

(291) イオンマイクロプローブマスアナライザーによる

鋼中酸素および鋼表面の酸化スケールの分析

川崎製鉄(株)技術研究所 鈴木敏子 角山浩三

1. はじめに イオンマイクロプローブマスアナライザー (IMMA) は表面分析装置として多くの試料の分析に用いられている。鉄鋼材料の分析には感度や二次イオン強度比の安定性などから一次イオンとして酸素イオンビームが最も適しているが、この場合試料中の酸素の分析が困難である。そこで一次イオンとして窒素イオンビームを用いた酸化スケールなどの酸素の分析手法の開発が望まれてきた。しかし窒素イオンビームの場合は試料中に酸素が含まれていることにより、マトリックスや合金元素の二次イオンイールドが変化してしまうことからデータ解析が複雑であり、今まで定量的な取り扱いがあまりなされていない。そこで酸素を多量に含む Fe めっきを窒素イオンビームを用いて深さ方向の分析を行なうことにより酸素の検量線を作成し、酸素による二次イオン強度の変化について検討するとともに、冷延鋼板表面に成長させた酸化スケールの分析を試みた。

2. 試料および測定条件の検討 測定に供した Fe めっき中には酸素が 3500~70000 ppm 含まれている。また酸化スケールは冷延鋼板を大気中で 550℃ および 700℃ x 10 分焼鈍して作製した。使用した装置は ARL 社製 IMMA であり、加速電圧は 20 kV、真空度は 4×10^{-7} ~ 1×10^{-6} torr (イオンポンプ室) とした。一次イオン電流密度による二次イオン強度の安定性を調べたところ、酸素濃度が高くなるに従いその影響が小さくなることわかった。測定は二次イオン強度が安定して得られる領域で行なった。

3. Fe めっき試料による検量線の作成および酸化膜の分析 Fig. 1 に Fe めっきの IMMA による深さ方向の分析結果を示す。スパッタ時間約 20 分で地鉄に達していることがわかる。また N の二次イオン強度はほぼ一定であるのに対し、Fe 強度はめっき中で高くなっている。この傾向は酸素濃度が高いほど大きい。従ってマトリックス元素に対する O の二次イオン強度比を用いて検量線を作成すると直線性の良い検量線が得られなかった。そこで Fe イオン強度の代わりに N イオン強度を用いると Fig. 2 のようになり良い直線性を示した。次に上記の酸化膜を分析した結果をこの方法で Fig. 2 にプロットすると FeO, Fe₃O₄ とともに非常に良く検量線上にのった。

4. まとめ 一次イオンとして窒素イオンを用いて鋼中酸素の分析を試みた結果 1) 一次イオンの電流密度を大きくすると安定した二次イオン強度比が得られる、2) 酸素濃度が高い場合には一次イオン電流密度の二次イオン強度比に及ぼす影響は小さい、3) 酸素の検量線にはマトリックス元素の代わりに N の二次イオン強度を用いると良い、4) 酸素の存在によりマトリックス元素の二次イオン強度が強調される割合は酸素濃度に異存している 5) Fe 表面の酸化スケールの状態分析が可能である、等が明らかになった。

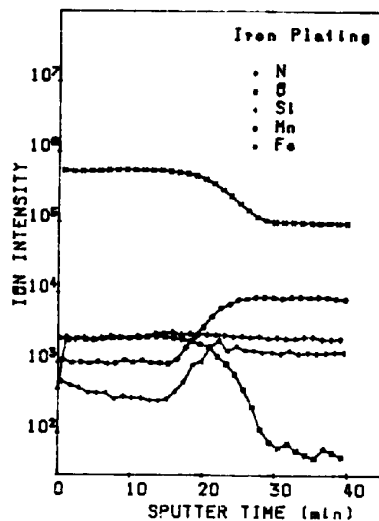


Fig. 1 Depth Profile of Iron Plating

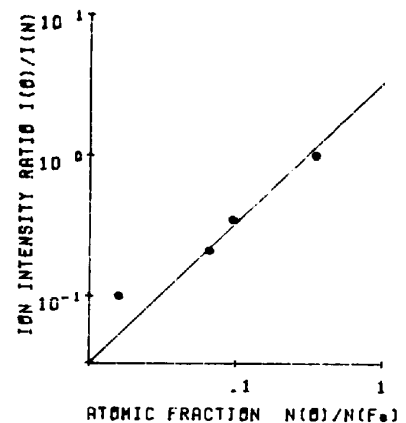


Fig. 2 Working Curve of Oxygen