

## グロー放電発光分析装置

キーワード：グロー放電発光分析、表面分析、不動態皮膜、ポーラス、異形試料

### はじめに

グロー放電発光分析は材料・製品の表面から数 $\mu\text{m}$ ～数十 $\mu\text{m}$ の範囲までの元素を迅速に分析でき、めっき、表面改質、コーティングなどの金属表面処理や半導体デバイスなどの薄膜の表面分析に広く利用されています。最近では金属以外のセラミックス、ガラス、ポリマー、塗膜等の絶縁物の表面分析や元素分析のニーズも高まってきました。当研究所ではこれらの分析ニーズを踏まえ、多種多様な表面処理材への表面分析に対応するため、グロー放電発光分析装置を平成 25 年度に更新しました。ここでは、本装置の特長について紹介いたします。

### グロー放電発光分析について

グロー放電発光分析の詳細は、過去に発行されたテクニカルシート (No.98031「グロー放電発光分析の活用事例」) をご参照ください。

グロー放電発光分析と他の表面分析を比較すると、①H、Li、B、C、N、O などの軽元素を容易に分析できる、②試料の測定部位のみシールして真空引できるため、試料全体を真空室に入れる必要がなく測定が容易、③スパッタリングが速く測定時間が数秒～数分と短いなどの特長があります。

### 装置の特長

新規導入したグロー放電発光分析装置 GDA750 (楕リガク) の概観を図 1 に、主な仕様を表 1 に、分析可能な元素を図 2 に示します。本装置は、分析可能な元素の数が多く、分析対象として極表面や絶縁物などに対応した機能を備えています。以下に本装置の特色を示します。

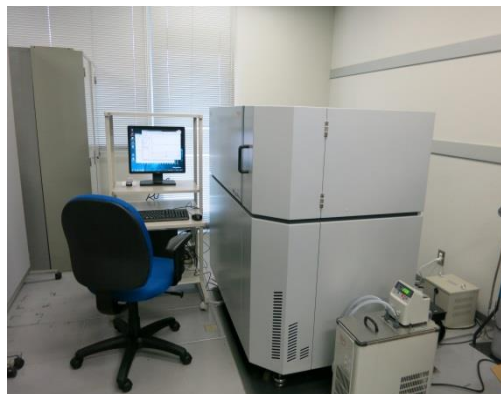


図 1 グロー放電発光分析装置

表 1 装置の主な仕様

分光器	主分光器; 光電子増倍管 (45 元素対象) 副分光器; CCD (多元素への対応)
放電方式	高周波放電、高周波パルス放電、 直流放電
試料形状	分析エリア; 4 mm $\Phi$ 試料サイズ; 最小 14 $\phi$ ×0.3 t (mm) 最大 150×150×30 t
その他	スパッタ速度の算出 (表面粗さ計による計測より)

H																			He
Li	Be											B	C	N	O	F			Ne
Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl			Ar
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br			Kr
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I			Xe
Cs	Ba	LN	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At			Rn
			La	Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu		

図 2 主分光器で測定可能な元素 (黄色)

#### 1. 分析対象元素の拡充

分光器は光電子増倍管を配置した主分光器に加えて CCD の副分光器から構成されています。主分光器で測定可能な元素は図 2 の周期律表で黄色に示した元素です。赤枠のフッ素については分析雰囲気ガスを Ar から Ne

に換えることによって精度よく分析できます。また、本装置の CCD 副分光器を用いると図 2 の黄色で示した元素以外についても、あらかじめその元素を含む試料で測定波長を決めることによって分析できます。

## 2. 高周波パルス放電による対象試料の拡大

極表面(表面から数 nm まで)の分析やスパッタリング熱の影響を受けやすいガラスや塗膜については高周波パルス放電を用いて対応できます。図 3 に極表面の分析例として SUS304 の不動態皮膜の結果を示します。グロー放電発光分析では試料のスパッタリングが非常に速く進行するため極表面分析は困難でしたが、パルス放電でスパッタリング速度を制御することで、表面から数 nm の分析も可能となりました。

