

住友金属工業(株) 中央技術研究所 理博 ○藤野允克 薄木智亮
村山順一郎

1. 緒言

鋼板の表面分析にIMMAを適用する場合、微小部分分析、深さ方向分析、高感度分析の点で極めて多くの情報が得られ、応用も盛んである。しかしながらIMMA表面分析においては、鋼板表面には通常、大気或いは製造時に生じた酸化物層が存在し、酸化物による二次イオン強度の強調が認められる。このため定量的取扱いは成分の増加による二次イオン強度の増加と酸化物状態による強度増加とが区別しにくい点から困難であった。この解決を意図し、 N_2^+ 一次イオンによって酸素量を知ることにより酸化物と金属状態物質とを区別して定量することを試み、二元系元素に適応した。この測定法を定量分析として一般化する目的で分子イオン強度、ESCA及AES分析結果とを比較検討した。

2. 実験

装置：ARL製IMMA、一次イオン： N_2^+ (20KV) 及 O_2^+ (20KV)

試料：鉄共研蛍光X線分析用標準FXS-300及400シリーズ、純Fe、Si、Cr、Mn、Ni

3. 結果

(1) N_2^+ 一次イオンを使用した場合、Fe、Mn、Cr、Si、Ni二次イオン強度は O^+ 二次イオン強度とほぼ比例関係にあり、酸化物状態によって生ずる強調効果は個々の物質によって異なるが、同一元素にては一定であった。

(2) N_2^+ 一次イオンを用いた場合の検量線の勾配は O_2^+ 一次イオンを用いた場合とは異なる。(表1)しかしながら、鉄合金表面の酸化物層を含む表面においては N_2^+ 及 O_2^+ 一次イオンの勾配は近い。

(3) Fe-Si二元合金を O_2^+ 一次イオンにてスパッタした後、 N_2^+ 一次イオンにてdepth-profileを求めた結果について Fe^+ 、 Si^+ 、 O^+ 二次イオンが金属状態及酸化物状態から生じたものとして連立方程式によって分配させた結果は約200Å深さの Si^+ ピークが酸化物状態による強調効果であることを示唆した。(図1、2)

表1. N_2^+ 、 O_2^+ 一次イオンによるFe-X二元系検量線の勾配

$$K = (I(X)/I(Fe)) / (C(X)/C(Fe))$$

元素 X-Fe	一次イオン	
	N_2^+	O_2^+
Ni-Fe	0.2	0.64
Cr-Fe	10.0	3.16
Si-Fe	1.92	0.32
Mn-Fe	3.6	2.36

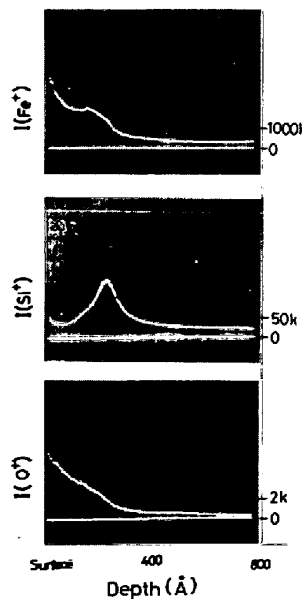


図 1.

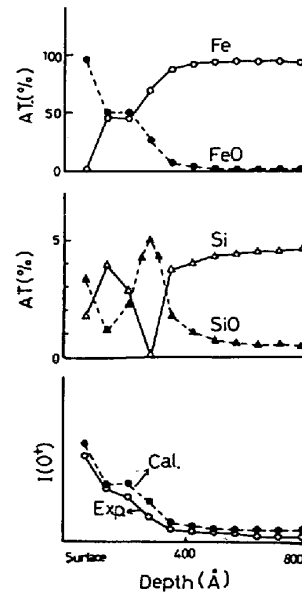


図 2.

図1. N_2^+ 一次イオンによるFe-Si合金のdepth-profile

図2. Fe及Siの金属状態(Fe, Si)及酸化物状態(FeO, SiO)定量値(酸素実測値(Exp.)と化学量論値(Cal.)比較