

2次イオン質量分析法による鋼中溶存元素の定量

笹川 薫、豊田 忠、源内規夫

(株)コベルコ科研 神戸市西区高塚台1-5-5

深絞り用冷延鋼板の加工性の評価には、析出物や介在物として存在している元素の濃度だけでなく、溶存している元素の濃度を知ることも重要である。溶存している元素の濃度を知るためには、通常、化学分析が用いられる。化学分析では、まず、酸や電気分解によってマトリックスを溶解させ、このとき溶けずに残った沈殿物を分離して分析する。溶存元素の濃度は、沈殿物として定量した元素の量を、はじめの試料中に存在した元素の量から差し引くことによって得られる。この方法では、溶存元素の濃度が小さい場合、沈殿物中の元素量ともとの試料中の元素量が近くなるために、溶存元素の濃度を知ることが困難になる場合がある。そこでわれわれは、分離操作をせずに、溶存している元素の濃度を求めることができる方法を検討したので、その結果を報告する。

溶存している元素の濃度を直接決定するためには、元素が析出物や介在物として存在しているか否かを識別し、目的とする元素が溶存している領域で分析できなければならない。われわれは、このような分析が可能な方法として2次イオン質量分析法(SIMS)を検討した。SIMSは、感度が高いだけでなく、微量領域での分析も可能であるため、析出物が存在しない領域で分析できる可能性がある。

SIMS装置はカメカ社のIMS-5Fを使用した。まず、 $500 \times 500 \mu\text{m}$ の領域で面分析を行って元素の濃化が認められない領域を探し、次に、分析領域をフィールドアパーチャーで $20 \mu\text{m}$ 以下に制限して、濃化が認められない領域において $0.1 \mu\text{m}$ 程度まで深さ方向分析を行った。この深さ方向分布データの2次イオン強度を、イオン注入により作製した標準試料の測定から得た相対感度係数を用いて、濃度に変換した。

試料によっては、深さ方向分析中、何桁も2次イオン強度が変化するのが認められた。これは、分析領域内に析出物あるいは介在物が入ったためである

と推定される。われわれは、5箇所程度の領域で深さ方向分析を行い、それぞれの位置での最小濃度がほぼ一致した場合にその最小値を溶存濃度と仮定した。このようにして得られた値を、抽出分離して得られた化学分析値と比較したところ、濃度が 100 at. ppm 以上の場合には、両者はよく一致していたが、それ以下の濃度になると、化学分析により得られた値が常に高くなる傾向を示した。これは、マトリックスの溶解時には微細な析出物や介在物の溶解が避けられず、溶存元素の濃度が低い試料ではその影響が大きくなることを示唆している。

SIMSでも微細な析出物や介在物の影響は避けられないが、抽出分離が使えない濃度領域では、上記の方法によって得られる定量値が、溶存している元素の濃度に対する有効な指標となることが期待される。