

(207) イオンマイクロアナライザーの試料破断機構と結晶粒界破面の分析

新日鉄(株)基礎研究所 鈴木堅市  
理博 佐藤公隆・松本龍太郎

1. 緒言

鋼材研究において焼戻し脆性の解明は主要課題のひとつであり、焼戻し脆性の最大の原因は結晶粒界への特殊成分の濃縮であると言われているが、この濃縮層が通常1~数分子層と非常に薄いため濃縮成分およびその割合の検出は困難であった。演者らは、イオンマイクロアナライザーの特徴である検出感度が高く全元素分析が可能なこと、スパッターリングによる三次元的な分析・いわゆる“*in-depth analysis*”が可能なことに着目し、イオンマイクロアナライザ本体に試料破断機構をとりつけ、鋼の粒界脆性破面の分析への適用を試みた。

2. 実験方法

供試材には真空溶解した Fe-1.5% Sn 合金を 1250℃ X 1 hr → W.Q. 処理し、中央部にノッチを入れた 4φ X 20mm の丸棒に仕上げたものを用いた。試料本ワダーには同試料が4本まで装填でき、これを液体窒素にて外部から間接的に約-160℃まで冷却し、 $1 \times 10^{-7}$  Torr の真空中で破断し、破断面を光学顕微鏡で観察しながらイオンビームを照射して分析した。分析条件は1次イオンに  $^{40}\text{Ar}^+$ 、同加速電圧 15KV、同電流数 mA、同ビーム径数 700 μm とし、2次イオン加速電圧は 3KV とした。測定は質量分析計に入る特定2次イオン電流と全2次イオン電流を同時記録し、その比を求めた<sup>1)</sup>

3. 実験結果ならびに考察

図1に真空中で破断した後そのまま分析した場合と、破断してから一度大気にさらして後分析した場合の破断面での C, O の挙動を示す。図から、粒界に C, O の濃縮は殆んどみられないが、一度大気にさらすと破断面はたがりに酸化され、その上に汚染や吸着の現象がみられる。本試料の粒界破断面における Sn および Fe の分析結果を図2に示す。破断面の酸化や汚染はないとしても表面とバルクとの *Work function* の差が考えられるが、全2次イオン電流との比をとることによって避けられるとすると、本試料の粒界への Sn の濃縮は母相の数倍程度であった。なお、本実験条件下で単分子層をスパッターするに要する時間は20秒弱であり<sup>2)</sup>、粒界での Sn の濃縮層は1~2分子層と推定される。

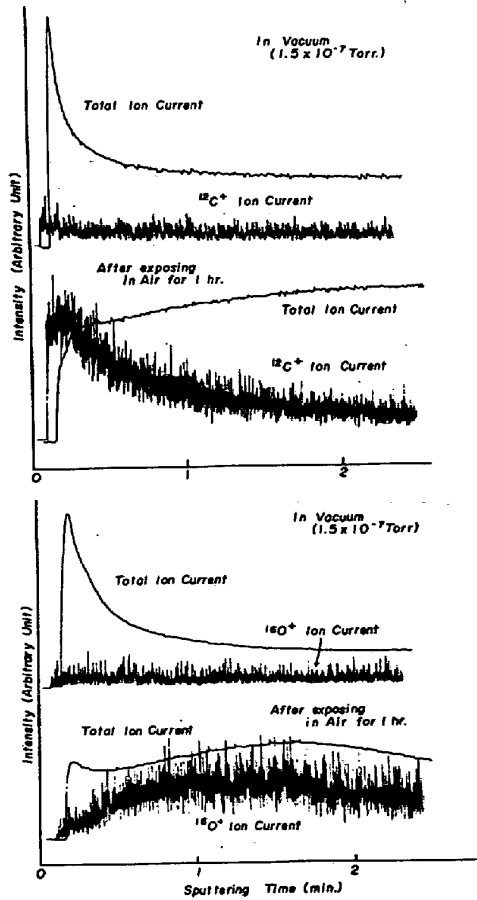


図1 破断面でのC, Oの分析

- 1) H. Tamura, T. Kondo, T. Hirano, K. Nakamura and T. Noda: Reprint for Ann. Conf. Mass Spectry. Allied Topics Amer. Soc. Mass Spectry ('73).
- 2) 田村一三: 応用物理, 42 ('73), 817

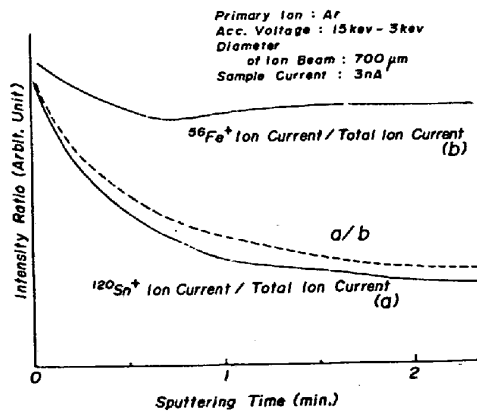


図2 破断面における Sn, Fe の深さ方向での分布