

X 線マイクロラジオグラフィの基礎計算について

Fundamental Calculation for the X-ray Microradiography

片岡邦郎*・一色貞文*・高 正植*・山沢富雄*

Kunio KATAOKA, Sadabumi ISSHIKI, Seisyoku KO and Tomio YAMAZAWA

1. ま え が き

X線マイクロラジオグラフィは、金属材料の小部品の微細な内部構造や微小欠陥あるいは動植物の生理組織などを観察、検出する手段として用いられているが、また金属組織のマイクロ偏析など、合金中の添加元素の分布状態を観察する方法としても有用である。

これは、合金中の各成分元素のX線に対する吸収係数の差を利用して、それらの組成分布をX線透過写真の濃淡分布として現わす方法である。しかしこの場合、その基礎となる計算の方法、例えばある合金で添加金属の濃度によって、どんなX線を使えば透過写真にどれ位の濃度差を生ぜしめることができるか、あるいはどの程度の偏析成分の濃度差までマイクロラジオグラフィで検出できるかというような推論の根拠となる計算式がまだ乏しい。われわれはX線マイクロラジオグラフィを主として合金のマイクロ偏析観察に利用する目的で、合金組成と透過写真濃度の関係について検討し、若干の簡単な計算式の誘導と実験を試みた。

2. 合金組成と透過写真の濃度差の関係式

2元合金の場合

いま図1のように、2元合金 AB(母金属 B+添加金

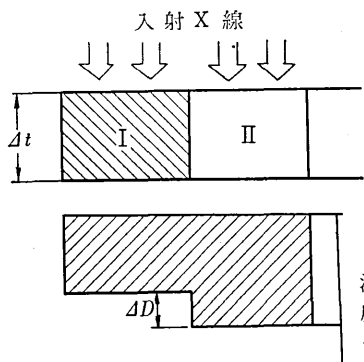


図1 合金組成とX線透過写真濃度の関係

属 A) の薄片において、隣合った区域 I には $X \times 100$ Wt.% の A と $(1-X) \times 100$ Wt.% の B が含まれ、区域 II は、簡単のため B のみであるとし、その X 線透過写真を撮ると、区域 I、II の X 線吸収の差によるフィルム濃度差 ΔD は次のようにして求められる。

入射 X 線に対する区域 I の平均質量吸収係数は、

$$(\mu_1/\rho_1) = (\mu_A/\rho_A) X + (\mu_B/\rho_B) (1-X) \quad (1)$$

また区域 II については、

$$(\mu_2/\rho_2) = (\mu_B/\rho_B) \quad (2)$$

ここで、 μ_1 , μ_2 , μ_A , μ_B はそれぞれ区域 I, II および純金属 A, B の線吸収係数、 ρ_1 , ρ_2 , ρ_A , ρ_B はそれぞれの密度とし、また合金による体積の膨脹、収縮に伴う密度の変化は無視する。

一方区域 I の平均密度 ρ_1 は、I の全重量を W とし、そのうち A が w_A , B が w_B 含まれているとすれば、 $W = w_A + w_B$ であるから

$$\begin{aligned} \rho_1 &= \frac{w_A + w_B}{w_A/\rho_A + w_B/\rho_B} = \frac{1}{X \cdot 1/\rho_A + (1-X) \cdot 1/\rho_B} \\ &= \frac{\rho_A \rho_B}{\rho_B X + \rho_A (1-X)} \end{aligned}$$

したがって区域 I の平均線吸収係数 μ_1 は、

$$\begin{aligned} \mu_1 &= \{(\mu_A/\rho_A) X + (\mu_B/\rho_B) (1-X)\} \frac{\rho_A \rho_B}{\rho_B X + \rho_A (1-X)} \\ &= \frac{\mu_B \rho_A + X(\mu_A \rho_B - \mu_B \rho_A)}{\rho_A - X(\rho_A - \rho_B)} \\ &= \frac{\mu_B + X\{\mu_A(\rho_B/\rho_A) - \mu_B\}}{1 - X\{1 - (\rho_B/\rho_A)\}} \quad (3) \end{aligned}$$

