

70204

新日本製鐵(株)東京研究所 ○理博 佐藤公隆

卯月淑夫・鈴木良一・工博 山口直治

1. 緒言 スパーク型質量分析器は鋼材などの微小部分の微量元素の挙動を調べる手法として適している。演者らは既報⁽¹⁾で triggered DC spark (直流スパーク)イオン源を用いた微小部分分析法の適用範囲を調べ、タングステン対極材を尖鋭化することによって放電こんの大きさは 1×10^{-10} クーロンの露出で $140 \sim 200 \mu\phi$, 1×10^{-11} クーロンで $80 \mu\phi$, 1×10^{-12} クーロンで $50 \mu\phi$ 以下になることを示した。本研究では本分析法の適用範囲をさらに拡大するために質量分析器に顕微鏡を装置し、スパーク箇所を拡大して観察しながら操作することによって、目的とする微小部分をより効果的に分析する方法を検討した。

2. 実験方法 CEC 21-110B 型二重収束質量分析器に triggered DC spark 型イオン源を設定して測定を行なった。測定条件、イオンの検出法、乾板の後処理および黒化度の評価などはすべて既報⁽¹⁾⁽²⁾と同様である。対電極材料としては 200μ , 100μ および $50 \mu\phi$ のタングステン高純度細線の先端を電解処理により尖鋭化して用いた。

3. 結果 三種の対電極材料の使用上の差異を調べるため実体顕微鏡下で 1×10^{-11} クーロンの露出で五回くり返し測定した結果、放電こん径は $200 \mu\phi$ W で $47 \mu\phi$, $100 \mu\phi$ W で $47 \mu\phi$, $50 \mu\phi$ W でも $46 \mu\phi$ となり、大きな差異は認められなかった。しかし、対電極材料が細いとスパーク時に試料とその先端が溶着することがあり、同一箇所をスパークさせるには $200 \mu\phi$ 細線が測定上使いやすかった。図1は顕微鏡下で各露出量毎に10回くり返し測定したときの放電こんの大きさをまとめて示したものである。顕微鏡操作は肉眼操作に較べて対極材料の曲りやすい欠点を補い、より微小な部分を正確にスパークできることが明らかである。また、表1に低合金鋼標準試料 BS SS 1/1 を用いてくり返し再現性を調べた結果を示す。総じて 1×10^{-12} および 1×10^{-11} クーロン露出に較べて 1×10^{-10} クーロン露出の方が再現性がよくなっている。この質量分析法はとくに溶着金属の溶着部、鋼材の表面層や断面層、介在物などの微小部分の分析に適しており、その適用例のいくつかをも紹介する。

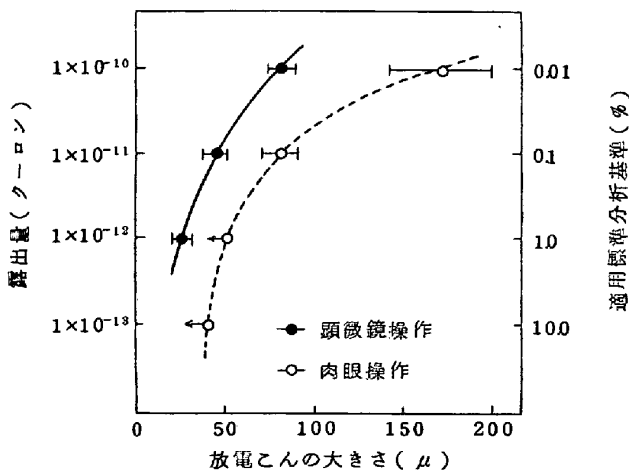


図1 放電こんの大きさと露出量との関係

表1 異なる露出量での検出イオン強度の再現性

	変動係数(%)	
	1×10^{-10} クーロン露出	1×10^{-11} クーロン露出
^{28}Si	13.74	4.22
^{51}V	1.83	24.02
^{52}Cr	4.06	37.09
^{55}Mn	3.43	17.26
^{60}Ni	1.24	3.51
^{63}Cu	0.73	5.01
^{95}Mo	5.43	23.38

(1) 佐藤, 山口, 鈴木, 松本: 日本金属学会誌, 34(1970), P. 610.

(2) 佐藤, 鈴木, 山口, 神森: 質量分析, 17(1969), P. 733.