

(506)

レーザーラマン分光法による金属表面の酸化皮膜の同定

(金属表面の化合物の分析-1)

(株)コベルコ科研 研究開発室 ○古川憲治

1. 緒言 レーザーラマン分光法は、物質の同定が行えるという特長から、最近、表面分析法の一手法として注目されている。本法を金属表面の化合物の同定に適用するためには、かなり低波数域までのラマン光の測定が必要となるが、この低波数域での測定は、主として金属表面での反射光やレーリ光などの迷光のために困難な場合が多い。この問題の解決のために、今回迷光除去率の改善されたトリプル分光器仕様の装置を用い、金属表面の酸化皮膜の同定を目的として種々検討を行った結果、本法の有用性が確認できたので報告する。

2. 装置と測定方法 日本分光工業製 NR-1000レーザーラマン分光光度計(ダブル分光器仕様)に、サード分光器を付けたトリプル分光器仕様の装置を、迷光の多少に応じてダブル分光器モードあるいはトリプル分光器モードで使用した。レーザー光としては、Arイオンレーザーの5145 Åの線を用い、出力300~500mWで測定した。90度散乱のラマン光を光電子増倍管で直流増幅方式で検出した。また、標準スペクトルの測定では、試料をKBr錠剤とし試料回転装置を用いて測定した。スリット幅、レーザー光の入射角度などの他の測定条件は、試料に応じて最適となるように設定した。

3. 結果 一例として、Fig. 1にステンレス鋼表面の大気酸化皮膜の同定のために準備した酸化物の標準スペクトルの代表的なものを示す。また、Fig. 2にステン

レス鋼の大気酸化皮膜の同定結果の例を示す。この例の場合、1000度で10分間大気酸化処理した SUS-304L の表面に生成する化合物は、主として  $Cr_2O_3$  と  $FeCr_2O_4$  であり、800度で1分間大気酸化処理した SUS-409 では、 $Fe_2O_3$  であった。また、304Lでは、 $NiCr_2O_4$ 、409では、 $FeCr_2O_4$  の生成も認められた。

4. 結言 レーザーラマン分光法は、化学構造や結晶構造に関する情報が得られるなど、その分析情報が豊富であること、またX線回折法では困難な薄い皮膜やアモルファス物質の測定もできるなど、多くの優れた特長を有しており、金属表面の酸化皮膜の同定法としても優れていることが確認できた。

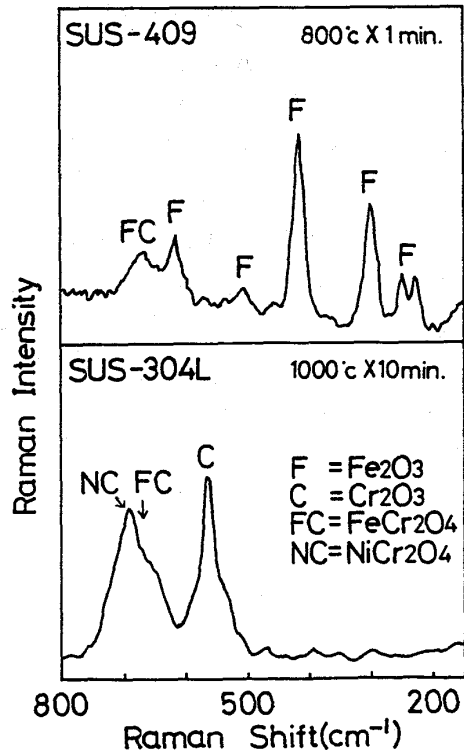


Fig. 2 Raman Spectra of Oxide Films formed on SUS-304L and 409 at elevated temperatures

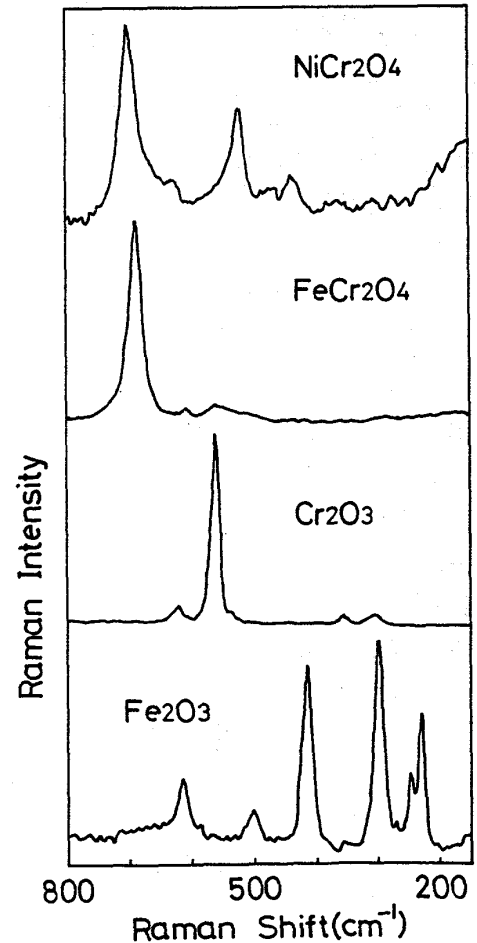


Fig. 1 Standard Spectra of Oxides