

(348) オージェ電子分光法による鉄鋼材料の粒界破面の分析

川崎製鉄技術研究所 ○大橋善治 角山浩三

1. 緒言

オージェ電子分光分析装置(AES)は表面数原子層を非破壊的に測定できること、原子の結合様式に関する知見も得ることができることなどから鉄鋼材料の研究に広く応用されはじめている。それらのなかで結晶粒界破面の分析はAESが有効に利用されている分野の一つであり、特に焼もどし脆性と粒界濃縮の関係についてはかなり研究が進められている。¹⁾ところで実際の破面は粒界、擬劈開の混合破面であることが多い。これまでの報告ではこの点をほとんど考慮せず、数ヶ所の測定値の平均値をもって破面全体の平均の偏析量として扱っている。しかし混合破面をもった試料では一般に測定値のバラツキが大きい。その原因を明らかにするために筆者らは、細束化された電子ビームをもちいてよりmicroな立場から再検討してみた。

2. 実験装置

シリンドリカルミラー型の分析器とビーム径を最小 $25\mu\phi$ まで絞れる内蔵型電子銃をもったものを用いている。このビームはスキニングでき、それにより吸収電子像をテレビでモニタしながら測定位置を確認し、実験をおこなった。試片は 5mm 角で長さ 55mm に加工し、一端から 35mm の所に4面Vノッチを入れた。これをAES装置内に装入し、真空度 $2 \times 10^{-9}\text{torr}$ 以下で -130°C まで冷却後、破断しオージェスペクトルをとった。スペクトルをとる時は強度を上げるため、ビーム径を $100 \sim 200\mu\phi$ にしている。偏析量はすべて合金元素のピークのFeピークに対する比(I_x/I_{Fe})により示した。

3. 実験結果

0.03% Pを含むMn鋼を脆化処理した試料の測定をおこなった。粒径は約 $50 \sim 100\mu\phi$ であった。AES装置内で破断した試料の破面を走査型電顕で観察した所、ほとんどの試料が粒界破面と擬劈開破面の混合破面であった。Pの粒界偏析を調べた所、場所により測定値にかなりの差があったので測定ビーム径を $150\mu\phi$ として、その範囲内での粒界破面の面積率と I_P/I_{Fe} との関係を調べた。図-1の横軸は粒界破面の面積率、縦軸は完全粒界破面でのPの相対強度(I_P^0/I_{Fe}^0)に対する混合破面におけるPの相対強度(I_P/I_{Fe})の比をとったものである。粒界破面の面積率と、Pの相対強度の比は良い相関が認められ、測定強度は粒界濃縮量のほかに粒界面積率にも強く依存していることが明らかである。したがって測定強度を脆化処理と対応づけるにはビームを細束化して粒界破面と擬劈開破面を独立に測定する必要がある。

1) 田中淳一、山田真 鉄と鋼 vol.60 No.11
S615 1974

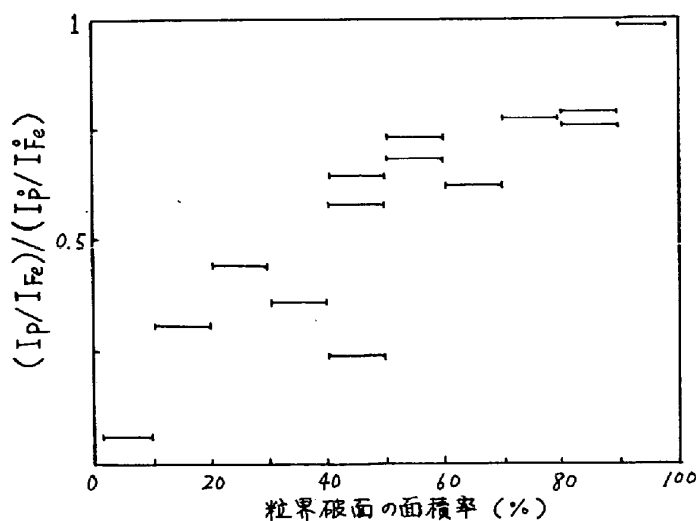


図-1. 混合破面における粒界破面の面積率とPの相対強度比との関係