

(431) グロー放電発光分光法によるチタンの表面分析

新日本製鐵(株) 分析研究センター 橋口栄弘 秋山正行  
 〇鈴木堅市 大坪孝至

1. 緒言

チタンはその耐食性、美粧性のために、表面特性が重要である。表面近傍の深さ分析の可能なグロー放電発光分光法(GDS)による検討を行った。バルクと異なり、表面近傍では極度に元素濃化することが多い。また、チタンでは酸素、水素などの通常発光分析では対象とならない元素が重要である。今回チタンの酸素・水素の高濃度試料を作製して、これらを基準試料としてGDSの定量分析化を検討した。これらの結果について報告する。

2. 実験方法及び結果

2-1 基準試料

- (1) 水素分析用 水素-Ar気流中、400~600℃の条件でチタン板に水素を吸収させて作成した。水素濃度の確認はSIMSによる板厚方向の分布の確認及びガス分析により行った。
- (2) 酸素分析用 チタン板を大気中で800~900℃に加熱し、酸化層下の酸素濃化部をX線回析による格子定数測定及びSIMSによる断面板厚方向の分布の確認により行った。
- (3) 他元素分析用 各元素を添加、熔融した試料を化学分析して基準値を決定した。

2-2 GDS分析(RSV社製 ANALYMAT 2504, H(I): 1215.7Å, O(I): 1302.2Å, Ti(II): 3372.8Å, Fe(I): 3719.9Å, アノード径 4mmφ)

(1) スパッター速度の決定

GDS測定前後の重量変化から求めた。

(2) 検量線の作成

上記、2-1の基準試料を用いて、従来発光分析法では、定量が困難であったH、OについてもGDSの積分光強度による検量線を作成することができた。酸素の検量線を図1に示す。

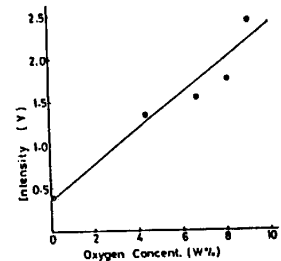


Fig. 1 Calibration curve for oxygen

(3) 深さ方向濃度分布の測定

深さ方向濃度分布の生データを定量化するには次のようにして行った。

濃度変換: 各元素の検量線を使って、濃度に変換する

深さ変換: (1)のスパッタ速度係数を使って、測定時間を深さに変換する。

実試料の分析例を図2、図3に示す。図2の生データを定量化したのが図3である。

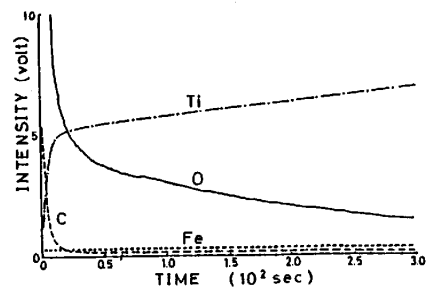


Fig. 2 Depth profile

3. 結言

チタンの表面近傍の分析をGDSにより、定量的に行った。酸素、水素の高濃度試料を作成し、これをもとに濃度、深さを定量化することができた。

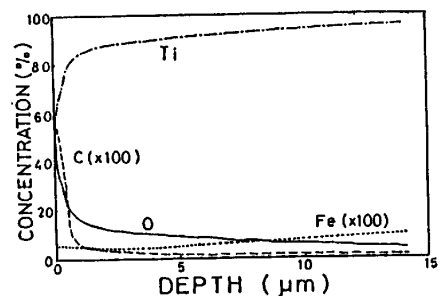


Fig. 3 Calibrated depth profile