

X線分析

X-RAY ANALYSIS

No. X179

X線回折法による鉄系試料の定量分析

Quantitative Analysis of Iron Phase by X-ray Diffractometry

鉄系試料の定量分析では、試料から発生する蛍光X線のためP/B比が低く、一般に、鉄は定量分析が難しい試料とされています。そこで、定量精度の向上を図る要因として、つぎの3項目について検討しました。

- 1) X線管球の選択とP/B比の関係
- 2) 回折線の分離

3) 得られる情報の深さ

ここではこれら3項目について、鉄コイルとマルテンサイト系ステンレス鋼の測定例に基づいてご紹介します。

■ X線管球の種類とP/B比の関係

Relationship Between Each X-ray Tube and P/B Ratio

表面にFe₃O₄, FeOのスケールの発生した鉄コイルの測定例をFig.1に示します。各X線管球の種類とP/B比(α -Fe(110)面に対する)の関係を比較しますと、CoでのP/B比が最も高く、次いでMoとなっています。Cuは最も低い値を示しています。

また、Moでは、2 θ 角度で約18°~20°にかけて、FeO, Fe₃O₄, α -Feの回折線が近接します。Coでのデータはこれらの回折線の重なりが少なく、明瞭な回折線が得られました。本測定からP/B比、回折線の分離共に、Co管球の使用が有効であることがわかりました。

