
 話題

グロー放電発光分光分析法 (GDOS) の紹介

鈴木 茂

東北大学素材工学研究所 980-77 仙台市青葉区片平 2-1-1

Introduction to Glow Discharge Optical Emission Spectrometry Shigeru Suzuki

 Institute for Advanced Materials Processing, Tohoku University
 2-1-1 Katahira, Sendai 980-77

1. はじめに

グロー放電発光分光分析法 (Glow Discharge Optical Emission Spectrometry: GDOS あるいは GDOES) は、グロー放電により試料表面からスパッターされた原子を発光分光により分析する深さ方向分析方法の一つである。その特徴としては、AES や XPS に比べ感度が高く、分析時間が短いことが挙げられる。また、超高真空を必要としないことも特徴といえよう。一方、この方法の短所には、分析面積が通常直径 2 mm 以上であるため、ミクロな領域の分析ができないことがある。しかし、逆にこのために分析領域の中で平均の値が求められるということと考えられると、この短所は長所ともいえよう。これらの特徴のために、GDOS は製品を管理するのに適しており、鋼板を生産する現場などでしばしば使われている。

2. 測定原理

通常、GDOS 測定においては、平板状の試料を陰極として、それを O-リングでシールして管状の陽極に対し装着する。その状態で、放電部を真空に引き、放電部に低圧の不活性ガス (多くの場合アルゴン) を導入する。その後、約 1kV 以下の電圧を陽極-陰極間に加えることにより、試料表面から原子の剥離 (スパッター) が生じる。これに伴い、放電部でそれらの原子の発光が起こる。このようにして発生したし光を、窓や回折格子を通じて分光器に導き、各波長の光の強度を測定する。以上が、GDOS の

測定原理であり、おおむね操作は他の表面分析法に比べ簡便である。

3. 分析例

1) 鋼板上の酸化皮膜

図 1(a)、(b)および(c)に、3種類のスチレンス鋼板上に形成した酸化皮膜の GDOS 深さプロファイルの例を示す。深さ方向に、それぞれの元素が特有の分布をしていることがわかる。また、同じ試料を、AES の深さプロファイルにより測定した結果を図 2 に示す。AES で検出できる元素は少なく、また、同様の深さ方向分析を行っても 10 倍以上の時間を要する。

さらに、厚い酸化膜の分析例を図 3 に示す。GDOS では、数十ミクロンにわたる深さ分析も可能であり、この例では約 30 ミクロン厚の酸化層の中で、典型的な鉄の酸化物、 Fe_2O_3 、 Fe_3O_4 、および FeO の層状構造が認められる。

2) 鋼板上の亜鉛めっき層

鋼板上の亜鉛めっき状態の管理は、製品生産において非常に重要である。図 4 は、Zn めっきの例として、二層の Fe-Zn 合金めっきを分析した例を示す。Fe と Zn の強度の適切な補正により、定量分析が可能になってきた。

さらに、近年開発されてきている複雑な被覆の分析にも GDOS は適している。また、高周波電源を利用した GDOS の開発により、非伝導性皮膜の分析も可能になっており、今後の活用が期待されている。