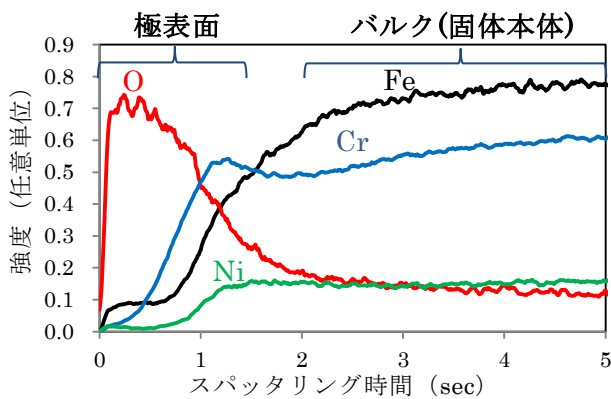


図 3 極表面の分析例

## 3. 背面真空アタッチメントによる粗面やガラス材料への対応

グロー放電発光分析は表面が粗い場合やガラスな試料を測定することができませんでした。このような試料については、図 4 に示す背面真空アタッチメントを用いて、試料全体を真空に引くことにより分析が可能になります。

## 4. 異形試料アタッチメントによる棒状や球状材料への対応

通常測定の分析試料には 14mm φ 以上の平面が必要で棒・球材の分析は困難でした。本装置は図 5(a)に示す異形試料アタッチメント



図 4 背面真空アタッチメント

のホルダーを用いることで棒状や球状材料の分析が可能になります。異形試料アタッチメントを用いた場合の測定後の棒状試料の放電痕を図 5(b)に示します。棒状試料は SUS347 を 400°C で 4 時間、プラズマ窒化処理したものです。図 6 に示すように棒状試料でもオーステナイトステンレス鋼の低温窒化処理にみられる特徴的な窒素の深さ方向の元素分布を測定できました。

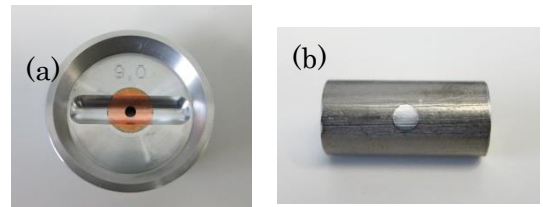


図 5 棒材用の異形試料用ホルダー(a)と試料の放電痕(b)

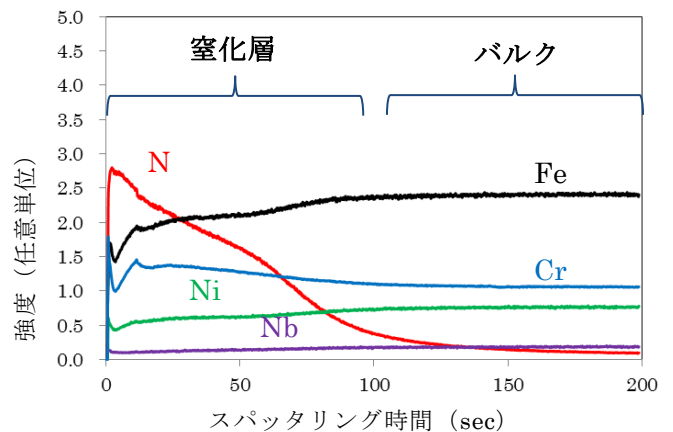


図 6 棒状試料の分析例

## おわりに

グロー放電発光分析は、表面処理材や材料・製品などの表面から数十 μm までの深さ方向の元素情報を迅速に知るのに非常に有効な分析方法です。本装置では、各種対象物の依頼試験だけではなく機器開放にも対応しております。皆様の積極的なご利用をお待ちしています。