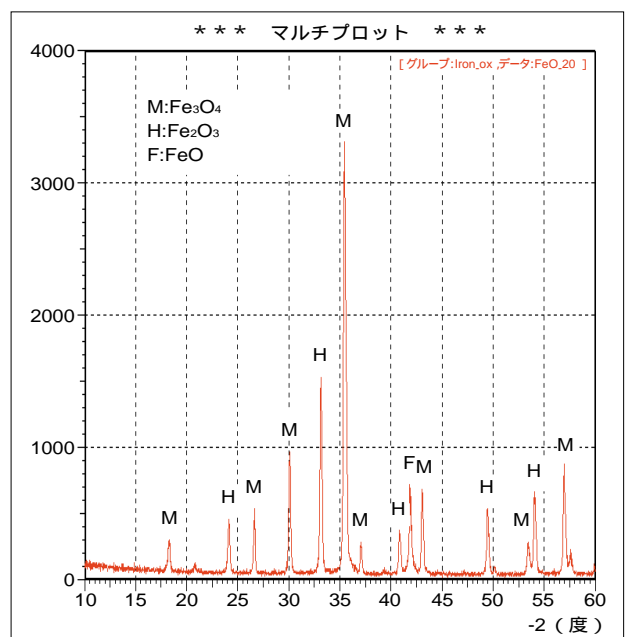


Fig.3 酸化鉄の回折線
X-ray diffraction pattern of Iron oxide

グラファイトモノクロメータによるP/B比の改善

Improvement of P/B ratio by Graphite-monochromator calibration curve method

X線回折測定では強い回折線強度を得る為にCu管球が標準的に使われております。しかし、Cu管球でFe試料を測定する場合には試料からFeの蛍光X線が発生しP/B比（ピーク/バックグラウンド）が著しく低下します。このバックグラウンド成分を除去する目的でグラファイトモノクロメータ

が用いられます。

Fig. 4 にFe系試料についてNiフィルターとグラファイトモノクロメータを用いた回折線の比較を示します。P/B比はグラファイトモノクロメータの効果により著しく改善されました。

