

(425) フェライト系ステンレス鋼の空気酸化皮膜の二次イオン質量分析法によるサブミクロ成分構造解析

新日本製鐵(株) 分析研究センター ○西坂 孝一, 山本 満治, 船木 秀一  
鈴木 堅市, 大坪 孝至

1. 緒言 フェライト系ステンレス鋼の表面特性を基本的に解明し, 把握しておくことは, 高耐食性へ向けての特性改善において重要な課題である。特に, 高温における鋼の表面酸化は, 腐食メカニズムの基本であり, 初期酸化で生ずる表面酸化皮膜をマイクロにSIMSを主体に解析することを試みた。

2. 実験

2.1 試料: SUS 430 (C 0.04, Si 0.30, Mn 0.12, Cr 16.2, Al 0.12, Ni 0.11%) のホットコイルを1100°C 30分加熱後960°C 30分保定し, フェライト粒を100μ以上に粗大化させた。これから15mm×15mm×1.5mmの試片を切出し, 表面を0.3μ以下にバフ研磨し供試料とした。

2.2 酸化条件: 横型管状炉により900°C 1~5分空気酸化させた後, 水冷した。

2.3 解析: SIMS (CAMECA IMS-3F); 一次イオン  $0\frac{1}{2}$  12KV 25 nA, ラスターサイズ250μφ, 分析領域60μφ, AES (PERKIN ELMER PHI-600); 3KV 0.1A, ビームサイズ1μφ, SEM (HITACHI S-520)を用い, 表面の結晶粒毎に分析を行ない, 解析した。

3. 実験結果および考察

3.1 結晶面方位と酸化膜の着色: 酸化処理前にSEMを用い, ECP (Electron Channeling Pattern) を計測し, 酸化後に着色した皮膜を関連づけた結果, 着色は, 結晶粒により明瞭に区分できた。Fig. 1に, 3分酸化処理に供した試片の結晶粒方位のunit stereo triangleと酸化膜の着色の状況を示した。

3.2 酸化皮膜厚さと結晶方位: 結晶粒毎のSIMSおよびAESの分析結果, 空気酸化1分では, 結晶方位による酸化の異差は小さいが, 2分以上の酸化において方位依存性が明確になり, (111)面が最も皮膜が厚く(約1600Å/3分酸化), (110)面が最も薄く(約900Å/3分酸化), 皮膜厚さと着色状況はよく一致した。SIMSにおける皮膜厚さは,  $0^+$ の積分強度を用いることにより, 測定毎の1次イオン密度の変動をおさえて有効に使用できる。

3.3 酸化皮膜の成分構造: 酸化皮膜は, 多層構造をなし酸化物の酸素ポテンシャルの順に成分が深さ方向に分布しており (Fig. 2), 酸化が進行するにつれて層構造が明瞭化してくる。この層構造は, イオン像を観察することにより, 三次元的に解析できる。また, 酸化前の電解研磨を除いた試片では, 酸化の結晶方位依存性がうすれて, 皮膜は均質化してくる。これは, 研磨加工により, 表面近傍の結晶構造がみだされたと解釈でき, ECPの計測が困難になることから推察できた。不均一酸化は, 酸化の初期から生じていることがわかった。

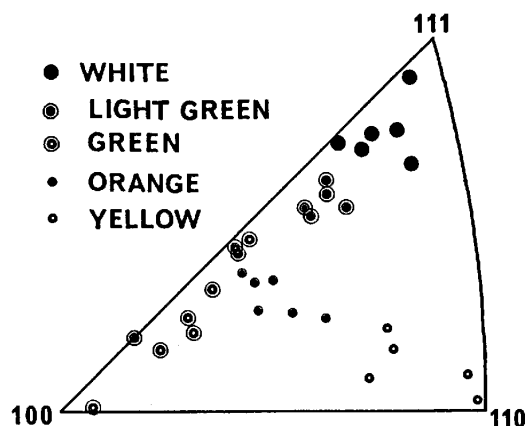


Fig. 1. Unit stereo triangle of surface grains and their oxidized colorations at 900°C for 3min in air

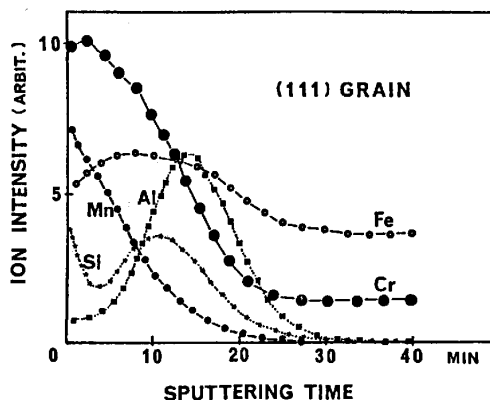


Fig. 2. Depth profile of a (111) grain oxidized at 900°C for 3min in air