

(320) フーリエ変換赤外分光法による金属表面酸化物の分析

川崎製鉄(株) 技術研究所 ○山本公 角山浩三 大橋善治

1 はじめに

フーリエ変換赤外分光法 (FTIR) は、分散型赤外分光法に比べて光学的に明るく、また積算測定が可能であるため、従来困難であつた金属表面の 100\AA 程度の薄い酸化膜の形態分析が可能である。しかも測定は真空を必要とせず、短時間であるという利点がある。そこで TFS の表面クロム酸化膜を対象として測定を行った。

2 装置・測定法

装置 フーリエ変換赤外分光装置 JIR 100 (日本電子製)
 検出器 広帯域 MCT 検出器
 測定法 高感度反射法 入射角 70° 平行偏光 積算 500 回
 発光法 測定角 60° 測定温度 50°C 積算 1000 回
 発光スペクトルは測定系のバックグラウンド補正、黒体による補正をした後比較試料との差スペクトルをとつた。

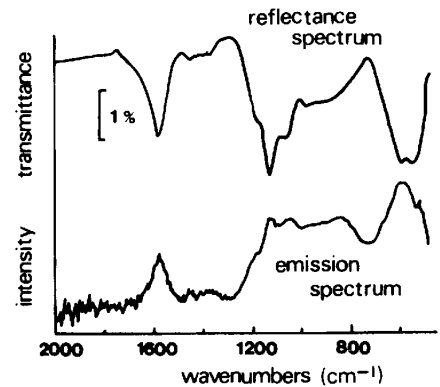


Fig.1 Reflectance and emission spectrum of TFS

3 結果

1. 高感度反射法と発光法で得られた TFS のスペクトルを Fig.1 に示す。発光スペクトルは試料の変性を避けるために 50°C という低い測定温度で得られたものであるため高波数域での S/N が悪いが、両方法とも良好なスペクトルが得られクロム酸化物によるピーク、 SO_4^{2-} によるピーク、OH 基によるピークが測定された。

2. クロム酸化物のピークの帰属を詳細に調べるため、窒素雰囲気中で加熱した TFS について、発光スペクトルの加熱温度による変化を Fig. 2 に示す。また高感度反射法で測定した OH 基のピークの加熱温度による変化を Fig. 8 に示す。

Fig.2 より測定温度である 50°C に加熱した時には 615 cm^{-1} のピークと、 900 cm^{-1} 付近のブロードなピークが測定されるが、加熱温度が高くなるにつれて 615 cm^{-1} から 670 cm^{-1} にピークがシフトする。 400°C で加熱した TFS ではこの 670 cm^{-1} のピークだけになり、この時 Fig. 8 に示すように OH 基のピークは消滅する。これは TFS 表面のクロム酸化物が加熱によつて Cr-OH 結合から Cr-O 結合に移行したためと推定される。さらに 900 cm^{-1} 付近のブロードなピークは 200°C に加熱した時にはほとんど消滅しており、この時 Fig. 8 の OH 基のピークには大きな変化がないことや水和酸化クロムの熱分析結果からみて、Cr-H₂O 結合によるものと推定される。

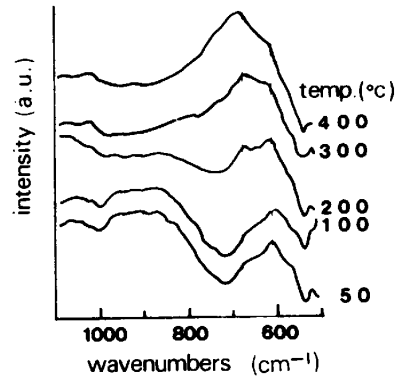


Fig.2 Change of Cr oxide spectra with temperature

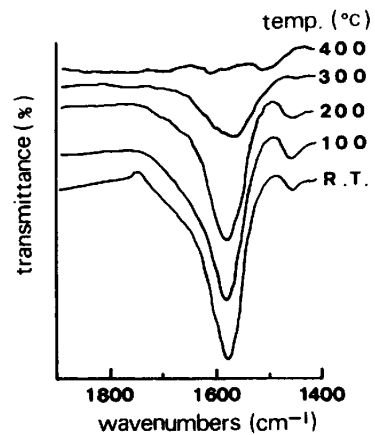


Fig.3 Change of OH spectra with temperature