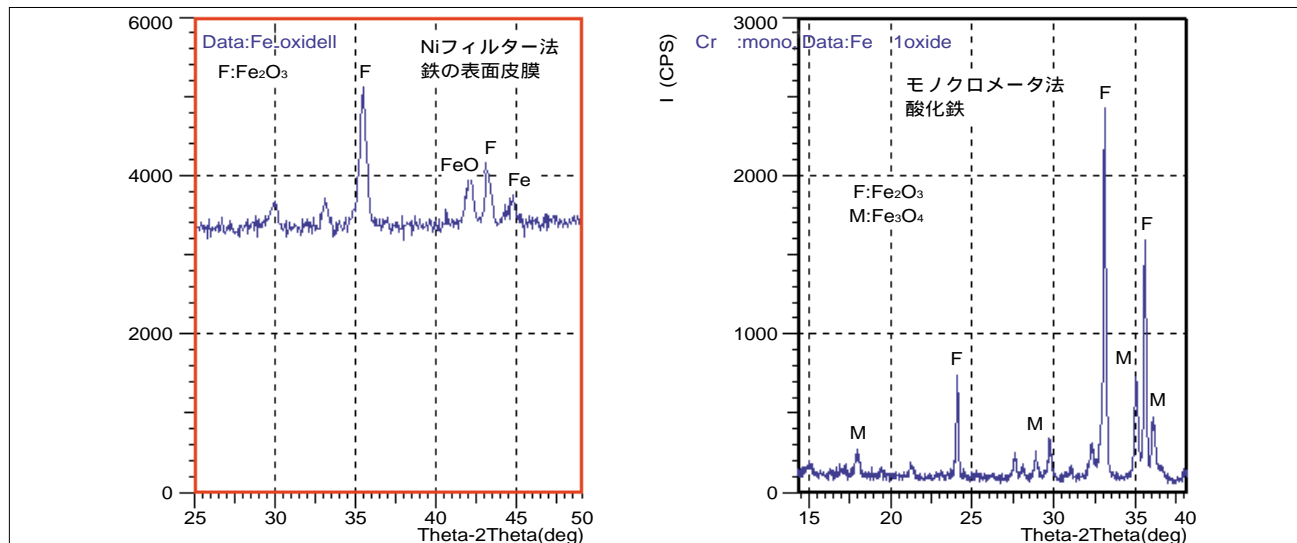


Fig.4 モノクロメータ法とNiフィルター法の比較

Comparison of P/B ratio between monochromator method and Ni filter method

残留オーステナイトの定量分析

Quantitative analysis of Residual austenites

マルテンサイト（BCC構造）中の残留オーステナイト（FCC）はその変態過程で体積変化を伴う為、その定量値を求めることは加工精度や材料強度を管理する上で非常に重要です。定量値はマルテンサイトとオーステナイトの各面の回折線の積分強度をオーステナイトの変換係

数で補正して求めますが、材料が強い配向性や粗大結晶粒を有する場合、定量値にバラツキを生じます。5強線法では各回折線の組み合わせで求めた定量値を平均化する事によりバラツキを改善しております。

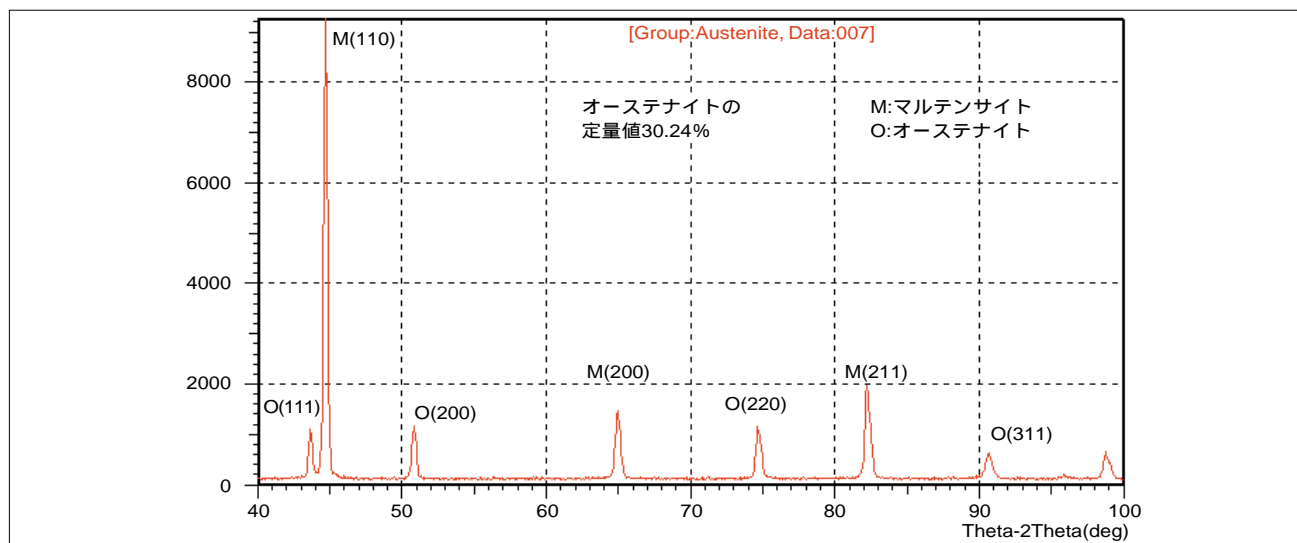


Fig.5 5ピーク法によるオーステナイトの定量

Quantitative analysis by 5-peaks method

X線分析アプリケーションニュース No.40～194 は、発行時の情報に基づいて作成された印刷物を電子化したものです。現在では販売終了した装置・オプションによるデータも含まれている場合がありますのでご了承ください。