

グロー放電発光分析装置の紹介

島村 祐太*

SHIMAMURA Yuta

1. はじめに

特殊鋼の代表的な使用先である自動車業界においては、世界各国の環境規制強化に伴い、自動車の燃費向上によるCO₂排出量の削減が進められている。現在の社会基盤を維持し、限りある資源を有効に使用しつつCO₂排出量の削減を達成するためには、エネルギー利用の効率化が求められる。効率化を志向するうえで重要なファクターとなるのがトライボロジー現象であり、摩擦を減らすことが、熱として散逸するエネルギーを低減し、高効率化に繋がる。例えば、乗用車を駆動するために作られたエネルギーの約87%が摩擦により失われ、そのうち約43%はエンジンとトランスミッションで摩擦熱として失われると言われており¹⁾、摩擦を低減することで燃費の向上が可能となる。このようなトライボロジー特性を支配する因子として、潤滑油成分や構成部品の材料組成が挙げられる²⁾。一般に金属材料の表面は金属酸化被膜に覆われている。摩擦による機械的接触により被膜は破壊され、摩擦面では潤滑油成分や雰囲気中の成分が材料と反応することで新たな境界膜が形成され、これによりトライボロジー特性が決定される。摩擦面でどのような反応が生じているかを明らかにするためには、その面における元素分布を把握することが重要である。この元素分布を測定する装置としてはエネルギー分散型X線分析装置(SEM-EDS)や電子線マイクロアナライザ(EPMA)などがあるが、これらの測定装置は、分析箇所において電子線入射範囲が幅方向のみならず深さ方向にも広がる特徴を有するために分解能が低く、深さ方向の精度良い元素分析が不可能であった。そのために、トライボロジー現象の解明が十分に進んでいないというのが実情であった。

そこで当社では、部品表面付近の深さ方向の元素分布を高感度に測定することが可能な高周波グロー放電発光分析装置(株式会社堀場製作所:GD-Profiler2³⁾)を導入した。装置の外観を図1に示す。本測定装置は、軸受やギヤにおける接触部のトライボロジー現象の解明のみならず、肌焼鋼等の浸炭処理における浸炭挙動や耐食鋼の腐食抑制メカニズムの解明に加え、金型用鋼や各種表面処理鋼の摺動特性

の理解への一助となる分析装置と考えられる。本報では、本測定装置の特徴と測定事例を紹介する。



図1 グロー放電発光分析装置の外観
(提供:株式会社堀場製作所)

2. 高周波グロー放電発光分析装置(GD-Profiler2)の特長

高周波グロー放電発光表面分析法とは、試料の深さ方向の元素分析を行う手法であり、数nmから100 μm程度の深さ方向の分析が可能である。グロー放電管の印加には高周波電源を用いているため、導電性のみならず非導電性の試料も分析が可能であり、めっきや熱処理・蒸着・スパッタなどの表面処理部品に対して幅広く適用が可能である。加えて本手法では、試料の切断や樹脂埋め、研磨を必要としないために、迅速に測定結果を得られる点が、その他の深さ方向の分析手法である二次イオン質量分析法(SIMS)やオージェ電子分光法(AES)等にはない優れた特長である。

測定原理を以下に示す。アルゴンイオンを試料表面に入射し、スパッタリングにより試料表面から原子が弾き出される。この原子はグロー放電中で励起され、元素固有の光を発する。この光を分光器により測定することで元素の分析が行われる。表1に、装置の概要を示す。水素や炭素などの軽元素を含む50以上の元素を複数同時に測定することが可能である。また、本装置では迅速スパッタリングも可

* 研究・開発センター 新商品・技術開発室 商品開発1グループ
(現:研究・開発センター 基盤研究室 プロセス研究グループ)

