

## グロー放電発光分光分析の応用事例のご紹介

### はじめに

グロー放電発光分光分析 (Glow Discharge Optical Emission Spectrometry: GD-OES) は、固体表面から深さ方向での元素の分布状態を測定することができる装置です。

スパッタリングにより、試料表面から原子をプラズマ中に弾き出し、励起・発光させることによって、試料の組成及び分布状態を測定することができます。また、高速スパッタリングにより、数十 $\mu\text{m}$ の深さまで多元素同時分析が可能、rf高周波スパッタリングにより、絶縁材料もスパッタリングが可能であることが特長です。

使用する装置の様子は以下のとおりです。

### <装置仕様>

スパッタリングガス：高純度Ar  
分析範囲： $\phi 2\text{mm}$  or  $\phi 4\text{mm}$   
(アノード径により選択)

測定可能元素：45元素  
検出下限：数10ppm (元素による)  
深さ方向分解能：数nm (材質による)  
試料サイズ：10×10mm~200×200mm  
(10×10mm以下の試料については治具使用により対応可能)

試料形状：平面

今回、通常の使用条件では測定できない試料を工夫して分析している事例を紹介します。

### <非平面試料の分析>

通常、GD-OESで使用するアノードは平坦な形状のため、測定対象となる試料の形状も平面なものに限定されます(写真1)。そのため、管状の試料等は測定前にプレスでの成形を必要とします。しかし、ある程度の厚みがある試料では、プレスによる成形ができず、正常な測定ができません(写真2)。その対策とし、非平面試料用のアノードを導入しました(写真3)。非平面試料用のアノードを使用することで、管状の試料に対しても、プレスせずそのまま測定することが可能となりました(写真4及び5)。

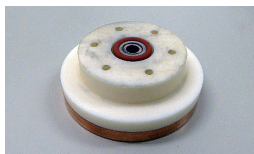


写真1 通常仕様のアノード

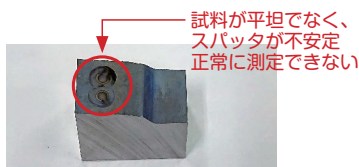


写真2 非平面試料の測定結果 (通常仕様のアノードで測定)

試料が平坦でなく、スパッタが不安定  
正常に測定できない



写真3 非平面試料用アノード

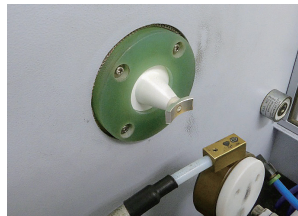


写真4 非平面試料用アノード使用時

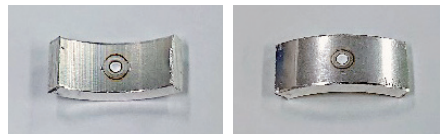


写真5 測定後の管状試料 (左：管の内面、右：管の外面)

また、プレス成形ができない試料も問題なく測定することができ(写真6)、めっき成分であるZn及びNiのプロファイルも測定することが可能となりました(図1)。

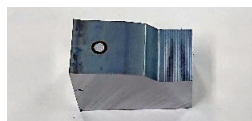


写真6 非平面試料の測定結果 (非平面試料用アノードで測定)

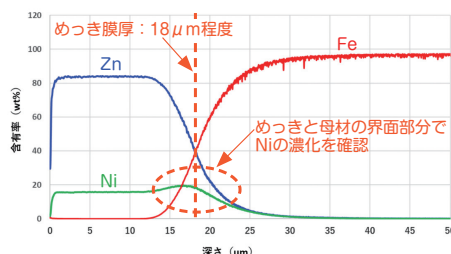


図1 非平面試料のGD-OES測定結果

### <大気非暴露試料の分析>

大気中で変質するような材料を測定する場合、写真7に示すトランスファーベッセルを使用することで、試料調整~測定まで大気非暴露で実施できます(写真8)。リチウムイオン電池内環境下にて、電気化学試験の有無による集電箔(材質：SUS)の分析例を図2及び図3に示します。電気化学試験を実施した集電箔では、最表層にLiが存在することが確認できました。

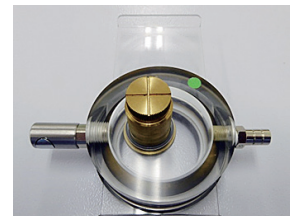


写真7 トランスファーベッセル

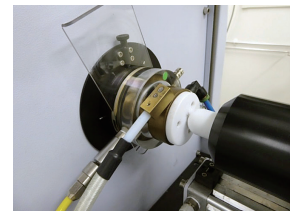


写真8 トランスファーベッセル使用時

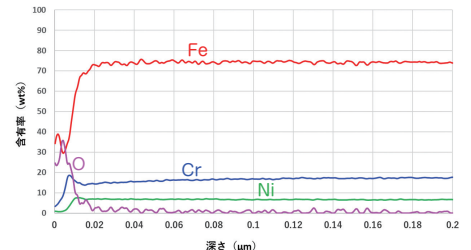


図2 集電箔(材質：SUS)のGD-OES分析結果 (電気化学試験未実施)

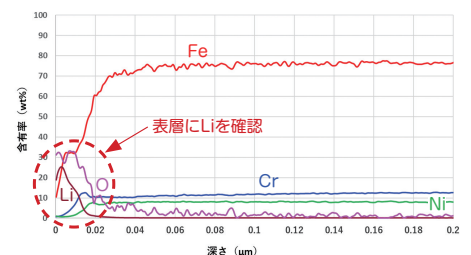


図3 集電箔(材質：SUS)のGD-OES分析結果 (リチウム電池内環境下にて、電気化学試験実施)

### おわりに

今回ご紹介した事例以外にも様々な応用が可能です。分析範囲が広く、ごく表層から100 $\mu\text{m}$ 程度の深さ方向においての平均的な元素分布を測定することが可能です。表面分析にお困りの際は、是非お気軽にご相談ください。

### お問い合わせ先

尼崎事業所  
解析技術部 分析技術室  
中井智博  
TEL : 06-6489-5753 FAX : 06-6489-5958  
nakai.tomohiro.m6f@nstec.nipponsteel.com