

œ î<sup>a</sup> TM7Á Ê ( œ ( Ò 2 \_ | •5r S i q b ( Ò  
Application of Auger Electron Spectroscopy to Analysis of Iron and Steel

± « • (Yoshiharu Ohashi) 0... £ ^ U(Kozo Tsunoyama)

---

0[ " :  
œ î<sup>a</sup> TM7Á Ê « ì j ° ß « ¥ Æ î b5r5ð ì q l b Â#Ý \_ X 8 Z3Ù m S 0è q%Ú •/æ\*( †#Ý  
8 • G \ \_ | ~>\* P-Cr-Mo 5ð \_ > E • œ5 -(ò b(•#ú ë Ò \+\$ ì b6õ € † Â } ? \_ K S  
Fe-0.02>#B œ5 b • Ì Ò \_ | • œ5 -(ò b+¬#ä/²8 l b ë Ò †1\* m>\*>@>\*>L @%& W Z ë Ò  
M • G \ †1 u S r S>\* AES \_ | W Z Fe 4ß ì "@ b g Â ( Ò †/œ 8>\* M2>\*3VV Æ î j b  
© Ç ° > | g L2,3MM b>1 • b Æ î j b%& P l Ø b š ì † g Â ( Ò \_ <#Ý K : • G \ †&g  
K S

---

論・報 文

## オージェ電子分光分析法による鉄鋼材料の分析

Application of Auger Electron Spectroscopy to Analysis of Iron and Steel

十 坪 美 治\* 色 山 浩 二\*\*

Yoshiharu Ohashi

Kozo Tsunoyama

## Synopsis:

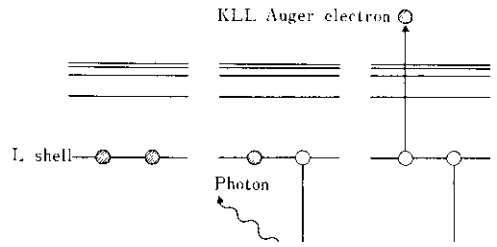
Application of Auger electron spectroscopy to the iron and steel analysis has been studied. The apparatus for fracturing specimen in vacuum is used successfully for the study of segregation

of P to the grain boundaries of Fe-Cr-Mo alloys: the concentration of P can be related to the temper embrittlement of the alloys. Surface segregation of alloy elements in Fe-0.02%B is investigated by Auger electron spectroscopy. After tempering at 350°C, it is found that B and N segregate to free surface

## 2. AES の測定原理

### 2.1 歴史的背景

AES の測定原理について述べる前に AES の



彼は霧箱の中でγ線の飛跡を調べたところ、非常

Fig. 1 Schematic diagram of KLL Auger emission





### 3.2 電子エネルギー分析計

オージェ電子エネルギー分析計としては、阻止

でも、分析位置を明らかにし、また試料の状況を確認しながら実験をおこなうことは重要であり、したがってビーム径を小さくできるということは是非とも必要な機能であろう。

#### 4. 結晶粒界への合金元素の偏析

超高真空内で試料を破断する装置を用いて、結晶粒界面に偏析した元素を AES により直接測定できるようになって以来、鋼材の破壊現象、特に脆性に関する研究は飛躍的に進歩するこ

示すように試料をホルダー兼冷却部で液体窒素によって冷却し、低温脆性を利用して破断するという方式が採用されている。試料は  $5 \times 5 \times 5.5$  mm で、上から 35mm の所に 4 面 V ノッチを入れ、そこから破断するようになっている。破断は真空外からハンマーで軽くたたくことによっておこなう。試料はマニピュレーターに 4 個まで同時

る。本装置では冷却温度は  $-130^\circ\text{C}$  でほぼ一定となるが、最初の試料が  $-130^\circ\text{C}$  に達するまでには約 60min 必要であった。

田の試料は B-C-Mn 鋼で、その試料記号は

とになった。AES を用いた脆性の研究のこれまでの進展と成果については、鈴木<sup>19)</sup>がある。当研究室においてもそのような研究の一つと

よび化学組成を Table 1 に示す。試料は  $1200^\circ\text{C} \times 30\text{min}$  オーステナイト化処理したあと、 $650^\circ\text{C}$  で  $H_v \cong 220$  になるまで焼鈍し、 $500^\circ\text{C}$  で時間を

