

(327) 鉄基合金系でのオージェスペクトルの定量解析

東大生研 の田中 彰博・本間 禎一

【目的】 Fe-Mn等の合金において少量成分は1%ないしそれ以下での定量を要求されることが少なくない。しかし微量になるとLMM3連ピークのような形式では表現されていないサテライトピーク等が重なってしまう(Fig.1-A部)のためにピーク高さを読み取ることが難しいということをよく経験する。すなわちバックグラウンドを主成分で表現して差引くというような工夫抜きには定量評価は不可能である。そこでまずピークが重なり合うために定量評価が難しいFe-Mn合金を例にとり、定量解析のための検討を行い、更にピークの選択、精度と限界について検討を行うこととした。

【ピークを選択】 Mn LMM (543eV: Fig.1-B)は感度が高くFeとの重なりもFeのサテライトピーク上にあるので比較的使いやすい。一方Mn LMV (590eV), LVV (636eV)ピークはそれぞれFe LMM (593eV), LMV (653eV)に接近しており、しかも感度係数は同程度の値である。従って1%Mnについてこの領域を用いようとすると、前報の α^* を1%以内に押えてもMnピークと同程度のFeピークが残り、更に ΔE が0.1eV程度ではMn以上にFeのピークが残ることになる。従ってMn LMMピーク付近以外では実用上ほとんど不可能である。即ちスペクトルの観察は550eV付近のみで十分である。

【定量限界】 Feのサテライトピーク(554eV)の感度係数はLVV (705eV)に比べて1/15程度である。従ってMn-Feの合金化に伴う状態変化がこれらのピークに与えた影響を及ぼさないものとするれば、Mn:Fe=1:12の量比のときに分析の分解能が最良になると考えられる。十分に注意が払われ、S/Nを改善して観察がなされたときに見分けられるのが、上の条件の1/50ないし1/100程度と考えられるので、Fe-Mn系におけるMnの観察限界は0.08~0.16%の程度と思われる。Fig.2に合成したスペクトル例と合金のスペクトルの比較を示した。この図からMn濃度は $1.2 \pm 0.2\%$ と推定される。試料のバルク濃度はMn 1.02%であった。更にFig.3に濃度の分解能についての検討結果を示した。合金スペクトルのS/Nを更に改善し、合成スペクトルとの差 $d(\epsilon)$ の解析により各係数を更に正確に求めれば、0.1~0.2%の濃度分解能が達成可能であると言えよう。

$$\begin{aligned} * \quad d(\epsilon) &= [\alpha + \alpha\alpha] a(\epsilon + \Delta E_a) + (\beta + \beta\beta) b(\epsilon + \Delta E_b) - [\alpha a(\epsilon) + \beta b(\epsilon)] \\ &= \{ \alpha a(\epsilon) \Delta \alpha + b(\epsilon) \Delta \beta \} + \{ \alpha a'(\epsilon) \Delta E_a + \beta b'(\epsilon) \Delta E_b \} \end{aligned}$$

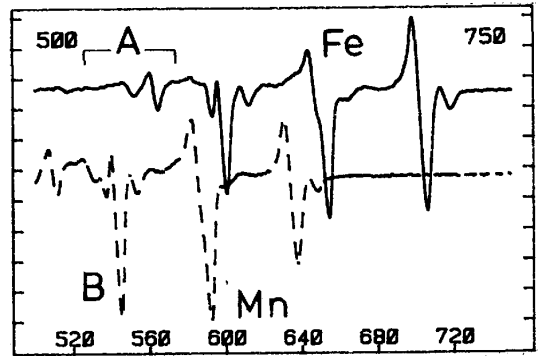


Fig.1 2 Auger spectra of Fe and Mn from 500eV to 750eV.

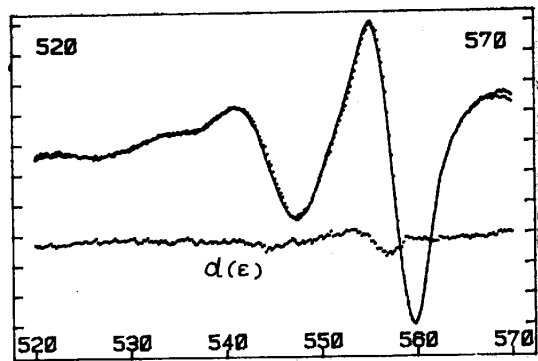


Fig.2 An Auger spectrum of the Fe-Mn alloy (real) vs simulated ones (dot).

One more differentiation of Fe is observed on the difference of them. This shows that it can be improved the estimation of $\Delta \epsilon_{Fe}$.

The estimated values are

$$\begin{aligned} \Delta \epsilon_{Fe} &= 1.4 \text{ eV}, \quad \Delta \epsilon_{Mn} = 1.0 \text{ eV}, \\ \alpha_{Fe} &= 0.988 \text{ and } \beta_{Mn} = 0.012 \end{aligned}$$

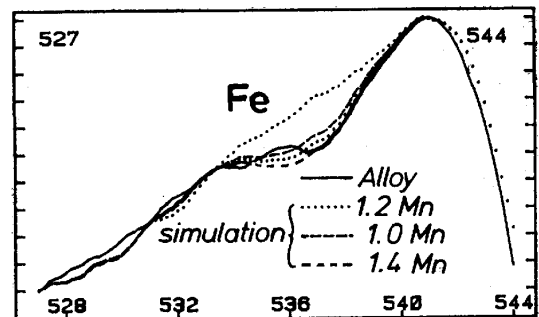


Fig.3 A transformation of simulated spectra following simulation coefficient.