他方区域 II の線吸収係数 μ_2 は、仮定により、

$$\mu_2 = \mu_B \quad (4)$$

したがって厚さ Δt の薄板の区域 I, II による濃度差 ΔD は、よく知られた欠陥による濃度差を与える式

$$\Delta D = -0.4343\gamma \mu \Delta t \quad (3), (4) \text{ の関係を入れると,}$$

$$\Delta D = -\{0.4343\gamma \mu_1 \Delta t - (0.4343\gamma \mu_2 \Delta t)\}$$

$$\begin{aligned} &= -0.4343\gamma \left[\frac{\mu_B + X\{\mu_A(\rho_B/\rho_A) - \mu_B\}}{1 - X\{1 - (\rho_B/\rho_A)\}} - \mu_B \right] \Delta t \\ &= -0.4343\gamma \frac{X(\mu_A - \mu_B)(\rho_B/\rho_A)}{1 - X\{1 - (\rho_B/\rho_A)\}} \Delta t \quad (5) \end{aligned}$$

がえられる、ここで γ は透過写真濃度付近の濃度勾配とし、また散乱、焦点寸法などによる補正は略す。

3. 応 用 例

(5) 式を用いて、若干の 2 元合金の透過写真への応用を検討して見る。

a. 軽金属中に重金属が添加されているとき

(5) 式において、 $X \leq 0.1$ 程度とし、また上の仮定に

* 東京大学生産技術研究所 第1部

より $\rho_A > \rho_B$, $\mu_A > \mu_B$ であるから, (5) 式の分母を展開して, X の 2 乗の項以下は無視できるとすると,

$$\begin{aligned} \Delta D &= -0.4343\gamma \frac{X(\mu_A - \mu_B)(\rho_B/\rho_A)}{1 - X\{1 - (\rho_B/\rho_A)\}} \Delta t \\ &\approx -0.4343\gamma \{X(\mu_A - \mu_B)(\rho_B/\rho_A)\} \{1 + X\{1 - (\rho_B/\rho_A)\}\} \cdot \Delta t \\ &\approx -0.4343\gamma X(\mu_A - \mu_B)(\rho_B/\rho_A) \Delta t \quad (6) \end{aligned}$$

(6) 式によれば, ΔD を大きくするため変えられるのは, γ を除き, X , $(\mu_A - \mu_B)$, Δt であるが, Δt は微細組織を出すため, できるだけ長波長の X 線を使う必要があり, また薄板中では, 厚さ方向にも添加金属が偏析していることが多く, その相対的含有率を高くするため, できるだけ薄いことが望ましい. したがって, $(\mu_A - \mu_B)$ を大きくするような X 線, とくに特性 X 線を使えばよいと考えられる.