一般に低温で試料を破断した場合、全面が粒界破壊したものおよび全面が擬劈開破面のもののほかに、粒界破面と擬劈開破面の混合した破面があらわれる。したがってオージェスペクトルの測定に際しては、どのような破面を測定しているかを常に知っておく必要がある。本装置には試料観察像が供与されているが、その詳細は別紙に

位置と対応して示したものである。測定時は微量の粒界偏析元素を測定する必要上、ビーム強度を  $15\mu\text{A}$  と強くしてあるためにビーム径は約  $150\mu\phi$  とかなり大きくなっている。このようにして得られたオージェスペクトルの例を **Fig. 5** に示す。横軸は電子の運動エネルギー  $E$  であり、縦軸は強度  $N(E)$  となっている。

は、1次電子のビーム径が  $25\mu\phi$  とかなり大きいこと、焦点深度が浅いことおよびテレビジョンと

微分した値  $dN(E)/dE$  になっている。

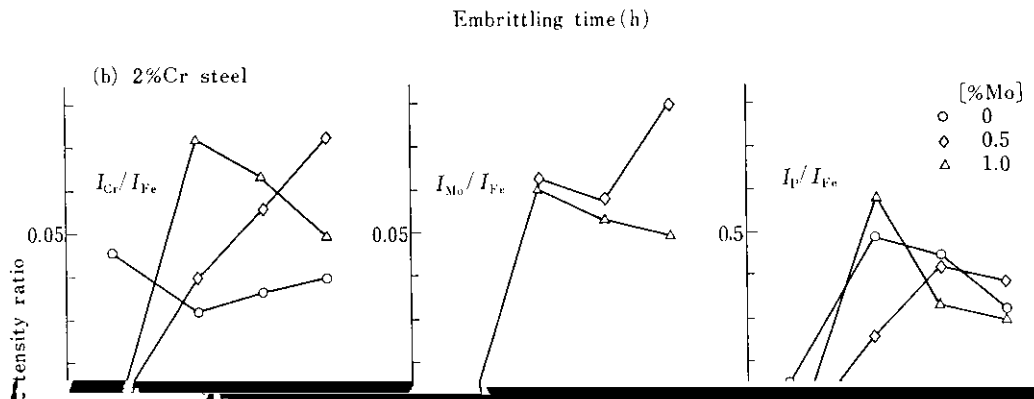
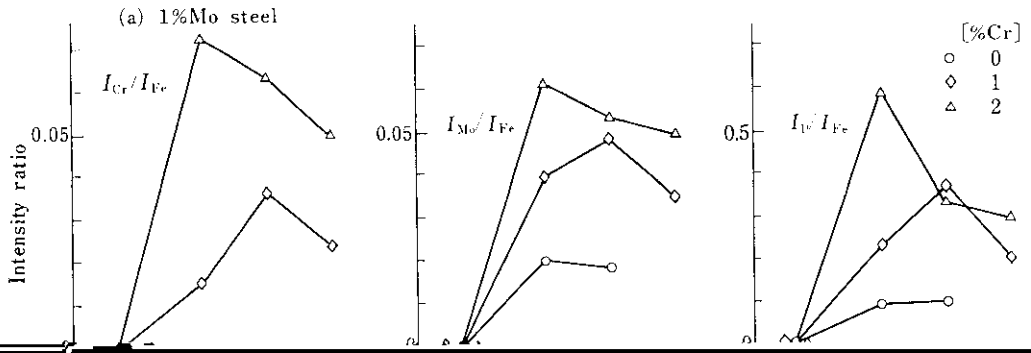




