

(340) イオンマイクロアナライザーによる鉄鋼中の元素の定量分析

川崎製鉄(株) 技術研究所 鶴岡一天 ○大橋善治
鈴木敏子

1. まえがき

イオンマイクロアナライザー(以下IMAと記す)は、感度が非常に高いこと、表面層(〜10Å)の測定ができること、微小領域(〜2μm)の測定ができることなど、優れた特性を有しており、その利用が国内においても活発に行なわれはじめています。筆者らは、その鉄鋼部門における応用の一つとして、鉄鋼中の元素の定量分析へのIMAの利用を検討したので報告する。

2. 実験方法

用いた試料は、鉄鋼協会共同研究会蛍光X線分析分科会が作成した蛍光X線分析用標準試料であり、その中からFe-Al系、Fe-Mn系、Fe-Ni系、Fe-Si系の4組を取り出し、分析を行なった。それらの化学分析値を表-1に示す。試料はエメリー紙で#1200まで研磨した後、クロム酸によるパフ研磨を行ない、試料室に装入し測定した。測定に用いたARL社製IMAの概要を図-1に示す。測定に際しては、研磨面からの影響を取り除くため、一次イオン(O₂⁺)ビーム径を600μm程度にして約30分間スパッタし、その後、その中心をビーム径約200μm、試料電流300nAのビームで照射し、スパッタした⁵⁶Fe⁺および目的元素のイオンを検出し、チャート上に記録した。

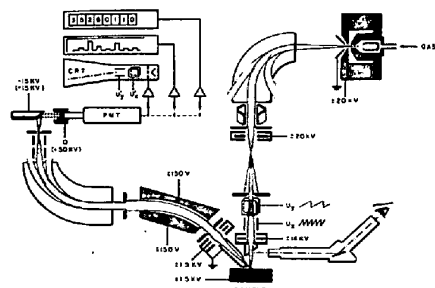


図1. 測定装置の概要

3. 実験結果と考察

図-2に測定した結果の一部を示す。縦軸は鉄イオン強度に対する特定元素のイオン強度比(同位体補正を含んでいる)したが、イオン個数の比であり、横軸は化学分析値をもとにした試料中の原子個数の比である。図の濃度範囲では、各元素とも良い直線性を示している。また図の傾きは各元素の鉄に対するイオンイールドを表わしており、Alではその値が約6と大きいのにに対し、Niは4×10⁻²と非常に小さい。鉄鋼中の微量元素をIMAで定量する場合、この値が検出限界を決定する。この方法により未知試料の定量を行なう場合、存在するすべての元素を測定し、同位体補正を行ない、図より鉄に対する原子比を求め、重量比になおして、鉄を基準として重量濃度C_iを求めると次式から計算できる。

$$C_i(real) = C_i / \sum C_i \quad (\sum C_i \text{にはFeも含む})$$

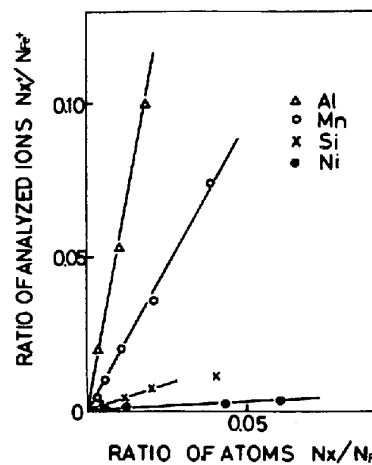


図2. 元素含有量とイオン強度比

また、試料を一次イオンで照射した場合、試料表面上に安定なプラズマができるという仮定から、Sahaの式を用いて絶対定量を行なおうとする試みがすでにAndersen¹⁾らによ、てなされており、その方法の定量分析への適用の可能性も検討したのであわせて報告する。

表1. 供試材の化学成分

試料No.	Si系				Mn系					Ni系				Al系		
	301	302	303	304	306	307	308	309	310	324	325	326	327	353	354	355
C	0.010	0.007	0.006	0.009	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	—	—	—	—	0.004	0.005	0.010
Si	0.210	0.635	1.060	1.815	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02	0.14	0.15	0.14	0.12	0.236	0.286	0.308
Mn	0.011	0.008	0.017	0.006	0.203	0.492	0.968	2.000	4.02	0.32	0.32	0.33	0.34	0.02	<0.02	<0.02
S	0.005	0.006	0.006	0.004	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	—	—	—	—	0.006	0.006	0.005
P	0.004	0.003	0.002	0.004	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	—	—	—	—	0.004	0.003	0.003
Ni	—	—	—	—	—	—	—	—	—	0.518	1.057	2.248	6.000	<0.01	<0.01	<0.01
Al	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	0.195	0.457	0.832

(1) C. A. Andersen:
Pittsburgh Conference
March 1973