

(260) IMMAによる定量分析における分析条件および測定精度

川崎製鉄(株)技術研究所 鈴木敏子 角山浩三
大橋善治

1. まえがき

IMMAにより定量分析を精度良くおこなうためには、1次イオンビームの種類、測定条件の影響等をあらかじめ把握しておく必要があるが、従来この種の研究はほとんど報告されていない。ここでは著者らが鉄鋼材料の分析にあたって検討した結果を述べるとともに、そのとき得られた測定精度について報告する。

2. 分析条件の検討

1次イオンとして O_2^+ , N_2^+ , Ar^+ を使用して比較検討した結果をまとめると以下のようになる。

- 1). Feの2次イオン強度は Ar^+ , N_2^+ , O_2^+ の順に大きくなる。
- 2). 各合金元素のFeに対する相対感度係数は、 N_2^+ , Ar^+ , O_2^+ の順に小さくなる。
- 3). Ar^+ , N_2^+ を照射した試料表面には大きな凹凸が形成されるが、 O_2^+ を照射した場合には、試料表面が比較的均一にスパッタされる。
- 4). O_2^+ イオンを使用した場合、合金元素のFeに対するイオン強度の比が、入射ビームの電流密度やビーム径、加速電圧によって変化しないのに対し、 N_2^+ および Ar^+ を使用した場合には、これらの測定条件によってイオン強度比が大きく変化する。

以上より鉄合金の定量分析には O_2^+ が最も適していることがわかる。

3. 測定精度

NBS標準試料466の中央部に加速電圧20kVの O_2^+ を照射し、4~5回繰返し測定をおこなったときの分析精度を表1に示す。多くの場合C.V値は1%以下と非常に小さい。

ところでIMMAでは1回の測定で分析される領域の面積が比較的小さいために、試料の局所的不均質性によって2次イオン強度比が測定箇所により変化してくる。表2はNBS標準試料466の任意の5箇所について求めた分析結果である。照射イオンビームは加速電圧20kVの O_2^+ であり、これを約30 μ mに細束化し、115 \times 85 μ mの領域をラスタースキャンしている。試料中に析出物を形成しやすいAl, Ti, B, C, V, Mo等のC.V値は20%以上であるが、その他の元素についてはC.V値が10%以下と比較的良好値となっており、115 \times 85 \sim 10 μ m²の領域を測定することによって、試料の不均質性をあまり考慮する必要がないことを示している。

表 1

X*	Nx* c/s	σ	c. v.(%)
B ¹¹	2.2 x 10 ¹	0.1 x 10 ¹	5.06
C ¹²	9.3 x 10 ¹	0.2 x 10 ¹	1.85
Al ²⁷	3.34 x 10 ⁴	0.03 x 10 ⁴	0.89
Si ²⁸	3.19 x 10 ³	0.02 x 10 ³	0.52
Ti ⁴⁸	3.60 x 10 ⁴	0.02 x 10 ⁴	0.38
V ⁵¹	5.47 x 10 ³	0.01 x 10 ³	0.21
Cr ⁵²	9.08 x 10 ³	0.02 x 10 ³	0.24
Fe ⁵⁴	1.51 x 10 ⁵	0.01 x 10 ⁵	0.34
Mn ⁵⁵	6.00 x 10 ⁴	0.01 x 10 ⁴	0.13
Co ⁵⁹	7.11 x 10 ³	0.04 x 10 ³	0.62
Ni ⁶⁰	1.46 x 10 ³	0.02 x 10 ³	0.12
Cu ⁶³	5.17 x 10 ³	0.08 x 10 ³	1.58
Nb ⁹³	6.10 x 10 ²	0.08 x 10 ²	1.38
Mo ⁹⁸	1.26 x 10 ²	0.03 x 10 ²	2.04
Sn ¹²⁰	1.04 x 10 ¹	0.04 x 10 ¹	3.90

表 2

X	Nx*/NFe*	σ	c. v.(%)
B	1.10 x 10 ⁻⁶	0.31 x 10 ⁻⁶	28.22
C	2.96 x 10 ⁻⁶	0.57 x 10 ⁻⁶	19.75
Al	2.28 x 10 ⁻³	1.45 x 10 ⁻³	63.51
Si	1.31 x 10 ⁻⁴	0.05 x 10 ⁻⁴	4.26
Ti	4.43 x 10 ⁻³	2.58 x 10 ⁻³	58.23
V	2.18 x 10 ⁻⁴	0.35 x 10 ⁻⁴	15.98
Cr	3.87 x 10 ⁻⁴	0.04 x 10 ⁻⁴	1.20
Mn	2.12 x 10 ⁻³	0.05 x 10 ⁻³	2.50
Co	2.54 x 10 ⁻⁴	0.13 x 10 ⁻⁴	5.05
Ni	2.06 x 10 ⁻⁴	0.07 x 10 ⁻⁴	3.52
Cu	2.65 x 10 ⁻⁴	0.46 x 10 ⁻⁴	17.29
Nb	2.39 x 10 ⁻⁵	0.23 x 10 ⁻⁵	9.56
Mo	1.96 x 10 ⁻⁵	0.44 x 10 ⁻⁵	22.27
Sn	1.33 x 10 ⁻⁵	0.13 x 10 ⁻⁵	9.31

表1. 繰返し測定による2次イオン強度の変動

表2. 測定箇所による2次イオン強度比の変動