

三和メッキ工業株式会社 殿

試験結果報告書

平成 18 年 1 月 15 日

福井工業大学 機械工学科 羽木秀樹 

黒染め皮膜分析結果

<目的>

三和メッキ工業から持ち込まれた図1に示す黒染め製品の表面分析を行う。



図1 黒染め製品試料

<方法>

参考資料：<http://www.hkg.ac.jp/br/setsubi/analys/x-ray.htm>

本実験では、日本電子製 EPMA（電子線プローブマイクロアナライザー）を利用し、波長分散型蛍光 X 線分析法で元素分析を行いました。この方法は、通常の蛍光 X 線分析装置での測定と若干方法が異なりますので、少し詳しく方法を説明します。

物質に X 線を照射すると、各元素特有の蛍光 X 線が発生します。この現象を利用して試料を構成する物質を特定する方法が蛍光 X 線分析法です。蛍光 X 線分析法にはエネルギー分散型蛍光 X 線分析法と波長分散型蛍光 X 線分析法の 2 種類があります。

図2にエネルギー分散型蛍光 X 線分析装置の図を示します。この分析装置は試料から出る蛍光 X 線を直接、半導体検出器で検出した後に波高分析器で電氣的に分光し、蛍光 X 線スペクトルの波長を求めて元素を特定する方法です。

図3に波長分散型蛍光 X 線分析装置の図を示します。この分析装置は試料から出る蛍光 X 線を分光結晶により分光した後にシンチレーション検出器やガスフロー型比例計数管で検出されます。

