

氏 名	おさ だ よし お 長 田 義 男
学位(専攻分野)	博 士 (工 学)
学 位 記 番 号	論 工 博 第 3864 号
学位授与の日付	平 成 17 年 5 月 23 日
学位授与の要件	学 位 規 則 第 4 条 第 2 項 該 当
学位論文題目	電子線マイクロアナライザー定量分析におけるモンテカルロ・シミュレーションの応用に関する研究

論文調査委員	(主 査) 教 授 河 合 潤	教 授 長 村 光 造	教 授 栗 倉 泰 弘
--------	--------------------	-------------	-------------

論 文 内 容 の 要 旨

本論文は、電子線プローブ X 線マイクロアナライザーによって不均質な材料の定量分析を行うに際して、モンテカルロ法を応用して、酸化物、窒化物、炭化物の定量分析法の開発、 α -AlFeSi と β -AlFeSi のように同一元素でも異なる組成比の化合物を識別してマッピングする方法の開発、金属上の酸化皮膜厚みの定量分析法の開発、非導電性化合物の定量分析法の開発を行ったものである。得られた研究成果の概要は、次のようにまとめられる。

第 1 章は序論であり研究の背景と次章以降の要約が述べられている。

第 2 章では物理的基礎式とモンテカルロ法の詳細が説明されている。

第 3 章では分析に用いた電子線プローブ X 線マイクロアナライザーの装置的な説明と、本論文で提案する X 線減衰モデルおよびモンテカルロ計算フローシートについての説明がなされている。

第 4 章では、バルク状酸化物として Al_2O_3 、窒化物として TiN 、炭化物として Al_4C_3 、軽元素-軽元素化合物として BN 、重元素-軽元素化合物として PbS を想定し、計算結果から得られた各化合物の組成と理論組成とを比較しながら入射電子数と誤差の関係を明らかにしている。また各化合物に対する X 線発生領域を計算し、構成元素によって X 線発生領域が異なることを示した。さらにバルク状標準試料 Al_4C_3 、 PbS 、 Al 、 Pb 、 S の相対 X 線強度を測定し、モンテカルロ計算から求めた相対 X 線強度とよく一致することを示した。

第 5 章では、産業界で実際の分析が要求されている、 Al 中に存在する同一元素で構成された異なる組成比の微小な金属間化合物、 Al_3Fe 、 Al_6Fe 、 α -AlFeSi、 β -AlFeSi の分離判別を、 Fe/Al の相対 X 線強度比、 Fe/Si の相対 X 線強度比で可能か否かをモンテカルロ計算で試み、 Al 材料の一つである 1050-H18 材中のそれら化合物マッピングおよび 6063 ビレット中に存在する α -AlFeSi と β -AlFeSi の化合物マッピングを行うことができることを示した。さらに、6063 ビレット中の α -AlFeSi と β -AlFeSi に対して、X 線回折によって従来法によって求めた α 化率と今回の電子線プローブ X 線マイクロアナライザーによる化合物マッピング方法で求めた α 化率とがよく一致することを示した。

第 6 章では酸化 Al 皮膜厚み測定用検量線（酸素の相対 X 線強度-酸化膜厚み）をモンテカルロ計算により作成し、作成した検量線による電子線プローブ X 線マイクロアナライザーの結果と透過電子顕微鏡観察結果の比較を行なっている。X 線マイクロアナライザー測定及びモンテカルロ法によって求めた酸化皮膜の厚さと、透過電子顕微鏡による測定とを比較して十分な一致を得た。

第 7 章では、非導電性試料の電子線プローブ X 線マイクロアナライザーによる定量分析法を確立したことについて述べられている。即ち、カーボンおよび金蒸着を対象にして、それら蒸着層で生じる、入射された電子のエネルギーの減衰や試料から発生された特性 X 線強度の減衰をモンテカルロ計算から求め、それらの減衰を補正することで ZAF 法による定量計算法を検討し、標準試料の Al_4C_3 で検証している。非導電性試料が導電性薄膜を蒸着後、電子線プローブ X 線マイクロアナライザーの定量分析へ供される場合、導電膜の効果による電子の運動エネルギーの減衰と、発生した X 線の減衰効果を取り入れることにより定量誤差をモンテカルロ計算によって正しく評価し定量性を向上させることに成功した。

最後に結論の章があり、本論文で得られた成果について要約している。

補足章では付録としてモンテカルロ計算プログラムの主要なパラメータを説明した後に、開発したプログラムの全文を掲載している。

論文審査の結果の要旨

本論文は、電子線マイクロアナライザーによって不均質な材料の定量分析を行うに際して、モンテカルロ法を応用して、酸化物、窒化物、炭化物の定量分析法の開発、 α -AlFeSi と β -AlFeSi のように同一元素でも異なる組成比の化合物を識別してマッピングする方法の開発、金属上の酸化皮膜厚みの定量分析法の開発、非導電性化合物の定量分析法の開発を行ったものである。得られた研究成果の概要は、次のようにまとめられる。

- (1) 電子ビームのモンテカルロ法による解析は1971年ごろから行われているが、このアルゴリズムに X 線減衰の効果など独自の物理モデルを追加して電子線プローブ X 線マイクロアナライザーの定量分析に適した計算機プログラムを BASIC で作成し、パーソナルコンピュータ上での計算を実現した。ついで、この計算プログラムを Al_2O_3 , Al_4C_3 , TiN, BN, PbS などの化合物へ応用しその定量分析に成功した。
- (2) 産業界で実際の分析が要求されている α -AlFeSi ($\text{Al}_{8.3}\text{Fe}_2\text{Si}$) と β -AlFeSi ($\text{Al}_{8.9}\text{Fe}_2\text{Si}_2$), Al_3Fe と Al_6Fe , Al_2Cu と AlCu など同一元素で構成されながら組成比が異なる化合物が $1\mu\text{m}$ 前後の大きさで Al 合金マトリックス中に分布する場合に、モンテカルロ・シミュレーションによってその分析線の強度比を計算し、たとえば α -AlFeSi と β -AlFeSi の鉄・シリコン強度比のとり領域が異なることを応用してそれらを識別してマッピングすることに成功した。さらに X 線回折によって従来法によって求めた α 化率と今回の電子線プローブ X 線マイクロアナライザー法によって求めた α 化率とがよく一致することを示した。
- (3) 金属上の酸化皮膜の厚さを、実測とモンテカルロ・シミュレーションとを比較することによって得るとともに透過電子顕微鏡による測定と比較して十分な一致を得た。
- (4) 非導電性試料は導電性薄膜を蒸着後、電子線プローブ X 線マイクロアナライザーの定量分析へ供されるが、導電膜の効果による電子の運動エネルギーの減衰と、発生した X 線の減衰効果を取り入れることにより定量誤差をモンテカルロ計算によって正しく評価し定量性を向上させることに成功した。

これらの研究は、不均質な材料の定量分析を行う上で、極めて重要な成果である。

以上、要するに、本論文は、電子線マイクロアナライザーによって不均質な材料の定量分析を行うに際して、モンテカルロ法を応用して、定量精度を向上させる提案を行ったものであり、学術上、実際上寄与するところが少なくない。よって、本論文は博士（工学）の学位論文として価値あるものと認める。また、平成17年2月22日、論文内容とそれに関連した事項について試問を行った結果、合格と認めた。