

新日本製鐵(株) 分析研究センター 橋口栄弘 ○前田 滋
鈴木堅市 大坪孝至

1. 緒言

チタン中の不純物元素のマイクロ偏析は耐食性や強度に対して強く影響を与える。特に耐食性においてはそれらの表面層への偏析や濃化が、また強度に対しては粒界偏析が重要な要因となる。このため微量元素に対して感度が高く、マイクロ分析が可能であるSIMSがその分析法として有用である。筆者らはSIMSによる鉄およびチタン中の水素の定量を報告したが¹⁾、今回は基準試料を用いてチタン中の不純物主要元素(酸素、炭素、鉄等)の定量法を検討した結果について報告する。

2. 実験方法

チタン中に含まれる重元素(鉄、ニッケル、クロム等)の定量化のための基準試料としては、化学分析によりその濃度を決定した5種類のものを使用した(表1)。酸素については別途、広い濃度範囲に調製した基準試料(3種類)を用いた。また水素の定量化は水素/アルゴン気流中、400℃~600℃の温度下で水素吸蔵させ、その水素濃度をガス分析により決定したものを基準試料として行った。SIMS装置としてはCAMECA IMS 3Fを用い、1次イオンの加速電圧、電流はそれぞれ12kV、2μAとした。1次イオン種として重元素や水素分析用には酸素イオンを用い、酸素分析のためには窒素イオンを使用した。また放出される2次イオン種の分析は1次イオンの影響を受けない質量数を選択し、正および負イオンをそれぞれ測定した。

3. 実験結果

図1は鉄、ニッケル、クロムの検量線を示すものであるが、縦軸に目的元素とチタンの2次イオン強度比をとることにより良好な直線性が得られた。

図2は1次イオンに窒素を用いたときの酸素の検量線であるが、これも良い直線性が得られた。この図でエラーバーを引いているのは2回の測定のバラツキを示すものである。

4. 結言

SIMSによるチタン中の主要不純物元素の定量分析について検討を行い、1次イオンおよび分析イオン種を選択した検量線法により不純物濃度を定量できることを明らかにした。その結果鉄の場合が0.03%以下、ニッケルが0.05%以下、クロムが0.007%、酸素が0.05%以下まで測定できることが確認された。

Table 1. Concentration of impurity elements in titanium samples

	Fe	Ni	Cr	Mn	Al	Si	Sn
PS-1	0.031	0.019	0.010	0.060	0.010	0.008	0.022
PS-2	0.172	0.90	0.039	0.040	0.018	0.052	0.066
PS-3	0.167	0.537	0.082	0.095	0.025	0.050	0.100
PS-4	0.513	0.099	0.005	0.003	0.007	0.523	0.022
PS-5	1.05	0.051	0.007	0.004	0.007	1.03	0.024

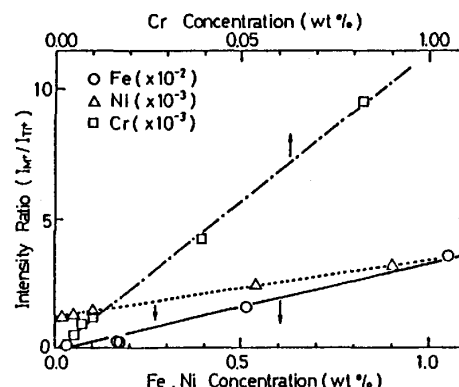


Fig.1 Calibration curves for iron, nickel and chromium

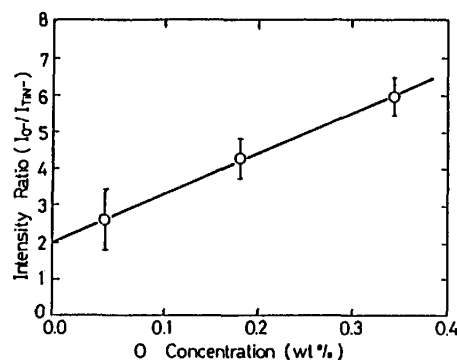


Fig.2 Calibration curve for oxygen

<1>: 鈴木, 大坪: 鉄と鋼 70 (1984) S291 >