通常の蛍光 X 線分析装置はエネルギー分散型蛍光 X 線分析装置で、EPMA は通常、波長分散型蛍光

X線分析法で元素分析が行われます。また、多くの場合、分析精度は波長分散型蛍光X線分析法の方が良いとされています。

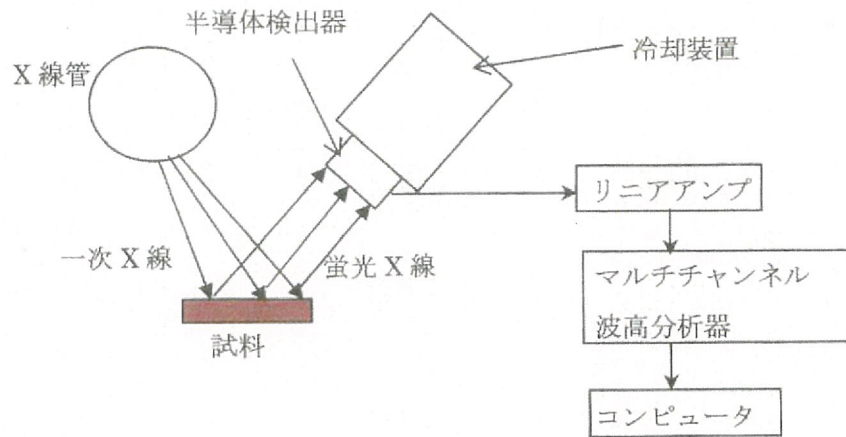


図2 エネルギー分散型蛍光X線分析装置

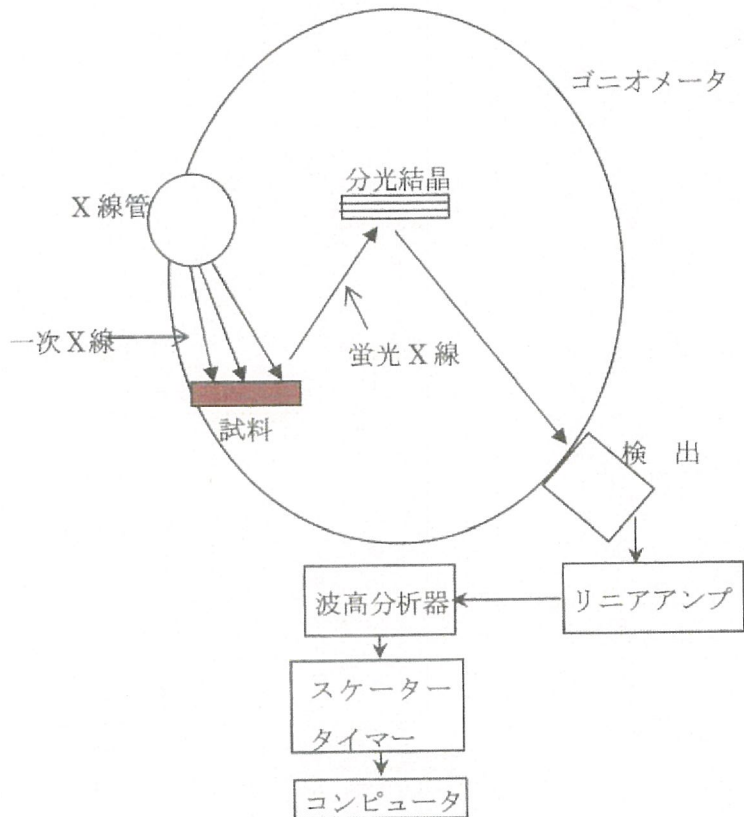


図3 波長分散型蛍光X線装置

<結果>

本測定に用いた EPMA にはいくつかの分光結晶が取り付けられており、それぞれの分光結晶において X 線の強度と波長の関係を測定しました。その結果を添付資料 1 に示します。

上から CH1 の TAP (分光結晶の 1 つ)、CH1 の LDE2、・・・となっており、装置に付属のソフトによって各ピークに対応する元素がわかります。図中に示すように、それらのピークは Fe、Si、Mg などによるものと判断されます。なお、上から 2 つ目の図で、左端の方に大きなピークが認められ、このピークのみ元素名がついていませんが、これは O (酸素) によるものです。

