

(259) イオンマイクロアナライザー (IMMA) による鋼中合金元素の定量

住友金属工業(株)中央技術研究所 理博 藤野允克○  
村山順一郎

1. 緒言

鉄鋼材料の高感度微小部分分析とIMMAによって行う応用がすすみ、定量分析法の要求が強まってきた。現在、定量分析には検量線法と理論算出法とが実用に用いられ、検量線法によれば鋼中の合金濃度とイオン強度比とは比例関係があることが実験的に知られている。しかしながら実験条件によって検量線の勾配が変化すること及標準試料の得られない対象については理論定量法が必要である。理論定量法はAndersenらの発表したSaha-Eggertの電離平衡式に基いたCARISMAがある。本報告ではCARISMAによる定量法の問題点についての検討を行う。

2. 実験および理論強度計算

(1) 二元および三元合金の検量線

NBS及FXSのFe-Si, -Cr, -Mn, -Ni, -Mo二元及三元検量線を実験により作成した。

(2) Saha-Eggert電離平衡式による強度計算

式より種々の温度、電子密度に対するイオン強度を算出し、実験と比較した。例を図1,表1に示す。

(3) CARISMAによる定量

三元合金の二元素の組合せを内標準として定量を行い、誤差最小値を与える $T_e, N_e$ をトレースし、これらの $T_e, N_e$ の理論強度と実験値の比較を行った。図2にこの結果を示す。表2に例を示す。

3. 結果

(1) 現在使用しているCARISMAでは一義的に $T_e, N_e$ を定める事は不可能である。

(2) 鉄中のCr, Mn, Moは常に誤差を与える事実について要因を分子イオン濃度、表面酸化による励起効果、使用した物理定数について検討を行った。

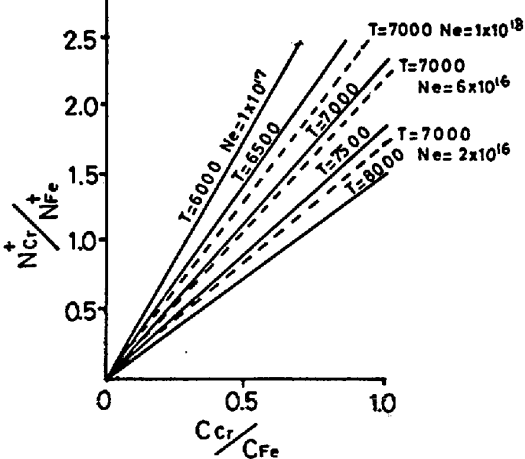


図1. 理論強度計算による検量線

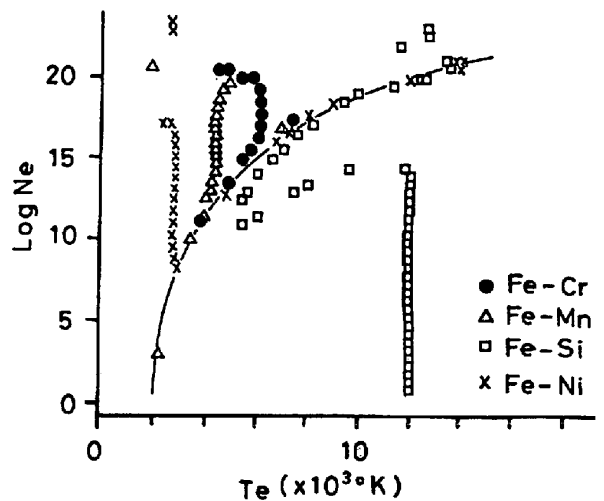


図2. CARISMAの誤差最小点トレース

表1. 計算及実験による検量線勾配(K)  
( $T_e=7100^{\circ}\text{K}$ ,  $N_e=1 \times 10^{16}$ 例)

K	Fe	Mn	Cr	Ni	Si	Mo
理論値	1.0	1.01	1.43	0.61	0.42	1.34
実験値	1.0	2.36	3.16	0.64	0.32	0.55

表2. CARISMAによる三元合金定量結果( )標準

	Si	Cr	Fe	$T_e(\text{K})$	$N_e$
化学分析値	5.314	20.82	73.866		
CARISMA	7.18	20.82*	72.00*	7160	$1.5 \times 10^{16}$
*内標準	5.31*	22.83*	71.86	10340	$3 \times 10^{18}$
	5.31*	22.83	71.86*	10340	$3 \times 10^{18}$