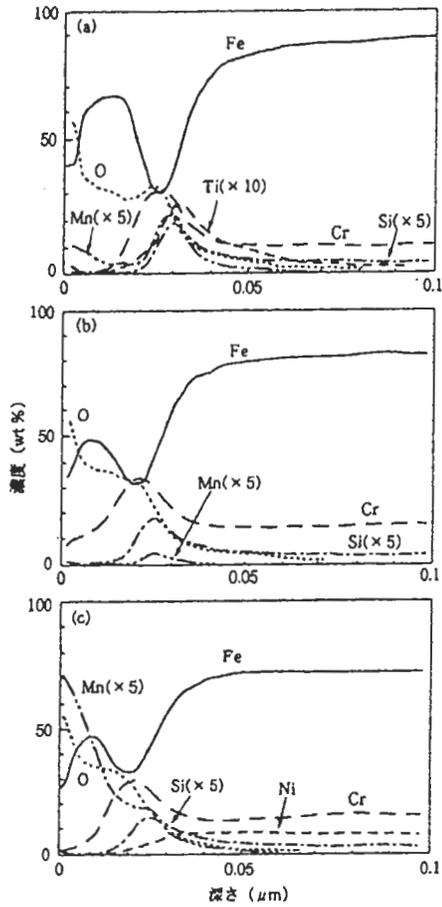


図1 酸化した(a)Fe-Cr-Ti, (b)Fe-Cr, および (c)Fe-Cr-Ni合金のGDOSスパッタープロファイル。

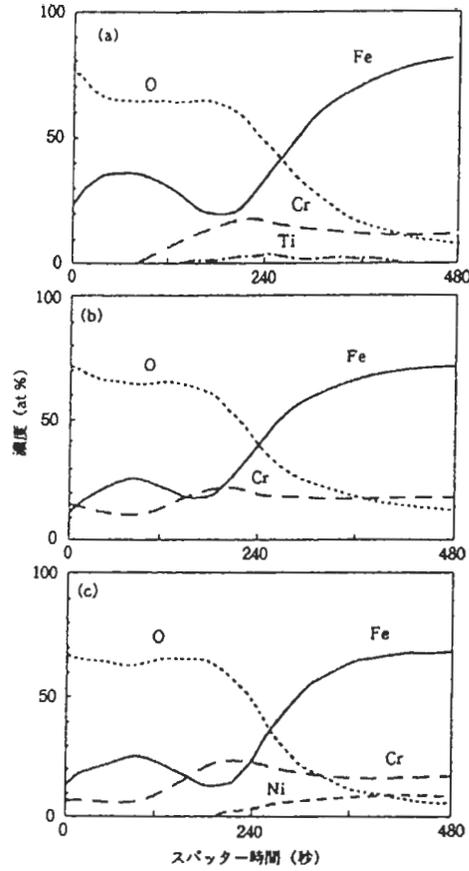


図2 酸化した(a)Fe-Cr-Ti, (b)Fe-Cr, および (c)Fe-Cr-Ni合金のAESスパッタープロファイル。

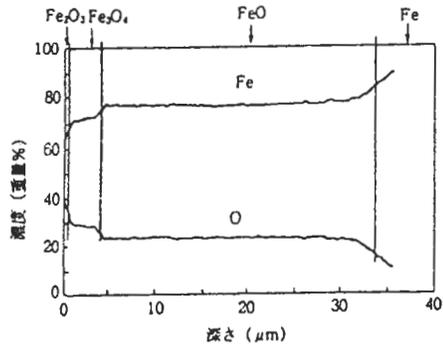


図3 高温酸化で形成した鉄の酸化膜の深さ方向分析の例。3層構造の酸化物をとっている。

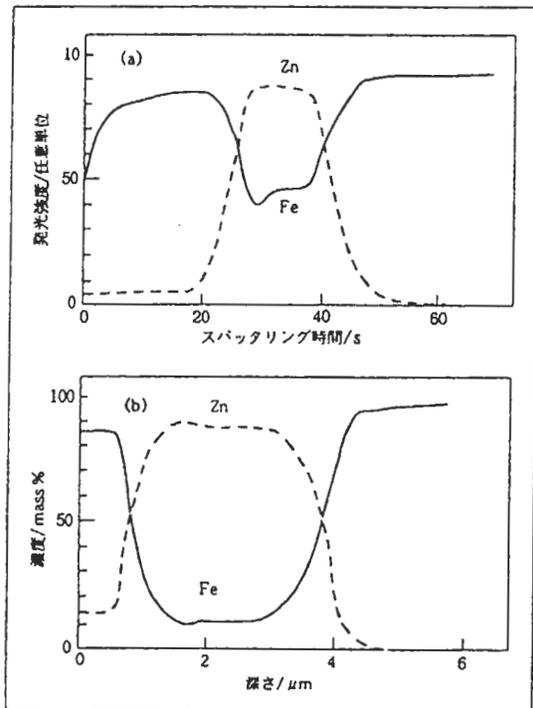


図4 鋼板上のZn-Fe二層めっきの分析例 (a)実測データ, (b)定量結果