

川崎製鉄㈱技術研究本部

○山下孝子, 鈴木敏子

工博 清水真人

1. 緒言 ; X線光電子分光法(以下XPSと略す)は、表面感度が良くしかも状態分析が可能であることから、鉄鋼分析においても欠かせない分析手法であり、多くの研究に利用されている。これまでのXPSの活用法では状態分析が主流であったが、最近の製品の多様化、品質管理の厳密化に伴い、表面域からの状態の変化ばかりでなく組成の定量的な把握が重要になっている。

XPSにおける定量方法としては、検量線や感度係数を用いる方法等がある。しかし、検量線法では最表面から化学的に安定でしかも組成のはっきりした標準試料の入手が困難であり、後者では装置間で生じる誤差が全く考慮されていないという問題がある。そこで、今回著者らは精度の高い定量分析を行うことを目的として、ステンレス鋼板に代表されるFe-Cr二元系合金を用いて検討を行ったので、以下報告する。

2. 実験方法および結果 ; XPS分析において表面汚染層の除去には Ar^+ イオンスパッタリングを用いることが多いが、これには還元または選択スパッタ等の影響があると考えられる。また、Fe-Cr二元系合金の試料調整法と組成の変化の報告¹⁾もあるが、吸着あるいは酸化の影響を考慮するとAES等に用いられている引っかき装置によるバルクの露出²⁾が有効であると考えられる。そこで、スパッタなしで清浄表面を得る方法として、Fe-Cr二元系試料(Cr濃度: 10%, 20%, 30%, 50%, 70%)を真空中すなわちXPS装置内においてエメリーペーパーで機械的に研磨することを試みた。真空中でエメリー研磨したこれらの試料から得られた検量線をFig.1に示す。

次に得られた検量線が真のバルク濃度を反映していることを確かめるために、Fig.2に示すような純Feおよび純Crの薄片を張り合わせた試料を作成した。これらの試料は、X線のdensityが一定の所で同時に測定されれば、光電子の脱出深さを考慮に入れた試料のFe, Crの体積比 $\approx$ 面積比が濃度比に相当する合金と考えられる。

この試料から得られたCr/Fe強度比と面積比($Cr/Fe = 0.94, 1.82, 2.00$)との関係をFig.1に同時に示すが、真空中エメリー研磨して得られた検量線とよく一致していることがわかる。したがって、この検量線は真のバルク濃度を反映していることが確認できた。今回得られたFeに対するCrの相対感度は0.79となった。また、スパッタなしで清浄表面を露出する方法として真空中においてエメリーペーパーで機械的に研磨する方法が有効であることが明らかとなった。

3. 応用 ; 得られた感度係数を用いてFe-Cr二元系合金の最表面の定量を行ったところ、Fig.3に示すようにCrの選択酸化が観察され、その濃化の仕方はCr濃度が小さいほど激しいことがわかった。

<参考文献>

- 1) Asami, Corrosion Science, 17, 713(1977)
- 2) A. Mogami, SEM/1984/V, P.1675(SEM Inc, IL, 1984)

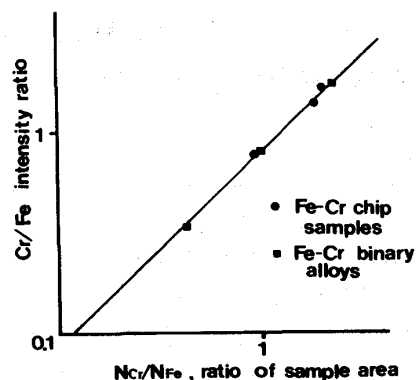


Fig.1 Calibration curve of Fe-Cr binary alloys polished with emery paper in vacuum and Cr/Fe intensity ratio of Fe-Cr Chip samples

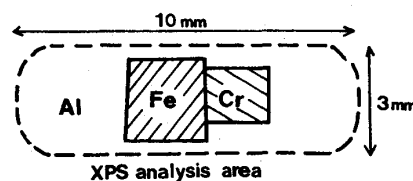


Fig.2 Fe-Cr chip samples with pure Fe and pure Cr

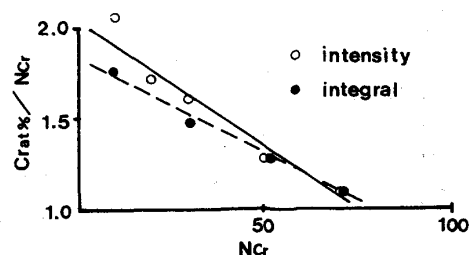


Fig.3 Relationship between Cr enrichment and Cr content