(a) 1% Mn 添加 鋼中の偏析状態が、鋼中の Mn 含量に依り、



言えないが、Fig. 7 から Cr は P の偏析を促進



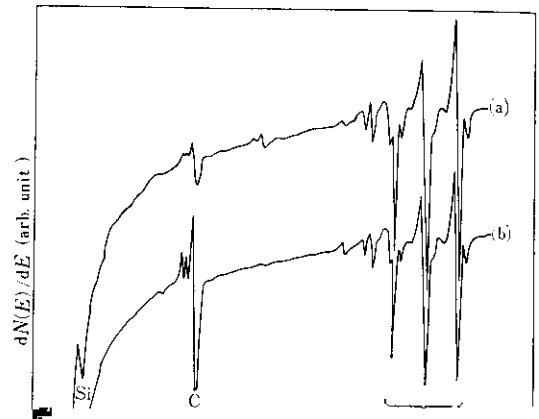
1. 鋼材の機械的性質

[The remainder of the page is obscured by heavy horizontal black lines, rendering the text illegible.]

試料を厚さ 0.3mm, 幅を 5mm とした時に 950°C まで加熱することができた。この温度は現有の赤外線パイロメータの最高指示温度で、実際にはさらに高温まで加熱することができる。また AES の測定条件は粒界偏析を測定した時と同様 (Table 2 参照) である。

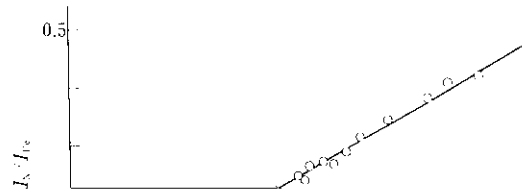
### 5.2 試料表面の調整方法

加熱によって自由表面への合金元素の偏析を調べる場合、加熱前の表面状態が偏析におよぼす影響を十分考慮に入れる必要がある。たとえば表面



差を無視することができると考えられる。

また Fig. 11 には, 1min 加熱後冷却して測定という手順でおこなったときの実験結果もあわせて示してある。この場合も 5min 加熱の場合とほぼ同様の結果が得られた。このことは, 加熱時に



結合エネルギーが小さくなるほど著しくなる。したがって、いくつかの Fe の AES ピークのうち、46eV 付近にある Fe の  $M_{2,3}VV$  オー

ジェはほぼ一致していると考えられる。一方  $Fe_3O_4$  では、高エネルギー側の  $Fe_2$  については一致しているが、 $Fe_1$  の方は非常に異なっている。筆者らの

果の一部を Fig. 14 に示す。純鉄のスパッタ後のスペクトルは清浄な Fe のスペクトルであり、46.5eV 付近にある  $M_{2,3}VV$  オー

ジェとほぼ同じ位置にあるのに対し、Seo らは清浄な Fe のスペクトルのピークと同じ位置にある

認められる。一方、 $Fe_3O_4$  の Fe- $M_{2,3}VV$  オージェスペクトルには酸素との結合によるピークの変化が認められ、 $M_{2,3}VV$  ピークは 2 本に分

く必要があろう。

化学結合の影響は  $L_{2,3}MM$  の 3 本のピークにも印される。これらのピークには結合様式の差の影

がもたねられていないようであるが、この方法は の問題点があり、完全な方法は確立していた

りの一つとなると考えられる。

## 7. ま と め

ベクトルから取り出すにはどうすれば良いかという問題がある。通常微分スペクトルの P-P 傾度がオージェ電子強度に比例するとされているが、

- 17) K. Siegbahn et al.: ESCA, Atomic, Molecular and Solid State Structures by means of Electron Spectroscopy, (1967), [Almgvist and Wiksells Boktryckeri AB, Upsala]
- 18) P. W. Palmberg: Anal. Chem., 45 (1973), 549 A

20) 大橋善治, 角山浩三: 鉄と鋼, 61 (1975) 4, S349

21) P. W. Palmberg and H. L. Marcus: Trans. ASM, 62 (1969), 1016

22) J. R. Palick, C. J. McMahon, Jr., H. L. Marcus and P. W. Palmberg: Met. Trans. A, 6(1975) 1100

23) R. Viswanathan and T. P. Sherlock: *ibid.*, 3 (1972), 459

24) A. Iseli and D. E. Stein: *Chem. Ber.*, 90(1957) 202