また、MoとCoのX線管球のピーク分離を比較してみ

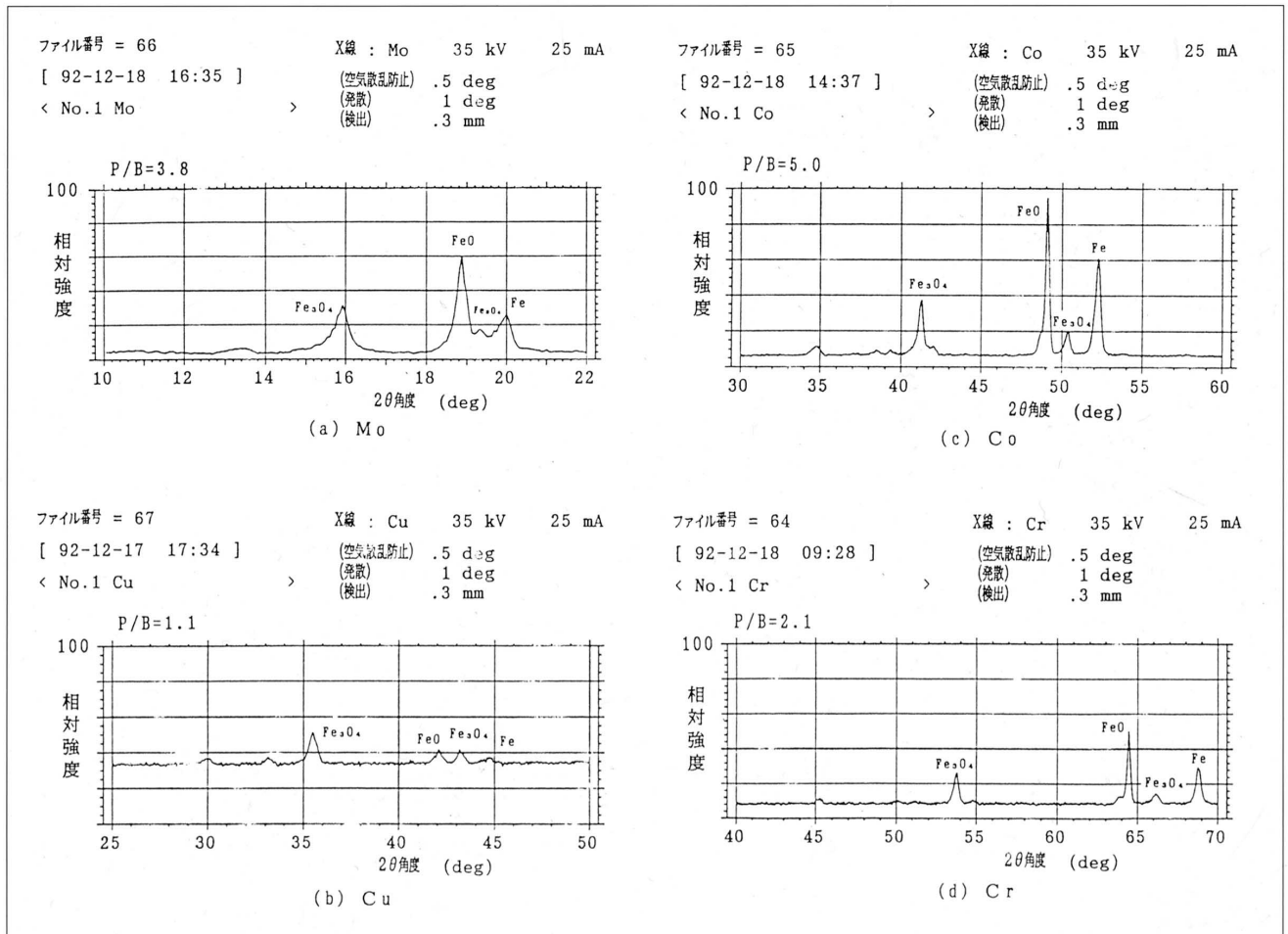


Fig.1 鉄コイルの測定例
Measurement of Iron Coil

■得られる情報の深さ

Escape Depth of X-ray Diffractometry

Fig.2にMo, Cu, Co, Fe, Crの各X線管球での角度に対する α -Feの侵入深さを示します。図中の点は α -Feの各面の回折角度を表わします。なお、侵入深さは理論的全回折線のうち99%が発生する深さとしています。Fig.2からCuのX線管球を用いた場合、X線の吸収が大きいため、侵入深さが低いことがわかります。 α -Fe(110)面で比較しますと、最も深いCo(約22 μ m)と最も浅いCu(約3.3 μ m)では得られる情報の深さが約7倍違うことを考慮しなければなりません。

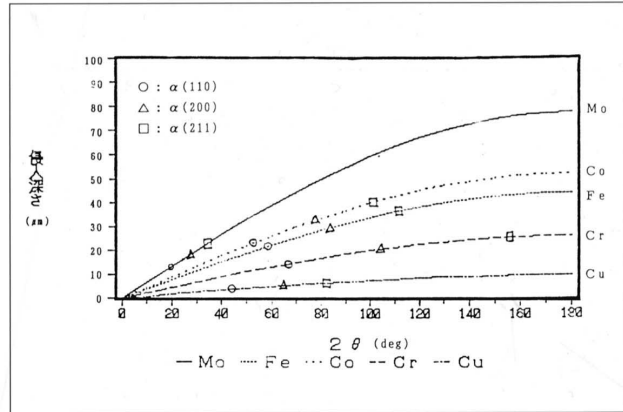


Fig.2 Fe試料におけるX線管球と侵入深さの関係
Between Each X-ray Tubes in α -Fe and X-ray Penetration Depth

■マルテンサイト系ステンレス鋼中のオーステナイトの定量

Quantitative Analysis of Austenite in Martensitic Stainless Steel

マルテンサイト系ステンレスは圧延されますと、表面に塑性変態に伴うオーステナイトの生成があることが知られています。ここではこのステンレス鋼をMo, CuのX線管球で定量分析した例を紹介します。Fig.3にX線回折図形を示します。定量分析の結果、Moでの定量値は約18.3%、Cuでの定量値は約20.5%とMoでの値はCuより

約2%低い値を示しました。これは、表面の浅い層から情報を得ているCuと比べMoでは、バルクの平均的な値が求められているものと考えられます。

以上の結果から、鉄系試料の定量分析にはP/B比、回折線の分離、得られる情報の深さ等の要因を考慮しますと、CoのX線管球の利用が有効と考えられます。

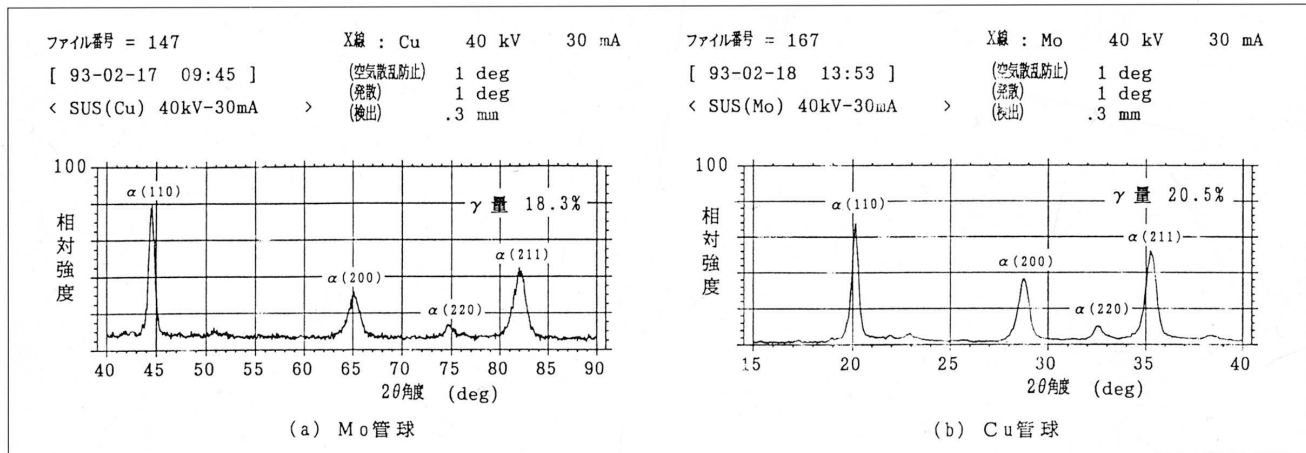


Fig.3 マルテンサイト系ステンレスのX線回折図形
X-ray Diffraction Pattern of Martensitic Stainless Steel(a)Mo (b)Cu

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。