

(460) グロー放電分光法による銅板表面の深さ方向分析精度

川崎製鉄(株) 技術研究所 ○大橋善治 山本泰子

1. 緒言

近年の表面分析技術の進歩は非常に大きく、鉄鋼材料の研究・開発にも、IMA, AES, ESCA 等が広く活用され、有益な情報が数多く発表されている。当所においてもこのような表面分析装置を設備し、多くの測定を行っているが、それとは別に、簡易、迅速な表面分析手法として、改良型のグロー放電分光分析法(GDS)を開発し¹⁾、冷延銅板表面の分析等に利用している。GDSは数多くの試料を迅速に分析するのに非常に有効であるが、スパッタ速度が速い(最低で1000Å/min)のために、深さ方向の分解能がIMAと比較するといく分悪いようである。本研究では、スパッタ速度の変化によるDepth profile の変化を調べるとともに、放電面の観察を行い、正確なdepth profileを得るための放電条件の設定について検討を行った。

2. 実験

用いた試料は、連鋳アルミキルド鋼の冷延銅板である。試料は5cm角に切り出し、表面をペーパーで#200番まで研摩した。その後、Ar雰囲気中で700°C×1h 焼鈍し表面偏析のある試料を作成した。同一試料を数多く作成し、GDSで種々の放電条件で深さ方向の分布を測定すると同時に、IMAで深さ方向の分布の測定を行った。またGDSで測定した面を走査電顕で観察し深さ方向の精度との関連を調べた。

3. 結果

図-1, 及び図-2に、IMAで得られた深さ方向の分布の測定結果と、種々の放電条件でのGDSによる結果を示した。図からわかるように、IMAの結果と、真のdepth profileに最も近いデータであると仮定すると、GDSの結果は4Torr-50mAの条件で測定したものが最もIMAのデータに近い結果となっている。4Torr-50mAの条件ではスパッタ速度は1000Å/minであるが、これより低いスパッタ速度の条件では、(図-2, 1)のdepth profileが尾を引いたり、異常な変化を示し、真のプロファイルを示さないことが明らかとなった。このように、スパッタ速度が遅いほど真のdepth profileに近いデータを示すことは、放電面の電顕観察からも明らかになった。スパッタ速度が1000Å/min以下になると安定な放電を維持することが困難となる。従って、GDSで表面分析を行う場合、スパッタ速度が1000Å/minとなるように放電条件(当社の場合4Torr-50mA)で測定する必要がある。

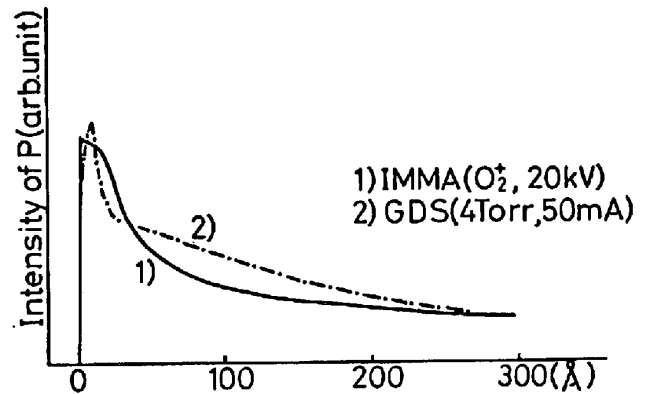


図-1 Pの深さ方向分析: IMAとGDSの比較

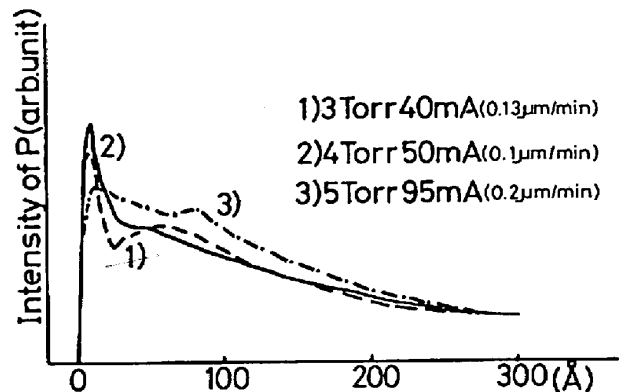


図-2 Pの深さ方向分析: 放電条件による違い

参考文献: 1) Y. Ohashi et al., Surface and Interface Analysis 1, (1979), 53