

SMT 業務紹介 rf-GD-OESによる表面分析と試料前処理への応用

★はじめに

rf-GD-OES(高周波グロー放電発光分光分析装置、写真1)は、主として、固体表面からの元素の深さ方向分布を測定する装置です。高速スパッタリングにより、100 μm 以上の深さまで多元素同時分析が可能です(図1)。高周波を用いるため、試料の導電性・非導電性を問いません。また、電子顕微鏡用試料の前処理に活用することが可能です。

今回は、rf-GD-OESによる深さ方向に対する定量分析及び前処理装置としての適用例を紹介いたします。

★rf-GD-OESの原理と測定例

<原理>

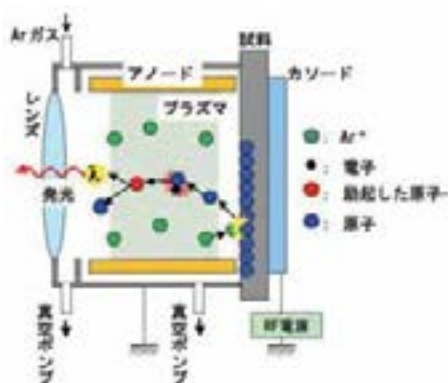


図2 測定原理図

グロー放電によって生成されたアルゴンプラズマ中の Ar^+ イオンが、電界で加速されてカソード側の試料に衝突し、表面をスパッタリングします。このスパッタリングによって放出された原子(またはイオン)はプラズマのエネルギーにより活性化され、基底状態から励起状態に移りますが、励起状態は不安定であるため、極短時間で基底状態に戻ります。その際に放出される元素固有の波長の光を分光測定して元素分析を行います(図2)。また、標準試料を用いて、深さ方向に対する定量分析を行うことができます(図3、図4)。

<測定例>

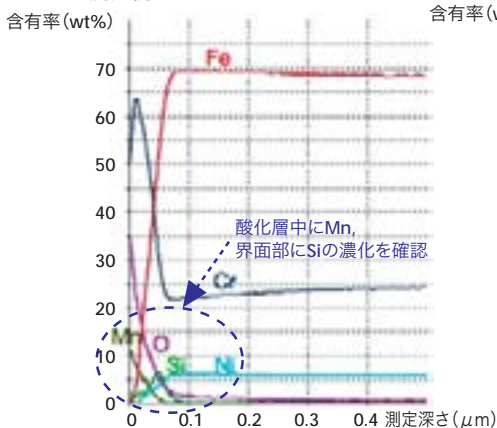


図3 鋼板表面酸化層の元素分析

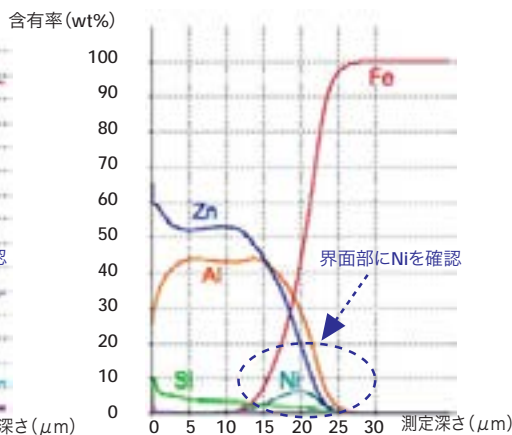


図4 めっき鋼板と鋼板界面部の元素分析



写真1 装置外観(GD-Profiler2, 堀場製作所製)



図1 当社装置での測定可能元素

★電子顕微鏡用試料前処理への適用

FE-SEMによる高分解能観察を可能にするためには、**観察試料の表面状態がきわめて重要**となります。例えば、

- ・鏡面研磨だけでは表面に損傷が残る
 - ・化学エッチングでは表面が変質する
- 等が観察結果に影響します。これらの問題を取り除くため、rf-GD-OESによる Ar^+ イオンスパッタリングを用い、仕上げ処理を施します。

rf-GD-OESの Ar^+ イオンは、イオンエッチングに比べ、照射エネルギーが低く、電流密度が高いため(表1)、試料に対して、低ダメージで、高エッチングレートが得られます。また、「ドライエッチング」であるため、表面の変質が生じず、高分解能SEM観察用試料の前処理方法として非常に有効です。

表1 rf-GD-OESによる Ar^+ イオンの特徴

	rf-GD-OES	イオンエッチング
照射エネルギー	<50eV	1keV~10keV
電流密度	~100mA/cm ²	10mA/cm ²

<適用例>

- ①機械研磨によるキズ、歪み層、汚染の除去(プラズマクリーニング)(写真2)
- ②化学エッチングでは溶出してしまうナノ介在物や析出物の観察
- ③耐食性の高い試料のエッチング
- ④組成や組織、結晶方位の違いを反映したエッチング(写真2、写真3)

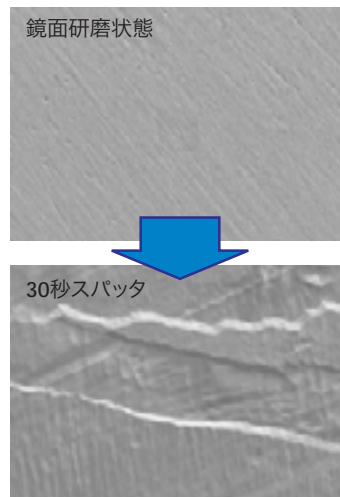


写真2 ステンレス
研磨キズを除去し、結晶方位の違いを反映したエッチングが可能

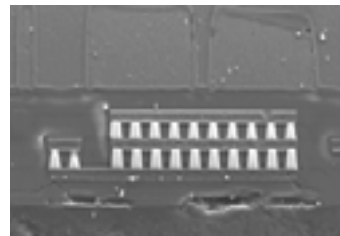


写真3 基板
エッジコントラスト・物質コントラストを反映

★おわりに

rf-GD-OESは、薄膜・表面処理の研究開発を中心に、需要が急速に広がっています。そのスパッタ特性から、前処理装置にも活用でき、今後ますます幅広い分野での応用が期待されている装置です。ぜひ、一度御相談下さい。

問い合わせ先
研究支援事業部 分析技術室
中井 智博
TEL: 06-6489-5753 FAX: 06-6489-5958
E-mail: nakai-tmh@smt-co.com
鹿島事業部 試験技術室
川島 理栄
TEL: 0299-84-2557 FAX: 0299-84-2566
E-mail: smt-inc@smt-kashima.com

トピックス
外部表彰
受賞



日本保全学会 論文賞 受賞

関西事業部 樺田副事業部長が「ステンレス鋼のIASCC感受性と磁気特性の相関性に関する研究」で「2011年度日本保全学会 論文賞」を受賞しました。

日本原子力研究開発機構、東北大学と共同研究を進めてきた成果が認められたものです。