

## (361) グロー放電を用いた鉄鋼表面分析法

川崎製鉄(株) 技術研究所      大橋善治 山本泰子  
角山浩三 岸高寿

1. 緒言    鋼板表面の分析に対する要求は、最近質量ともに大きなものとなってきている。現在の所表面分析手法としては、イオンマイクロアナライザ(IMMA)、オージェ電子分光法、および光電子分光法が主として用いられており、数多くの成果が報告されている。しかしこれらの装置は一般に高価であり、しかも1つの試料の測定にかはりの時間がかかることなどから、多くの試料を手早く測定することが要求される製造ラインからの試料の分析に対しては、なかなか要求に応じきれないというのが現状である。そこで我々はより簡便に鋼板表面を分析する手法として、グロー放電分光分析法(以下GDSと称する)を用いることを試みた。以下その検討結果を示す。

2. 実験及び結果    用いた装置は、日立製 AE-005型グリムタイプのグロー放電装置である。分光器としては、島津カントバックの固定チャンネル分光器を使用した。また、放電管内には、放電の安定化、及び、管内のクリーニングの目的で、補助電極を挿入してある。

最初に、GDSではどの程度の深さ方向の分解能が得られるかを知るために、種々の放電条件で、スパッタリングイールドを求めた。試料としては、低炭素鋼の圧延板を $\phi 200$ のエキシレー紙で研マしたものをを用いた。得られた結果を図-1に示した。放電条件を変えることによって、スパッタリングイールドは $1\mu\text{m}/\text{min}$ から、 $100\text{\AA}/\text{min}$ まで変えることができるが、スペクトル強度との兼ね合いから、 $1000\text{\AA}/\text{min}$ が実用上最低の値と考えられる。この値から理想的には $10\sim 20\text{\AA}$ の分解能で深さ方向の分析が可能だが、スパッタ速度は結晶方位によって異なるためスペクタ面の凹凸が激しく実際の分解能はこれより悪くなる。

ところで、GDSで深さ方向の分析を行おう場合、数 $\mu$ の厚みのものは迅速に、精度良く行はえるが、極表面層( $\sim 1000\text{\AA}$ )の分析の場合図-2(1)で示すように表面領域で、A、B2種の異なる鉄強度変動が認められる。従ってこのままでは、極表面における元素濃度分布を正確に知ることはできない。ところで、Aの変動は、ブレークダウン電圧変動によるもので、これは、補助電極を前もって放電させておく(補助放電)ことによって簡単に取り除くことができた。一方Bの変動は2原子分子の解離によってプラズマのエネルギーが下がることの原因であるので、これは、補助放電によって電極を清浄とし、また試料を正常グロー放電によって予じめ放電しておく(予備放電)ことによってその原因を取り除くことができた。その結果、図-2(2)に見られるように、素早く立ち上り一定値におちつくという理想的な鉄強度変化を示すようにした。以上のことからGDSは鋼板の表面腐折や、その他極表面層の分析に十分利用可能であることが明らかになった。

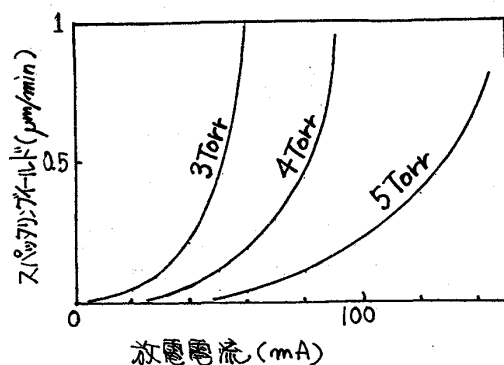


図-1 スパッタリングイールドと放電電流の関係

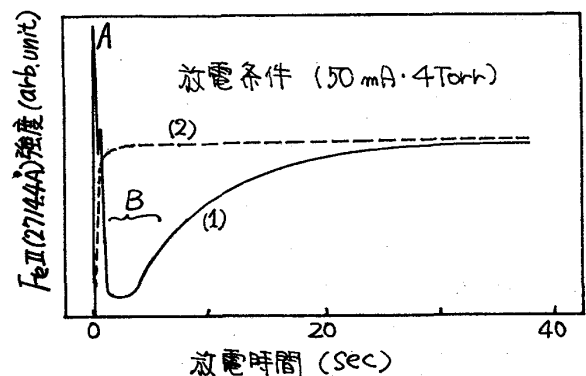


図-2 放電時間による鉄強度の変化