

(295) 電子線エネルギー損失分光法による鋼中の析出物の同定

川崎製鉄(株)技術研究所 物理研究室 山本厚之 綿引純雄

清水真人 小西元幸

I. 目的 電子線エネルギー損失分光法 (Electron Energy Loss Spectroscopy : EELS) は入射電子が試料を透過する際に受ける非弾性散乱を利用して元素分析を行う方法であり, H, He 以外の元素はすべて分析できるうえに, 通常のエネルギー分散型 X 線分析法では検出できない B, C, N, O 等の軽元素の方が検出感度が高いという特徴がある。これを, 高輝度で微小な電子線源となる電界放射形電子銃 (FEG) を備えた走査透過型電顕 (STEM) で行くと, 極微小領域 ($> 100 \text{ \AA}^0$) 中の元素分析が可能となり, 鋼中の微細な析出物分析の有力な手段として用いることができる。最近, 当研究室では, EELS による析出物の分析が Routine work として行えるようになったので, その中から 2, 3 の例を紹介する。

II. 方法 熱電界放射型電子銃を持った STEM を用いて, 加速電圧 80kV で EELS を行った。EELS により元素分析を行う際には, EELS スペクトル上に現われる内殻電子励起損失ピークを用いる。即ち, 入射電子が原子の内殻電子を励起する際には, その元素に固有のエネルギー損失を被るので, その値から元素の同定ができるのである。用いた試料はカーボンレプリカおよび通常の電解研磨によって作製した薄膜である。

III. 結果 Fig. 1 に抽出レプリカ法によって得た Ti 添加鋼中の析出物 (挿入写真中矢印で示す) の電顕写真とその EELS スペクトルを示す。スペクトル上には散乱されなかった電子および弾性散乱された電子による Zero-loss peak と, 価電子を励起した電子による Plasmon-loss peak が見られ, それに続いて, 窒素の K 殻電子, チタンの L 殻電子を励起した電子によるピーク (N-K, Ti-L_{2,3} と表わす。以下同様) が現われている。この結果, この析出物は窒素とチタンの化合物, 既ち TiN であることが判る。この析出物は約 $500 \times 500 \text{ \AA}^2$ で非常に微細なものであるが, この程度の大きさのものでも分析できる。

Fig. 2 は B 添加鋼の薄膜中に見られた析出物とその EELS スペクトルである。スペクトル上に, B-K, N-K のピークが現われており, この析出物は BN であることが判る。BN に関しては, Window-less のエネルギー分散型 X 線分析によっては B が検出できないこと, オージェ電子分光法, イオン質量分析法では, このような微細なものは分析が困難なことなどを考えるならば, EELS は現在のところ最も有効な分析手法であると言える。

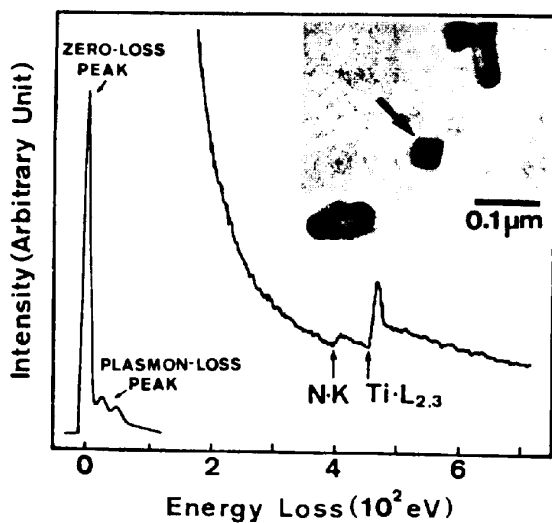


Fig. 1 EELS spectrum of the precipitate in Ti-added steel

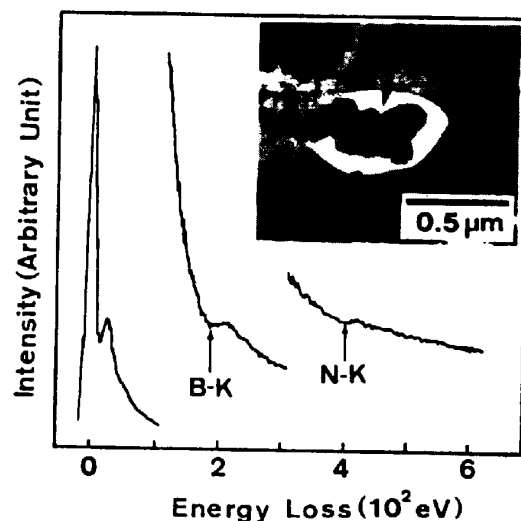


Fig. 2 EELS spectrum of the precipitate in B-added steel