このような分析結果から定性分析を行うと、添付資料 2 のようになり、

存在が確かな元素は、C、O、Mg、Si、K、Ca、Mn、Fe

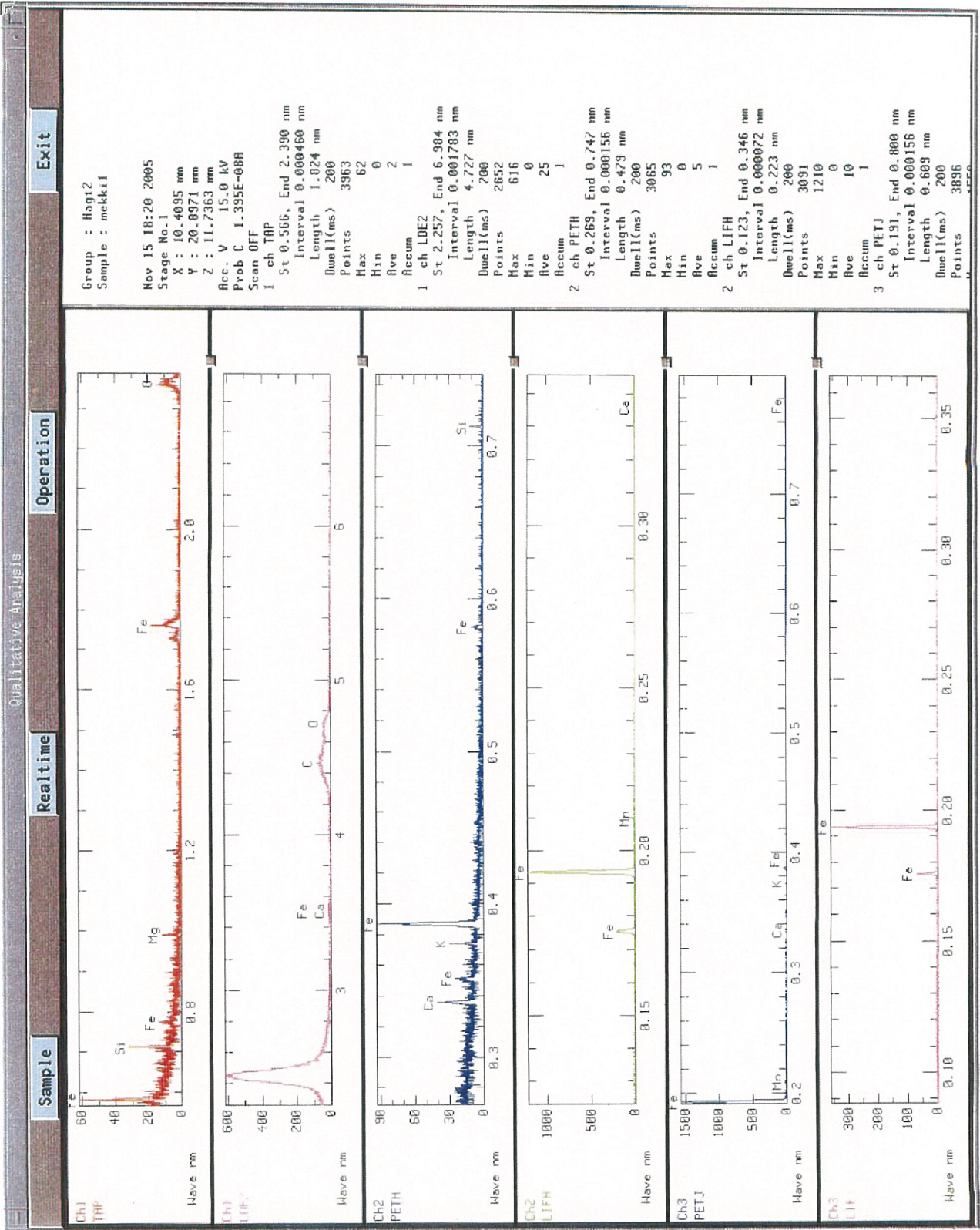
で、存在するかもしれない元素として、V、Au があることが分かります。

このように、**Cd、Pb、Hg、Cr は検出されませんでした。**

添付資料 2 には、添付資料の結果に基づいて算出された定量結果も示してあります。

また、Cd、Pb、Hg、Cr が存在する場合に現れるピークの位置を示したものを添付資料 3 とする。

以上



添付資料 2

>>> Summary of identified elements. <<<

Group : Hagi2 Sample : mekkil
 Comment :
 Date : Nov 15 18:47 2005
 Stage No.1 Position mm X : 10.4095 Y : 20.8971 Z : 11.7363

A-Rank : C O Mg Si K Ca Mn Fe
 B-Rank : V Au

Unknown Specimen No. 1

Group : Hagi2 Sample : mekkil
 UNK No. : 1 Comment :
 Stage : X= 10.4095 Y= 20.8971 Z= 11.7363
 Acc. Voltage : 15.0 (kV) Probe Dia. : 100 Scan : Off
 Dated on Nov 15 18:47 2005
 WDS only No. of accumulation : 1

Curr. (A) : 1.318E-08

Element	Peak (mm)	Net (cps)	Bg- (cps)	Bg+ (cps)	S. D. (%)
1 C	123.400	331.4	25.0	130.0	14.66
2 O	256.450	75.0	0.0	0.0	25.82
3 Mg	107.550	60.0	0.0	0.0	28.87
4 Si	77.500	148.2	15.0	10.0	19.45
5 K	119.901	140.0	10.0	10.0	19.90
6 Ca	107.601	189.3	10.0	20.0	17.27
7 Mn	67.304	116.7	40.0	20.0	24.15
8 Fe	135.001	6080.5	10.0	10.0	2.87

ZAF Metal

Element	Wt. (%)	Atom (%)	K (%)	ZAF	Z	A	F
C	4.303	9.6588	2.012	2.7309	0.8875	3.0771	1.0000
O	36.130	60.8803	31.055	1.4857	0.9126	1.6280	1.0000
Mg	0.438	0.4851	0.244	2.2908	0.9607	2.3848	0.9999
Si	0.535	0.5130	0.476	1.4344	0.9646	1.4871	1.0000
K	0.403	0.2777	0.488	1.0537	1.0156	1.0483	0.9898
Ca	0.466	0.3135	0.591	1.0062	0.9934	1.0305	0.9829
Mn	0.713	0.3502	0.819	1.1126	1.1150	0.9978	1.0000
Fe	57.012	27.5215	66.676	1.0919	1.0958	0.9965	1.0000

 Total 100.000 100.0000 102.361 Iteration = 6

