

(428) 光電子分光法による鋼板上スケールの形態分析

川崎製鉄(株) 技術研究所 ○山下孝子、工博 清水真人

1. 緒言 ; 光電子分光装置 (ESCA) は表面の状態分析を行なえる装置として広く利用されているが、鉄酸化物の同定には単結晶を真空中でへき開又は標準試薬を Ar⁺ イオンスパッタリングした試料が用いられている。しかし、実際に鋼板上にできた伝導性を持つスケールでは著者の知る限りではまだ ESCA による正確な同定が行なわれておらず、又、単結晶等から得られた値もチャージアップの問題が残り分離同定が困難であった。そこで、実際に鋼板上にできたスケールでその形態の分離同定を試みた。

2. 実験 ; 試料はリムド鋼を 900℃6hr 大気中で焼鈍して形成したスケールを剝離又はへき開して得たもので、X線回折で同定後、真空中で 180℃6hr ベークして測定を行なった。使用した装置は V. G. Scientific 社製 ESCALAB-5 で Fig. 1 に形成したスケールと剝離位置および測定面を示すが、分析にあたっては非破壊で深さ方向分析の可能な角度分布測定¹⁾を行なった。

3. 結果および考察 ; まず Table. 1 に標準試薬のスパッタによる深さ方向分析の結果を示すが、スパッタ前は違っていたものがスパッタを行なうと●印で示す様にピーク位置が 709.5 [eV]、 $\frac{O}{Fe}$ 比が約 1.1 に落ち着いてしまう。すなわち、スパッタリングは正確な分析を行なうためには、できる限り避けなければならない。

次に No. 1、No. 2 の試料の真空中でベークする前後の 4 つのピークについて、従来通り O_{1s} のピーク位置で補正²⁾を行なうのは酸化物上の吸着 O では必ずしも正確な方法とは言えない。そこで、文献値^{3), 4)}でも O_{1s} の -0.1 M ピークの位置は鉄の酸化状態によらずある範囲内に収まるところから、 O_{1s} の -0.1 M ピークを基準にして $Fe_{2p} \frac{3}{2}$ ピークの補正を行なったところ、ベーク前では表層からの信号を多く受ける光電子脱出角 θ が 10° の場合と、より深い層からの $\theta=90^\circ$ の場合で 0.5 eV 程度の差があるが、No. 1、No. 2 ともベーク後は両者が一致した。結果を

Table. 2 に示す。

同時にベーク後 $\theta=90^\circ$ の試料 $\frac{O}{Fe}$ 強度比も示すが、No. 1 試料は 1.79、No. 2 は 1.14 となり、すなわち、鋼板上のスケールから得られる鉄酸化物のピーク位置として、 $FeO=709.5 [eV]$ $Fe_3O_4=710.25 [eV]$ となった。なお、Table. 1 に●印で示したものが No. 2 試料結果と一致しているが、この傾向は McIntyre³⁾ らの測定結果と良く一致している。

- 参考文献 1) 羽根孝子、角山浩三、第 107 回鉄鋼協会講演大会、84-S293
 2) 羽根孝子、大橋善治、第 105 回鉄鋼協会講演大会、83-S294
 3) N. S. McIntyre. et al., Anal. Chem., 49, 1521
 4) R. L. Kurtz. et al., Surface Science, 192, 345

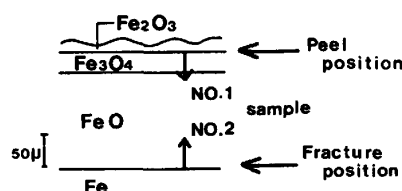


Fig.1 The scale of a oxidized steel and the peel or fracture position

Table.1 Peak position and intensity ratio of the standard iron oxide powder samples

SPM (Å)	peak position (eV)			intensity ratio	
	O 1s	Fe 2p 3/2	Fe 2p 3/2	$\frac{Fe^{metal} O}{Fe_{ox}}$	$\frac{O}{Fe_{ox}}$
0	529.7	-	709.6	0	1.80
	531.7	-	710.3	0	1.80
10	530.4	-	710.4	0	1.35
	531.4	-	710.4	0	1.35
300	529.8	706.7	710.3	0.10	1.45
	530.0	706.7	709.5	0.47	1.05
600	530.1	-	711.0	0	1.94
	531.5	-	710.1	0	1.59
10	530.1	-	710.1	0	1.59
	531.2	-	710.1	0	1.59
300	530.0	706.8	710.5	0.16	1.46
	530.0	706.8	709.5	0.71	1.04
0	529.6	-	710.3	0	1.78
	531.0	-	710.3	0	1.78
10	529.7	-	709.3	0	1.20
	530.0	706.6	709.5	1.01	1.05
300	530.0	706.6	709.5	1.30	1.10
	530.0	706.7	709.5	1.30	1.10

Table.2 Peak position of No.1, No.2 Samples baked in vacuum

NO.	θ	before BAKE OUT	after BAKE OUT		
		Peak Position (eV)	Peak Position (eV)	F.W.H.M. (eV)	O/Fe intensity ratio
1	90°	710.25	710.25	3.8	1.79
	10°	711.10	710.25	3.8	
2	90°	710.50	709.50	4.0	1.14
	10°	710.35	709.50	4.0	