

解説

ISO TC201 表面化学分析の現状と動向

— GDS の国際標準化の背景・動向 —

鈴木 茂*, 柿田和俊**

*東北大学・多元物質科学研究所、980-8577 仙台市青葉区片平 2-1-1

ssuzuki@tagen.tohoku.ac.jp

**株式会社日鉄テクノリサーチ

(2002年1月7日 受理)

The Present Status and the Trend of ISO TC201 on Surface Chemical Analysis

-Background and Present Status of International Standardization

of Glow Discharge Spectrometry-

Shigeru Suzuki* and Kazutoshi Kakita**

* *Institute of Multidisciplinary Research for Advanced Materials, Tohoku University,*

2-1-1 Katahira, Aoba-ku, Sendai, JAPAN 980-8577, ssuzuki@tagen.tohoku.ac.jp

** *Nippon Steel Techno-research*

(Received: Jan 7, 2002)

各種の表面分析法の国際標準化が活発に行われている中で、グロー放電分析法（GDS）の標準化の背景、位置付け、および標準化活動の現状、内容などについて概説した。また、この分析方法の特徴についても触れ、今後考えられる展開についても述べた。

1. はじめに

GDS (Glow Discharge Spectrometry: グロー放電分析法) は異常グロー放電において試料方面から放出される原子やイオンを分析する方法であり、実際には GD-OES (Glow Discharge Optical Emission Spectrometry: グロー放電発光分光法) と GD-MS (Glow Discharge Mass Spectrometry: グロー放電質量分析法) の二つの分析法の総称となっている。これらの分析法には他の分析法にない特徴があり、研究分野だけでなく産業界においても広く利用されている。

たとえば、鉄鋼業では様々な耐食性に優れた表面処理鋼板が生産されており、それらの鋼材の表面層

を評価することは工業的に不可欠である。GD-OES (グロー放電発光分光法) は、表層のスパッター速度が速く、超高真空を必要とせず、平均的な深さ方向の組成情報が得られる特徴をもち、これらの表面処理鋼板におけるめっき層や塗膜などを評価するのに適している。

これらの GDS の標準的な分析方法の確立、世界各地で生産される製品の比較の必要性などを背景に、GDS の国際標準化が行われるようになってきた。国際標準化においては、分析法を開発し、利用する技術者、研究者が共通の認識をもちつつ活動が進められている。本稿では、GDS のこれまでの標準化動向、今後の展開などについて述べる。

2. 国際標準化の現状・動向

実際にまとめられてきた ISO 規格、進行中の規格案件ごとに、標準化活動の内容について述べる。

2.1 GD-OES の通則

この規格は、すでに ISO/14707 として発行されており、以下のことが記述されている。

- a) 適用範囲：GD-OES を、バルク分析か、深さプロファイル分析に適用する場合の指針。特に、グリムタイプのグロー放電発光源を用いた方法。
- b) 概要：測定原理、装置、装置の検定。
- c) 測定方法：校正用試料の準備、測定系の最適化、測定結果の検証と報告書。

2.2 GD-OES による亜鉛/アルミ基金属めっき被膜の厚さと化学成分の定量

この規格案は、現在国際標準化へ向けて作業が行われており、具体的な対象はめっき鋼板である。その概要は以下の通りである。

- a) 適用範囲：亜鉛/アルミ基の金属表面被覆の厚さと組成の定量。
- b) 原理：被覆のスputtering、プラズマ中の分析原子の励起、分析原子の特性発光スペクトル線の時間にともなう測定、発光強度と時間の関係から深さプロファイルへの変換。
- c) 装置：分光器の概要、性能、データ収集。
- d) サンプリング：試料調整。
- e) 手順：スペクトル線選択、分光システムの最適化、校正、校正の検定。
- f) 結果の表現：全被覆量の定量、平均濃度の定量。
- g) 精度：分析結果の実際の精度（審議中）。
- h) 技術報告：試料、標準試料、測定条件などに関する情報の記述。

3. 今後の展開

さらに、今後考えられている規格候補案件には、次のようなものがある。

3.1 GD-MS の通則

GD-MS はグロー放電を用いたもう一つの分析法であり、質量分析法の“高感度”の特徴を生かして、

固体中の微量元素の分析に用いられている。本方法の定量は相対感度法で行われることが多く、その一般的な方法について標準化が行われようとしている。

3.2 GD-OES による薄膜評価

通常めっきよりも薄い固体材料上の極薄被膜を分析するニーズが高い。たとえば、ステンレス鋼表面に形成する不働態膜を評価するのに GD-OES は非常に有用であり、その評価法についての標準化についての提案が予定されている。

4. おわりに

GDS は、最近 20 年間で開発、応用されてきた方法である。本方法（特に、GD-OES）の他の手法に対する優位性は、分析の迅速と定量性にある。一方では、本方法には微小領域の分析ができないという欠点もある。しかし、めっき鋼板などの表層ではミクロな不均一があるため、このような材料の微小領域を分析すると場所による違いがある。このため、それらの試料間の違いを明らかにするには、多くの測定を行い統計的な議論を行わなければならない。これに対し、GD-OES では分析領域が広いため、平均的な情報を得ることができるという利点がある。したがって、分析対象により各種の分析法を使い分ける必要があるが、表層の大よその挙動を知るには GD-OES は非常に有力な方法であるといえる。

また、GD-OES の操作は比較的簡便であり、ルーチン的な作業にも適用できるため、GD-OES は工程管理などにも使用できる。一方、実験室での詳細な材料解析においても、プロファイルを精度良く解析することにより重要な情報が得られることが多い。これに対し、GD-MS は高感度分析の特徴を生かすことにより、微量元素を検出できる方法である。このように、GDS は今後、材料表層を評価する分野での幅広い応用・展開が期待できる。