

(290) イオンマイクロアナライザーによる鋼中B, C及びPの定量

新日本製鐵株式会社 基礎研究所

○ 鈴木堅市 西坂孝一
大坪孝至

1. 緒言

鉄鋼材料の研究、開発における表面分析機器の活用は最近ますます高まってきているが、なかでもIMAは検出感度が高いという面で表面のみでなく材料内部における偏析や析出等のマイクロ解析に広く利用されている。鉄鋼のマイクロ分析方法としては古くからEPMAが使われ、定量分析法も確立されてきているが、B, C, P等の軽元素の微量分析は困難であった。IMAにおけるこれらの元素の2次イオンイールドは負の分子イオンが非常に高いことが知られている。しかしこの方法は他の合金元素の分析を同時にできない難点もある。当所では最近2台目のIMAとして投影型(CAMECA社製)のものを設置したので、鉄鋼分析における性能把握の意味も含めてこれらの元素を通常の方法(O₂⁺照射, 正イオン分析)で分析した場合と、高感度分析法(負イオン分析)との定量性および検出限界を検討した。これらの結果と実用鋼への適用例について報告する。

2. 実験

2.1 供試材 BおよびC分析には実験室溶製材(溶体化処理後水冷)を、またP分析用にはNBS(465~468)をアルミナバフ研磨仕上げして用いた。

2.2 装置および分析条件 装置はCAMECA社製IMS-3fを用いた。1次イオンはO₂⁺とN₂⁺で加速電圧は12kV, イオン量は1μA, ビーム径は約30μmで80×80μmのラスタースキャンを行った。分析領域は25, 10, 1.4μφで2次イオンの計数時間は1秒間とした。

3. 結果

1次イオン種と2次イオン種の組合せが異なったときのBおよびCの検量線の一例をFig.1に示した。また、各分析法における検出限界DLを(1)式から求めた結果をTable 1に示した。

$$DL = 3\sqrt{2} \times \sqrt{I_B} \times W / I \quad (1)$$

I_B : バックグランド

I : 2次イオン強度

W : 含有量

鋼中の微量分析を考慮すると、本分析条件のもとでの正イオン分析法では、分析領域が10μφ以上でBのみ可能と云える。しかしこのBも分析領域が1.4μφでは分析困難である。しかし負の分子イオン分析法では2次イオンイールドが著しく向上し、分析領域

1.4μφまで実用的な微量

分析が可能である。

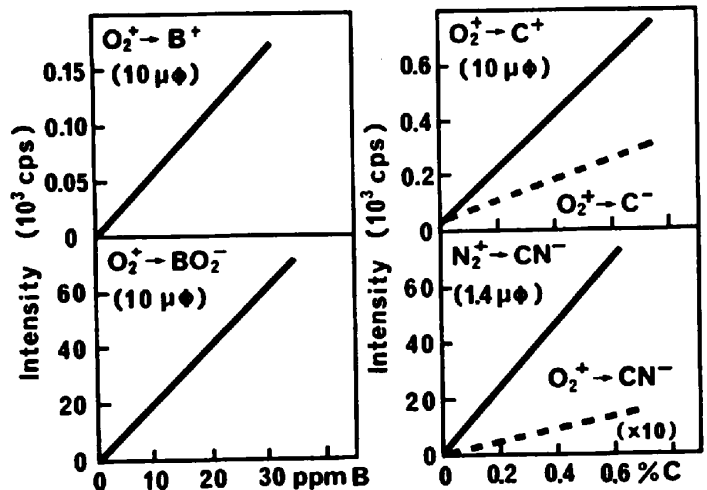


Fig.1 Calibration curves of B and C in steel.

Table 1 Detection limits of B, C and P in steel. (ppm)

Element		B		C			P		
1ry Ions		O ₂ ⁺		O ₂ ⁺			N ₂ ⁺	O ₂ ⁺	
2ry Ions		B ⁺	BO ₂ ⁻	C ⁺	C ⁻	CN ⁻	CN ⁻	P ⁺	PO ₂
Rel Intensity		1	45	1	0.4	400	20000	1	4500
DL	25 μφ	0.2	0.0004	60	200	5		50	0.01
	10 μφ	0.8	0.002	150	450	10	0.5	150	0.05
	1.4 μφ		0.5			100	7		1