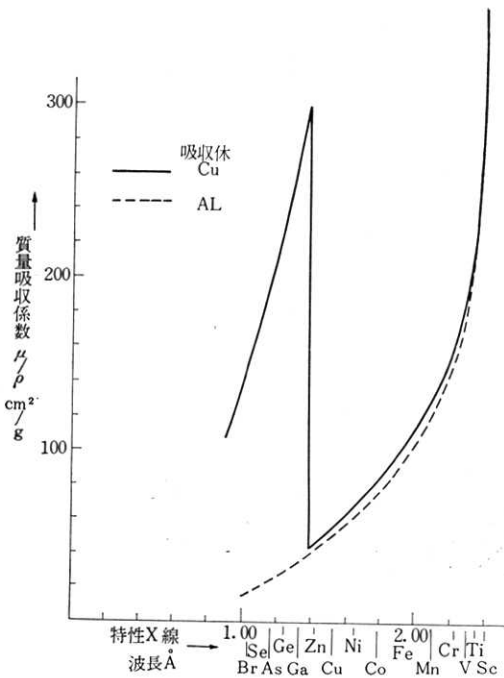


図2 特性X線の波長と銅, アルミニウムの質量吸収係数の関係

いま AL-Cu 合金において, どの程度の Cu のマイクロ偏析をマイクロラジオグラフィで検出できるかを試算して見る. 図2に示すように, 吸収体 AL, Cu による質量吸収が大きい, したがって線吸収係数の差も大きいのは, Fe, Mn, Cr, V 等のK特性 X 線であるが, 手持ちが Fe 対陰極しかなかったため, その 11 KVP 管電圧, Mn フィルターの特性 X 線によって, フィルム濃度階段を作り¹⁾, 図3のような吸収曲線を求め, その第1半価層から, μ_{Cu} , μ_{AL} を算出した. 表1. なお参考のため, 30, 40 KVP の白色 X 線および Cu 対陰極による

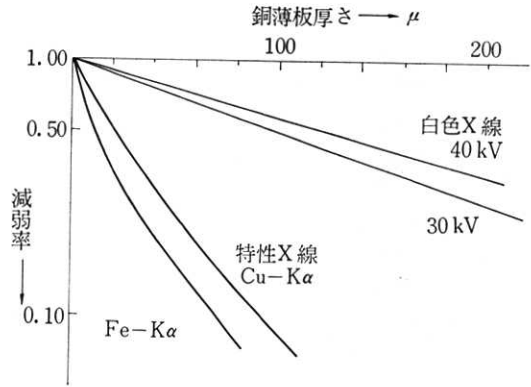


図3 軟X線の銅薄板による吸収曲線

吸収曲線も示してある.

また試料厚さ $\Delta t = 30 \mu$ とし, フィルムはミニコピーを用い, 濃度 $D = 1.50$ の透過写真を撮ったとすると, そこでの微分濃度勾配は $\gamma = 2.4^2$, また ΔD は最小識別濃度差を例えば $\Delta D \approx 0.005^2$ とし, また表1より,

第1表

Z	吸収体	密度 ρ		Fe-K α 1.93Å	Cu-K α 1.54Å
13	AL	2.69	線吸収係数*	247.5	126.5
			同上実測値†	120	60
29	Cu	8.93	線吸収係数*	893.0	482.0
			同上実測値†	570	310
			$\mu_{Cu} - \mu_{AL} \uparrow$	450	250

*: 文献 3).

†: フィルム濃度階段による測定値 11 KVP

$\mu_{Cu} - \mu_{AL} = 450$, $(\rho_{AL}/\rho_{Cu}) = 0.309$ 等の数値を (6) 式に入れると, $X \approx 0.011$ すなわち $X = 1.1 \text{ Wt. \% Cu}$ までマイクロラジオグラフィにより検出できるとの結果がえられた. 実際に上と同じ条件で, AL-1.14 Wt. % Cu 合金の透過写真をとると, Photo. 1 に示すように比較的大きいデンドライトのアーム周辺に Cu がわずかに偏析していることが認められる. なお表1に比較のため示した

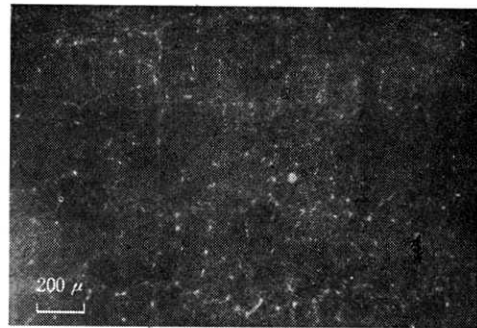


Photo. 1 AL-1.14 Wt. % Cu 合金の凝固組織 X 線マイクロラジオグラフィ Fe-K 線, 11 kV, 5 mA, ミニコピー原画を顕微鏡撮影後引き伸し

