

新日本製鐵(株)基礎研究所

松本龍太郎、○山口直治

鈴木堅市、柳沢義昭

1 緒言

イオンマイクロアナライザーによる定量的取り扱いについては、現在、検量線法のほかに局所プラズマを仮定した熱力学的解析手法が検討されているが、主に正イオンを対象としており、負イオンについての試みはほとんどなされていない。演者らは、C、O、Sなどの軽元素の分析には、正イオンよりも負イオンを用いた方が検出感度が10~100倍程度向上することに注目し、主として鉄鋼中のC、Sの定量分析方法ならびに共存元素の影響について検討した。

2 実験方法

IMAでC、O、Sなどの軽元素を、とくに負イオンを用いて定量的に取り扱う場合の問題点の解決策として、まず、試料表面吸着物や気相に起因する二次イオンの影響については、固相に起因する二次イオンとのエネルギー差を利用して分離する方法をとった。また、マトリックス元素の二次負イオン生成効率がきわめて小さいため、相対イオン強度比をとるための基準元素がないことについては、全イオンモニター法によって補正する方法を検討した。この際、負イオンと同一電荷をもち放出される二次電子については、試料室外部から二次イオン引出電極に直交する磁場をつくって分散させ、質量分析系には二次イオンのみ導入する方法を考案した。

3 実験結果

二次負イオンのエネルギー分布を測定した結果を図1に示した。気相イオンは低エネルギーに偏って分布しており、適正な条件設定によつて気相イオンの影響を最小限におさえ、固相イオンを効率よく測定できることがわかる。図2は鋼中C定量の検量線の一例であり、イオン強度は測定毎にモニター電流で補正した。各種検討の結果、負イオン分析においても二次電子の影響を除去することによつて、全イオンモニター法は表面効果の補正や定量的取り扱いに有効であることがわかった。図3はNBS標準試料のC量とイオン強度の関係を示したものである。基準検量線よりも高値を示しているものは、表1に示されるように炭化物形成力の強い、VあるいはNbを多く含んでいることがわかる。その原因についても検討を加えた。

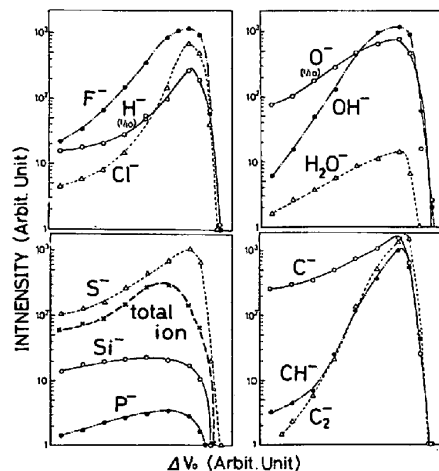


図1 負イオンのエネルギー分布

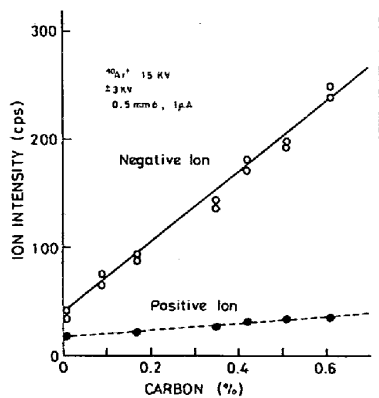


図2 C 検量線

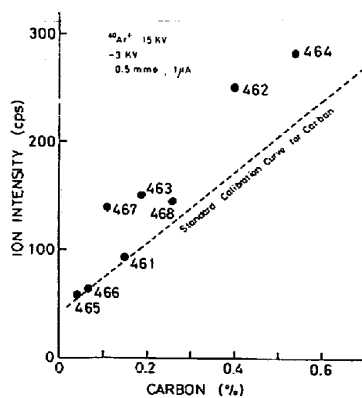


図3 NBS 試料分析結果

表1 NBS 試料の化学組成

No.	C	V	Nb
461	.15	.024	.010
462	.40	.058	.096
463	.19	.10	.19
464	.54	.29	.037
465	.037	.002	.001
466	.065	.007	.005
467	.11	.041	.29
468	.26	.17	.006