表1 高周波グロー放電発光分析装置の概要

| 項目 | | 内容 | |
|----------|-----------|-----------------------|------------|
| メーカー、製品名 | | (株)堀場製作所、GD-Profiler2 | |
| 発光部 | ランプ型式 | マーカス型 | |
| | 試料印加方式 | 13.56 MHz高周波 | |
| | 高周波出力 | 0-300 W | |
| | アノード径 | 1 mm、2 mm、4 mm | |
| 分光部 | ポリクロメータ | 焦点距離 | 500 mm |
| | | 波長範囲 | 110~620 nm |
| | モノクロメータ | 焦点距離 | 640 mm |
| | | 波長範囲 | 165~780 nm |
| | 実質分解能 | 0.013~0.018 nm | |
| 検出部 | 検出器 | 光電子倍增管 | |
| | 分析元素 | 水素(H)~ウラン(U) | |
| | データ取り込み間隔 | Max 0.001 s | |

能であり、走査型電子顕微鏡法(SEM)や電子線後方散乱回折法(EBSD)等で使用する観察試料の追い込み作業やエッチングの手段としても活用できる。

3. 高周波グロー放電発光分析装置の測定事例

浸炭を行った際に、炭素の侵入が阻害される現象が発生する場合がある。この現象の発生には、鋼の表面に生成した酸化物層が関与していることが知られている^{4,5)}。そこでGD-Profiler2を用いて、浸炭品の表面に生成した酸化物層の分析を狙いとして、深さ方向の分析を行った。結果を図2に示す。本結果から、浸炭品の表面には組成の異なる複数の酸化物層が生成していることを読み取ることができ、これらの酸化物層と浸炭挙動との関連を解析する一助となると考えられる。高周波グロー放電発光分析では、試料のサイズは限定されるものの、切断や研磨を必要としない非破壊分析であるために、酸化物層のような脆い物質でも剥がれ落ちるリスクを抑えることができ、分析対象品の表面元素分布を精度良く把握することが可能である。

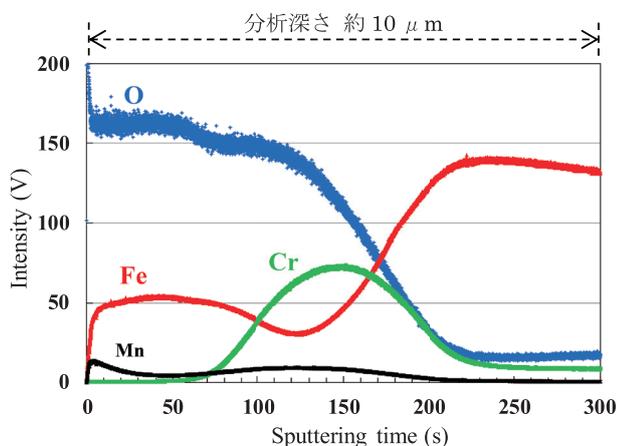


図2 浸炭品表面の深さ方向分析結果

4. おわりに

高周波グロー放電発光分析装置の導入により、試料表面の高感度な分析が可能となった。本装置により、トライボロジー現象や浸炭挙動など様々な問題・課題の解決に期待でき、摩擦部分が不可避免的に存在する軸受やギヤなどの部品における寿命向上にも寄与できると考えられる。今後、多様化・高度化するユーザーニーズに対応するべく、研究開発に活用していく。

参考文献

- 1) K.Holmberg, P.Andersson and A.Erdemir : Tribology Int., 47(2012), 221
- 2) 森誠之 : 表面技術, vol.65, No.12 (2014), 546
- 3) 株式会社堀場製作所ホームページ
<https://www.horiba.com/jp/scientific/products-jp/atomic-emission-spectroscopy/glow-discharge/details/gd-profiler-2-tm-562/>
- 4) 寺田紘樹, 森田敏之, 宮崎貴大 : 電気製鋼, 84 (2013) 1, 21-29
- 5) 小山達也, 久保田学, 吉田卓 : 鉄と鋼, 101 (2015) 4, 252-259