

(324) グロー放電分光分析法による深さ方向の分解能の向上

川崎製鉄(株) 技術研究所 ○古主泰子 岡野輝雄 大橋善治  
松村泰治 針間矢宣一

1. 緒言

近年の種々のめっき鋼板の開発研究を推進するため、従来のIMMAをはじめとする極表面分析装置と並んで、簡易迅速を特徴とするグロー放電分光分析法(GDS)が注目され活用されている。当所においても、改良型GDSを種々の鋼板の表面分析に応用しており、表面層、数1000Å/minとできるだけ遅くし、アノードパイプの内径を従来の8mmφから5.8mmφとすることにより深さ方向の分解能が向上することは既に報告した。<sup>1)</sup>ところが、深さ方向の分解能を向上させることを目的として内径を小さくした場合、電流密度は8mmφの場合と同一とするため発光強度が減少して微量元素の定量が困難となる。そこで今回は内径は8mmφとして、ランプの構造(アノードパイプの肉厚・試料との間隔等)および分析線の、深さ方向の分解能におよぼす影響を前回と同様、相対分解能を用いて調査し、さらに分析条件の検討を行い、極表面のみならず1μm以上の深さにおいても分解能の優れた良好な結果が得られたので報告する。

Table 1. Analytical Lines

		Wavelength (nm)
Fe	I	372.0
		271.4
	II	266.6
		259.9
Zn	I	334.5
		307.5
		275.6
		213.8
	II	250.2

2. 実験

2.1 装置および分析線：装置は、改良型グリムタイプの放電管を島津QV用固定チャネル分光器GVM-100および日本分光製波長走査型分光器CT100に取り付けたものである。使用した分析線をTable 1.に示す。

2.2 供試料：ランプの構造および分析線の、深さ方向の分解能との関係を相対分解能で定量的に把握するため、Cu板上にFeをめっきした試料を作製した。数μmの深さにおける分解能の比較はZn-Feめっき上にFeを目分量を変えてめっきした試料を用いた。使用したアノードパイプの肉厚は、1.5-6.0mm厚である。

3. 実験結果

Arガス圧を、3-5Torrの範囲で変化させ、ランプの構造と深さ方向の分解能の関係を相対分解能で数値化して調べた結果、アノードパイプの肉厚：3.5mm、試料との間隔：0.1mmとし、ガス圧を極表面を分析する場合は4Torr、めっき鋼板では3Torrとする事により、深さ方向の分解能が最も向上することが明らかとなった。放電面の断面プロファイルの従来との比較をFig. 1に示す。深さ方向にアノードパイプと同一径で均一にスパッタされていることが認められる。Fig. 2はZn-Fe上にFeをめっきした試料を用いて下層のZn-Feのプロファイルを従来と比較したものである。真空度のよい3Torrではスパッタ粒子の残存が少なく、本検討の結果、従来の3倍のスパッタ速度で分析する事が可能となり、より精度の向上した迅速分析手法が確立できた。

参考文献

- 1) 古主泰子、大橋善治；鉄と鋼，  
82-S1054

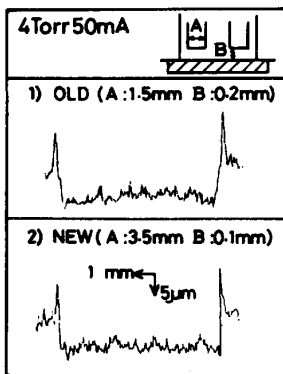


Fig. 1 Cross sections of sputtered layer

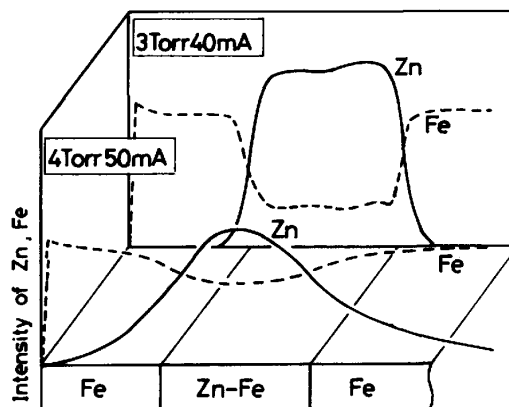


Fig. 2 Depth profile of Fe+Zn-Fe in different analytical conditions