

(414) 超高真空走査型電子顕微鏡によるTi-N膜中Nの定量分析

川崎製鉄株式会社 鉄鋼研究所

○北野葉子 綿引純雄

工博 清水真人

1. 緒言

Ti-Nコーティング膜は耐摩耗性、装飾性に優れ広く利用されている。走査型電子顕微鏡（以下SEM）は、膜の評価や微小部、断面観察に欠かせないが、観察と同時にEDXによる簡便な元素分析も一般的になってきた。最近ではUTW-EDXによってC、O、N等軽元素の検出も可能であるがこれらは定性分析がほとんどである。そこで当研究所の超高真空SEMを用いてTiNx膜中NのUTW-EDXによる定量法を検討した。

2. 装置

用いた装置は以下の仕様の超高真空SEMである。

測定室の真空度： 3×10^{-7} Pa/オイルフリーな排気系/Lab₆ 電子銃

EDX：Kevex 7000 UTW-EDX

3. 試料

鋼板に厚さ約1 μ mイオンプレーティングしたTiNxとTiを用いた。N₂ガス量と圧力変化でN濃度をふらせ、化学分析値をTable 1に示した。

4. 測定条件及び結果

加速電圧10KeV、ビーム電流約2.0nA（ファラデーカップ）の条件で、一試料につき5点ポイント分析した。試料はエタノールで超音波洗浄後Arスパッターで表面汚れを除いた。試料は長時間ビームを照射しても黒い跡がつかず、Cピークも出ない。

EDXはエネルギー分解能が悪く、Fig 1に示すようにTiL線とNK線が完全に重なる。付属のピーク分離ソフトではFig 2の▲印に示すようにN濃度に対するN強度の勾配は低く原点を通らない。これはTiL線ピークの広がり、ピーク中心のLaテーブル値*からのずれ、TiLとNKのエネルギー位置の近接によるピーク分離不良のためである。そこで重合ピークからTiLを直接引く方法を用いた。同時に測定したTiKで規格化した純TiのTiLを重合ピークから引くとFig 1に示すNKαTable値*に合うピークを得た。ガウス分布にフィッティング後N強度とするとFig 2に●印で示す様に原点を通る直線が得られ、№4を標準試料にMAGICVZAFで定量するとFig 3の良好な結果を得た。共存元素のL線が重なる場合も適当なピーク分離で軽元素定量ができるとわかった。

*NKα₁: 392eV, TiLa₁: 450eV (EDAX EPIC TABLES)

Table 1 Chemical compositions.

sample	1	2	3	4	5	6	Ti
N wt%	14.7	15.4	18.9	20.7	21.1	23.5	—
Ti wt%	85.3	84.3	81.1	79.3	78.9	76.5	100 ^s

s nominal

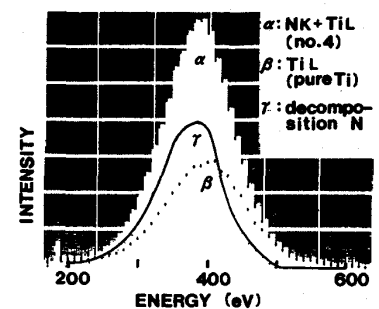


Fig 1 EDX spectra of TiNx, Ti and decomposition N.

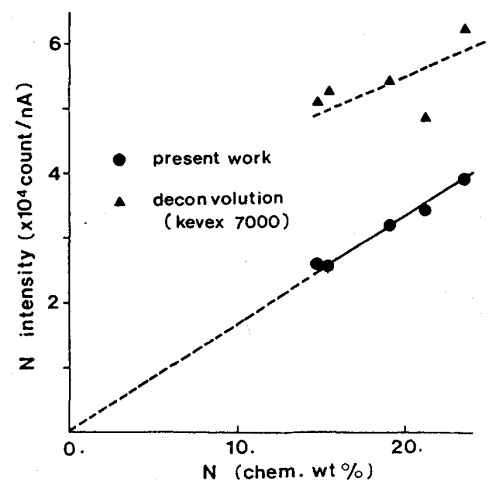


Fig 2 Correlation between N intensity and N compositions.

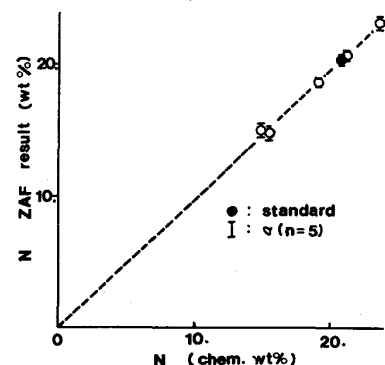


Fig 3 Correlation between N ZAF calculations and N compositions.