

# (333) マイクロビームオージェ電子分光分析装置の鉄鋼材料分析への応用(第1報)—ビーム径とオージェ電子強度との関係について—

新日本製鐵(株) 製品技術研究所 西坂 孝一 ○田中 靖二  
渡辺 俊雄 安田 浩

1. 緒言 : マイクロビームオージェ電子分光分析装置は、 $500\text{\AA}$ 以上での同定、定量分析が可能であり、鉄鋼中の微小析出物、介在物および界面分析に有用である。本報告では、二、三の金属酸化物について、マイクロビームにした場合、オージェ電子強度や感度比がどう変化するかを調査した。酸化物系での微小領域の定量分析の確立は、鉄鋼材料の酸化挙動を調査する上にも重要であるが、実用的な定量分析に不可欠の感度比についての知見が不足しており、基礎データからの積上げが必要である。

2. 実験方法 : 走査型マイクロプローブオージェスペクトルメータ (NEVA EMAS-II) を用い、試料電流  $1 \times 10^{-6} \sim 5 \times 10^{-9}$  A の範囲で、ビーム電流を一定にし、ビーム径を  $500\text{\AA}$  (オージェモード)  $\sim 200\text{\AA}$  に変化させて、オージェ電子強度  $P_i$  (pph) の変化および O ピークとの相対強度  $P_i/P_o$  を調べた。試料は、Fe-O系はヘマタイト ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ )、Si-O系は Si ウエハー上の蒸着 Si を熱酸化させた酸化膜 ( $\text{SiO}_2$ )、Ni-O系は金属 Ni を  $800^\circ\text{C}$  で熱酸化させた酸化膜 ( $\text{NiO}$ )、Cr-O系は金属 Cr を  $900^\circ\text{C}$  (露点  $-30^\circ\text{C}$ ) で酸化させた酸化膜 ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ) を用いた。各スペクトル強度は、供試料を Ar スパッタし、安定したところで測定した。各スペクトルは、Fe ( $703\text{eV}$ )、Si ( $1619\text{eV}$ )、Ni ( $848\text{eV}$ )、Cr ( $529\text{eV}$ ) および O ( $510\text{eV}$ ) ピークの pph 値を用いた。

3. 実験結果 : (1) ビーム径を小さくすると、ピーク強度 (pph) は低下傾向を示し、最小ビーム ( $0.1\text{\AA}$  以下) では、 $200\text{\AA}$  に比べ、 $\text{SiO}_2$ 、NiO 皮膜では約 40%、 $\text{Cr}_2\text{O}_3$  皮膜では約 20%、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$  では約 15% 程度低下することがわかった。しかし、O ピークと Me ピークとのピーク強度比 ( $P_{Me}/P_o$ ) は、各酸化物毎に、ほぼ一定値になることがわかった。一部  $\text{SiO}_2$  皮膜においては、 $10\text{\AA}$  以下の微小径では、強度比は 10% 高目の結果が出た。

(2) P. M. HALL 等<sup>1)</sup> が用いている相対感度因子  $P_{rel}(Me, O)$  を計算すると、Ni: 0.86, Fe: 0.66, Cr: 0.62, Si: 0.52 の値を得た。NiO については、P. M. HALL 等の結果と、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$  については瀬尾等<sup>2)</sup> の実験値から計算した値と良く近似した。

4. 結言 : 金属酸化物において、マイクロビームで測定する場合、ビーム径が小さくなるとスペクトル強度の低下が見られるが、( $P_{Me}/P_o$ ) 値は、ビーム径によらず一定値になることがわかった。この比値を用いることにより、スポット径の影響等の測定の変動を補償し規格化できる。

1) P. M. HALL et al.; Surface 67 ('77) 373

2) M. SEO et al.; ibid 50 ('75) 541

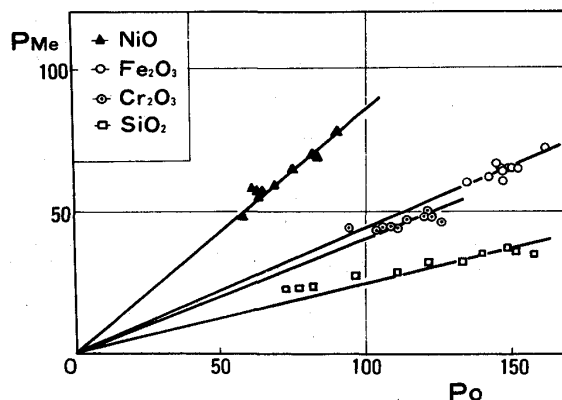


図1 Me ピーク強度と O ピーク強度

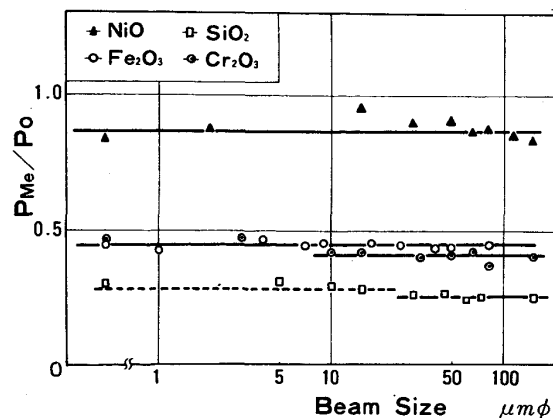


図2 ビーム径とピーク強度比