

(330) イオンマイクロアナライザーによる鉄鋼中の微量元素の定量分析

川崎製鉄(株)技術研究所 C大橋善治 角山浩三  
鈴木敏子

イオンマイクロアナライザー(I MA)をもちいた鉄鋼中の元素の定量分析方法として試料からたたき出される二次イオンの強度Nが試料中の元素の濃度Cに比例するという考えにもとづいた検量線法がある。この場合イオンイールドがマトリックスや表面状態に影響されることを考慮して、(1)式のようにbulkの元素Feとのイオン強度比をとることが多い。

$$N_{X^+}/N_{Fe^+} = K_X (C_X/C_{Fe}) \tag{1}$$

ここで $K_X$ は、Feに対する元素Xの相対イオン化効率である。この方法で低合金鋼の定量分析をしたところ合金元素濃度が十分に低い場合には直線性のよい検量線がえられ、これによって精度よく定量分析をおこなうことができた<sup>1)</sup>。しかし、Cなどの合金元素の濃度が高くなり析出相があらわれてくると、イオン強度比が変化し(1)式が成立しないことがあった。その一例として図1にV、Mn、NbないしNiの濃度を一定にしてC量を変化させたときの、Feに対する各元素のイオン強度の比を測定した結果を示す<sup>2)</sup>。このような析出相の影響を考慮に入れると(2)式は次のようになる。

$$N_{X^+}/N_{Fe^+} = K_X (P_{X^+}/P_{Fe^+}) (C_X/C_{Fe}) \tag{2}$$

ここで $P_{X^+}$ は相変化によるイオン強度の変化を補正する項で、一般に合金元素量の関数である。これから(1)式による定量分析は、 $P_{X^+}/P_{Fe^+}$ が一定である合金元素の範囲でしか適用できないことになる。

ところで $P_{X^+}/P_{Fe^+}$ の値は析出相によって異なるが、合金元素濃度が低く相変化がC量のみによって決まる場合には、 $P_{X^+}/P_{Fe^+}$ はC量のみの関数であると考えよう。この考えのもとにNBS46シリーズの定量分析をおこなった結果を図2に示す。図中の直線は、C量が0.002%以下のFe-X二元合金から求めた検量線であって、(1)式に相当する。イオン強度比がC量によらないMnは、 $P_{X^+}/P_{Fe^+}$ の補正なしで定量分析がおこなえるが、イオン強度比が大きく変化するNbは、図に示したように(1)式の関係は成立しない。しかし $N_{Nb^+}/N_{Fe^+}$ の値に図1から求めた補正をおこなうとFe-X二元合金からえられた検量線とよく一致するようになる。したがって、図1のような関係を求めておけば、C量がわかっている場合には炭化物を形成しやすい元素の定量分析をかなり精度よくおこなうことができると考えられる。

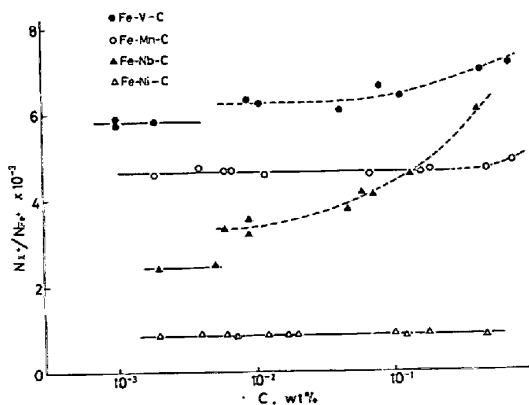


図1 Fe-X-C合金におけるC量によるイオン強度比の変化

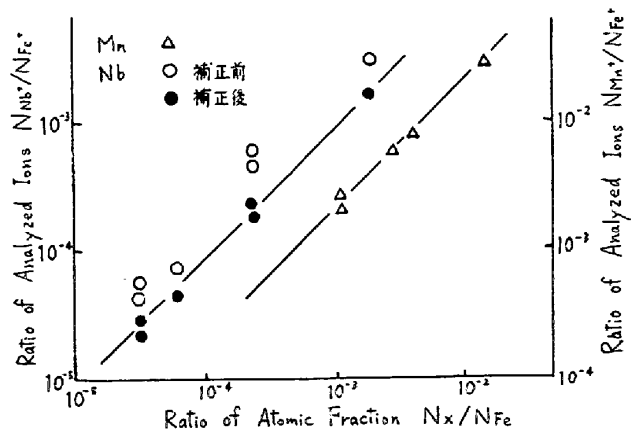


図2 NBS試料のイオン強度比と、Fe-X二元合金から求めた検量線との関係

参考文献 1) 鶴岡、大橋、鈴木：鉄鋼協会第86回講演大会概要集 59 (1973) S 617  
2) K. TSUNOYAMA, Y. OHASHI, T. SUZUKI, K. TSURUSKA: Japan. J. Appl. Phys. 13 (1974) 1039