研究速報

ように、上に求めた μ_{Cu} , μ_{Al} の値は、Birks 等のそれより大分小さいが、これは特性 X 線の外に、白色 X 線を含み、また濃度階段における散乱線の影響も含まれているためであって、これと同じ撮影条件で透過写真を撮れば、上の実験値をその計算の基礎に用いても差支えないと考えられる。

b. 重金属中に軽金属が添加されているとき

この場合は $X \leq 0.1$ であっても、 $(\rho_B/\rho_A) > 1$ となり、 X^2 以下の項を無視することは適当でないので、(5) 式のまま使うことにする。例として、Fe-Si 合金の偏析を見るため、透過写真を撮ったとすると、Si 偏析の検出限界は、Cr の K_α 特性 X 線を用いたとして、Birks の表の数値³⁾を利用すると、 $\mu_{Si} - \mu_{Fe} = -388$, $(\rho_{Fe}/\rho_{Si}) = 3.36$ であるから、その他の撮影条件は前と同じであるとして、 $X = 0.0012$ すなわち $Si = 0.12$ Wt.% まで検出できるだろうとの結果がえられた。

この計算に用いた線吸収係数は Birks³⁾によるもので、おそらく、単結晶の回折で、単色化した特性 X 線を計数管を用いて測定した値と考えられるから、白色 X 線や散乱線の影響も考えられる実際の透過写真では、上の計算ほど小さい値にはならぬかも知れぬが、いづれにしても、a. と b. の結果から考えると、同じ Wt.% であれば、軽い金属中に重い金属が偏析している場合より、重い金属中に軽い金属が偏析している場合の方が、他の条件は同じとすれば、写真の濃淡は逆になるが、より濃度差が大きい、すなわちよりよく識別できるはずであるといえる。これは一見奇異に見えるが、(5), (6) 式において、 $\mu_A - \mu_B = \Delta\mu$ とすれば、 $\Delta\mu$ の線吸収係数をもつ単一金属と考えると、同一 Wt.% であるためには、軽い金属の方が、重い金属よりより大きい容積を占めるはずであ

って、 (ρ_B/ρ_A) の項はその換算のための因子であると考えれば、納得できるであろう。

c. 同じ位の密度の金属合金のとき

この場合は、 $(\rho_B/\rho_A) \approx 1$ であるから、(6) 式を使うことができる。 $(\mu_A - \mu_B)$ を大きくするため、やや軽い方の金属の K 吸収端が、 K_α 特性 X 線の波長より、より短波長側にあるような X 線を選べばよいであろう。例として、Fe-Co, Fe-Ni の二元合金を Ni および Cu の各特性 X 線でマイクロラジオグラフィを撮ったときについて検討してみる。Fe-Co は、 $(\rho_{Fe}/\rho_{Co}) = 0.883$, Ni- K_α に対し、Birks の表によって、 $\mu_{Co} - \mu_{Fe} = -2,655$, Cu- K_α に対し、 $\mu_{Co} - \mu_{Fe} = 595$ 。また Fe-Ni は、 $(\rho_{Fe}/\rho_{Ni}) = 0.884$, Ni- K_α に対し、 $\mu_{Ni} - \mu_{Fe} = -2,620$, Cu- K_α に対し、 $\mu_{Ni} - \mu_{Fe} = -2,325$ となった。Fe-Co 合金に対しては、Ni 特性 X 線の方が、Cu よりはるかに Fe と Co の識別能力がよく、Fe-Ni 合金に対しては、Ni, Cu 各特性 X 線のいづれでもよいが、前者の方がやや優るといえよう。なお、一般に吸収が大きいことは、蛍光 X 線を励起させ、散乱線として、識別度を低下させると考えられるが、マイクロラジオグラフィの場合は、ごく薄い試片を用いるためあまり問題にならぬようである。なお三元以上の合金のマイクロラジオグラフィについても、同様な計算ができると考えられるが、これについては別に報告したい。

(1970 年 12 月 3 日受理)

参考文献

- 1) 三好: Proceedings of the 3rd International Conference on Non-Destructive Testing p. 447~452
- 2) 仙田, 平山, 長谷川: 非破壊検査昭和 43 年度秋季大会講演概要, 昭 43 年 8 月, p. 326
- 3) Birks, L. S.: Electron Probe Microanalysis, John Wiley, London (1963)

