

(301) グロー放電発光分析による表面分析法

新日本製鐵(株)基礎研究所 ○田中 勇 西坂孝一  
大坪孝至

1. 緒言

鉄鋼材料の研究、開発に IMA, AES, ESCA等の表面分析法技術が広く活用され、それぞれ貴重な情報を提供しているが、これらの装置においては鉄鋼材料の極表面層の情報は得られるものの、数  $\mu\text{m}$  という厚いメッキ層での深さ方向の元素の濃度分布の把握には長時間かかるのが欠点である。

このような問題に対して近年、表面分析法にグロー放電発光分析法 (GDS) が利用されるようになり、従来の表面分析装置よりも数多くの試料を迅速にしかも比較的厚い層 (数  $\mu\text{m}$  のオーダー) まで分析するのに有効であることがわかってきた。本報では GDS を表面分析法に適用する場合の基礎的分析条件の検討とその結果に基づいて実試料に応用した例について報告する。

2. 装置

米国ジャーレルアッシュ社製真空型分光器 "Atom Comp 750" に西独 RSV 社製グロー放電管と電源 (HVG-4) を取付けておこなった。

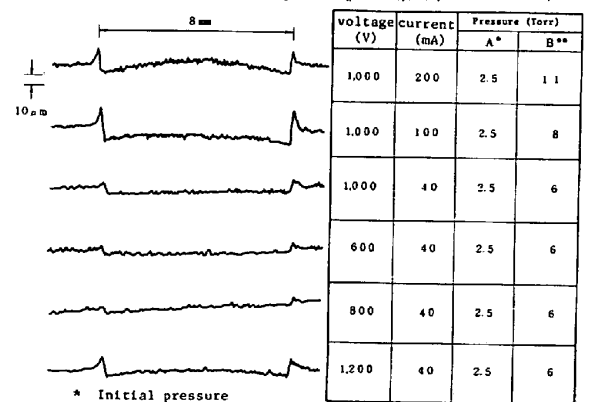
3. 実験および考察

(1) グロー放電管の電圧-電流によるスパッター速度

Znメッキ厚み  $2.75 \mu\text{m}$  の鋼板を用いて Zn と Fe の時間毎における光強度を観察し、Fe の光強度が一定になった時間でメッキ厚みを除した値をスパッター速度 ( $\text{\AA}/\text{sec}$ ) とした。実験の結果、スパッター速度はグロー放電管の電圧値よりも電流値によって大きく変化し、表面分析には電圧も電流も小さい方がよい

(2) 放電痕プロファイルと電圧-電流との関係

電圧・電流を変化させてスパッタした後の放電痕プロファイルを表面粗度計で測定した結果を Fig.1 に示す。表面から均一な層でスパッタする条件は電圧 600V, 電流 40 mA である。しかしこの条件では時々放電不良を起すので安定な放電が持続し均一なスパッタが可能な 1000V, 40mA を最適表面分析条件とした。



\* Initial pressure

\*\* Argon gas pressure

Fig.1 Change of profile of discharge crater according to analytical conditions

(3) GDS による表面分析の限界

この分析条件での深さ方向の情報は、当所の装置では表面から約  $600 \text{\AA}$  以降であり、それよりも表面に近い層からの情報は得られない。

4 Zn-Ni 合金メッキへの応用

Fig.2 に GDS と AES で測定した結果を示す。AES 数万秒に対して GDS の測定時間は 90 秒で同じプロファイルが得られる。GDS の表面分析は最表面の情報を除けば深さ方向の迅速分析には最適である。

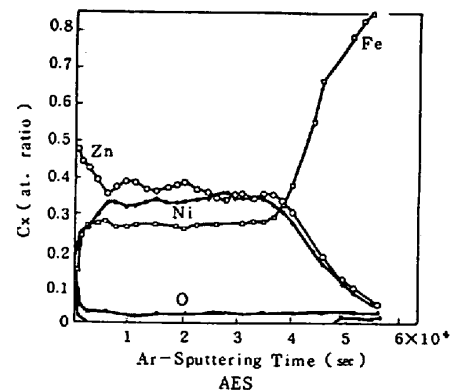
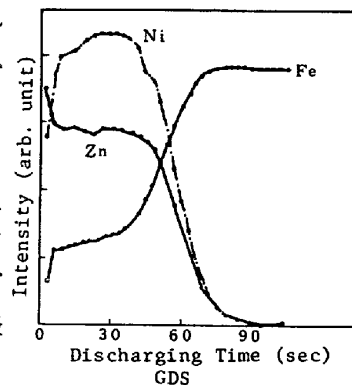


Fig.2 Comparison of the depth profiles