

(281)非金属介在物のマイクロアナライザー定量分析

住友金属 中研

理博 ○白岩俊男

理博 藤野允克・村山順一郎・渡辺雅男

1. 緒言

鋼中の非金属介在物は組成面からみて、酸化物系・硫化物系・炭・窒化物系があり、これらの非金属介在物組成を決定するためにマイクロアナライザー(E.P.M.A.)が用いられている。非金属介在物の定量分析法については多くの報告が出されてきた。従来より、非金属介在物の如き電導性のない物質の定量分析における Fixed time 法と Fixed charge 法の採用の可否が論ぜられ、また各種の定量補正式が適用されてきた。

本報では鋼中の代表的な非金属介在物および合成或いは天然結晶を用いて、Fixed charge 法で E.P.M.A. 分析を行ない Back-scatter coefficient は Poole-Thomas¹⁾の値を用いて補正し、吸収補正は修正 Philibert 法²⁾により、さらに原子番号効果補正を Poole-Thomas 法によつて行なつた。¹⁾なお、質量吸収係数は Birks の表³⁾によつた。この結果は満足すべきものであつた。また、Empirical correction (Ziebold-Ogilvie)⁴⁾をも Fe-O 系及び Mn-Fe-S 系に適用し比較した。

2. 実験

装置は ARL-島津型を用い、加速電圧 30 KV, カーボン蒸着試料を使用し Fixed charge 法にて純物質対比による X 線強度を測定した。但し、SK α の場合は FeS₂ を対比試料に使用した。

測定した物質は TiC, TiN, (Ti, Mo)C, ZrC, ZrN, (Mn, Fe)O, (Mn, Fe)S, Al₂O₃, SiO₂, Al-Ti-Ca-O, Mn-Al-Si-O, (Mn, Fe)O-Al₂O₃, (Mn, Fe)O-(Cr, Al)₂O₃, Mn-Cr-Si-Al-O 等の鋼中非金属介在物, Hematite(Fe₂O₃), Magnetite(Fe₃O₄), Ruby(α -Al₂O₃), Quartz(SiO₂), Pyrite(FeS₂), Copper pyrite(CuFeS₂) 天然結晶および合成非金属介在物(Mn-Si-Al-O 系)中の超軽元素を除く全元素を定量した。

3. 定量補正

- Fixed charge 法と Fixed time 法との換算是 Poole-Thomas の値を用いて理論的に行なつた。この方法を非金属介在物の定量分析に適用し得ることは実験によつて確認している⁵⁾。
- 吸収補正は修正 Philibert 法により、二回繰返し計算によつた。
- 原子番号効果を Poole-Thomas 法を用いて更に行ない、それぞれの元素の重量分比を求め、これより化学量論値を算出し、その合計について誤差を求めた。
- Empirical correction method を Fixed charge 測定値および Fixed time 換算値に対して適用し、Fe-O 系の Fe, Mn-Fe-S 系の S 等について定量値を求めた。

4. 結果

- 試料面の蒸着, 二次電子発生の防止が完全であれば、Fixed charge 法にて問題はない。
- 定量補正に修正 Philibert 補正および原子番号補正を行なえば、アルミナ系を除き $\pm 5\%$ 以下の誤差にて定量補正を行ない得た。アルミナ系では Al が高値にでる ($+10\%$ 以下) 傾向があつた。
- Empirical method による定量補正結果も実用的には良好な結果を得た。

1) D.M.Poole et al., J.Inst.Metals, 90, 228 (1961-2), 2) J.Adler et al., Proc. 4th. Conf. X-ray Opt.(Paris), p.210 (1966), 3) L.S.Birks, Electron Probe Microanalysis (1963), 4) Ziebold et al., Anal.Chem., 36, 322 (1964), 5) 白岩他, 1968 応用物理学会秋期講演。