

(479)

— マイクロビームオージェ電子分光分析装置の

鉄鋼材料分析への応用 (第2報) —

新日本製鐵(株) 製品技術研究所 西坂孝一 ○田中靖二
渡辺俊雄 安田 浩

1. 緒言：マイクロビームオージェ電子分光分析装置を用い金属酸化物 (Me-O系) の定量分析の可能性について検討を行なった結果、 P_{Me}/P_o 値を用いることにより照射ビーム径の影響等の測定の変動を補償し規格化できることが判った。本報告では金属酸化物の実際試料としてステンレス鋼の表面酸化膜を測定し、酸化皮膜の組成、および状態の解析を行なった。

2. 実験方法：供試材の組成を表1に示す。供試材の表面皮膜調製は熱処理条件を $900^{\circ}\text{C} \times 10 \sim 60$ 分と一定にし、露点を $-30^{\circ}\text{C} \sim -10^{\circ}\text{C}$ に調節した湿潤水素中で加熱して行なった。試料表面層の成分分析を MicroAES によりマクロビーム径およびマイクロビーム径で行なうと同時にその一部から表面皮膜を剝離し電子顕微鏡にて構造解析を行なった。又 MicroAES では表面から皮膜の厚さ方向に Ar-Sputter し深さ方向での変化も合せて行なった。

表1 供試材の成分

| 試料 | 元素 | C | Si | Mn | P | S | Cr | Ni | Mo | Cu | Al | N |
|---------|----|------|------|------|-------|-------|------|------|------|------|-------|-------|
| SUS 434 | | 0.06 | 0.45 | 0.52 | 0.026 | 0.006 | 16.3 | 0.10 | 0.99 | 0.02 | 0.047 | 0.010 |
| SUS 304 | | 0.07 | 0.49 | 0.83 | 0.029 | 0.005 | 18.2 | 8.62 | — | — | — | — |

3. 実験結果：SUS 434 (フェライト系ステンレス) の表面酸化膜は従来 Cr-O 系の酸化皮膜 M_2O_3 型と M_3O_4 型と云われている。そこで金属 Cr を上記条件で皮膜調製を行ない、 Cr_2O_3 皮膜を生成させ、これを標準酸化皮膜とした。この酸化皮膜を MicroAES で深さ方向に測定した結果 P_{Cr}/P_o 値は約 0.45 であった。次に実際試料を測定した結果、生成酸化皮膜は単純な M_2O_3 型ではなく、Cr, Mn の酸化皮膜で $P_{Cr, Mn}/P_o$ は約 0.47 (図2) であり、標準酸化皮膜の 0.45 とは異なることから Cr, Mn, O のスピネルであると推定した。これは電子顕微鏡の皮膜解析結果 $MnCr_2O_4$ と一致した。

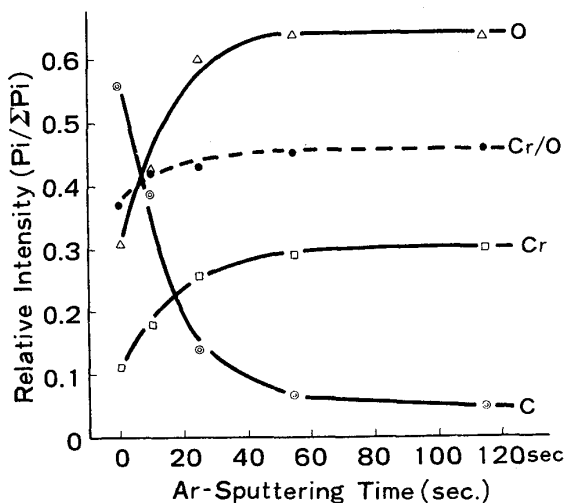


図1 金属Cr表面酸化皮膜の元素分布

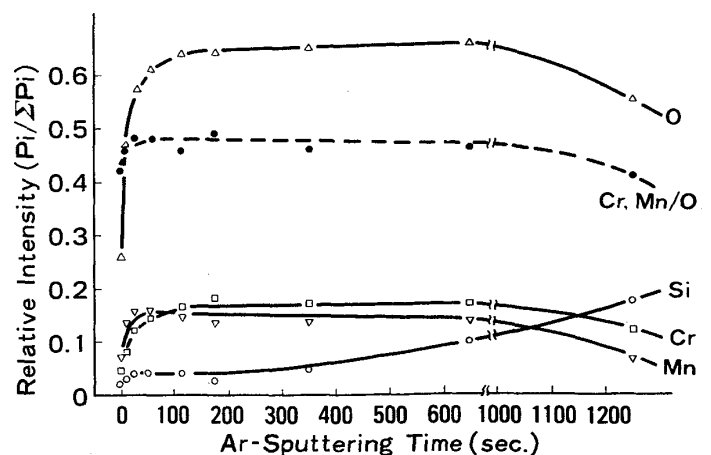


図2 SUS 434表面酸化皮膜の元素分布

4. 結言：ステンレス鋼の表面酸化皮膜を MicroAES で測定した結果、 $MnCr_2O_4$ が生成していることが判った。このように実際試料の測定でも P_{Me}/P_o の比をとることが有用であった。尚オーステナイト系ステンレス鋼でも同様の結果を得た。参考文献 第一報 鉄と鋼 No. 4, VOL 65, p 361 (333)