

## (291)

## 二次イオン質量分析法による鋼中水素の分析

新日本製鐵(株) 第一技術研究所 鈴木堅市 大坪孝至

## 1. 緒言

SIMSは原理的に水素の分析が可能である。これまでもTi, Nb, Zr, V金属中のHやSiにイオン注入されたHのSIMSによる分析が検討<sup>(1)</sup>されている。鋼中のHは鋼材特性を支配する重要元素のひとつであるが、その濃度が上記金属に比較して非常に低いためSIMSによる分析は実用化されていない。その大きな理由は、一次イオン中の不純物イオンや残留ガスの試料表面への吸着によるバックグラウンドがバルクのHからの信号量に比較して非常に大きいためである。しかし、最近 $C_s^+$ 等の固体イオン源や分析室の超高真空化の開発が進み、鋼中Hの分析も期待できるようになった。そこで、H含有量が鋼に比較して高いTi試料を使ってH分析のための諸条件を検討しこれに基づいて鋼中Hの分析を試みた。

## 2. 実験

装置はCAMECAのims-3fを用いた。排気系は一次イオン系がターボ分子ポンプ(到達真空度 $2 \times 10^{-7}$  Torr), 試料室がHeクライオポンプ(同 $2 \times 10^{-9}$  Torr), 二次イオン分析系は二台のイオンポンプ(同 $4 \times 10^{-9}$  Torr)である。一次イオンには $O_2^+$ ,  $N_2^+$ 及び $C_s^+$ を用いたが、質量分離による純化は行わず直接照射した。 $O_2^+$ 及び $N_2^+$ 照射時の試料室は $1 \sim 2 \times 10^{-8}$  Torrである。一次イオン量は $5 \mu A$ ( $C_s^+$ は $8 \mu A$ )で $250 \times 250 \mu m$ ( $C_s^+$ は $500 \times 500 \mu m$ )のラスタスキャンを行い、中央部 $150 \mu m \phi$ を分析した。TiはNBS標準試料(32, 98, 215 wt. ppmH)を、ステンレス鋼は2.0, 2.4, 4.0及び4.4 wt. ppmHのものをアルミナバフ研磨して用いた。

## 3. 結果と考察

(1) Tiでの検討結果では、Hの二次イオンイールドは $H^-$ が高い。バックグラウンドは $N_2^+$ の場合が最も大きい。 $C_s^+$ はHのイールドを必ずしも大きくしないがバックグラウンドが小さく、検出下限の低下や分析精度の向上が期待できる(Fig. 1)。

(2) ステンレス鋼中のH分析結果は、一次イオンが $O_2^+$ の場合はばらつきが大きく、バックグラウンドレベルを測定している状態に近い。 $C_s^+$ の場合は数ppm以下のHの定量が可能なのである(Fig. 2)。

(3) H分析の際の残留ガスによるバックグラウンドは $H_2$ よりも $H_2O$ の影響が大きいが<sup>(1)</sup>、本実験中の残留ガスの90%以上は $H_2$ であった。しかし一次イオン源に $O_2$ ,  $N_2$ のガスを使用すると $H_2O$ 及び $CH_4$ の分圧が高くなる。その点では $C_s^+$ は効果があるが、低合金鋼中のHの定量やマイクロ解析のためにさらに高真空化が望まれる。

文献 (1) C. W. Magee and E. M. Botnick: J. Vac. Sci. Technol.

19, 47, (1981)

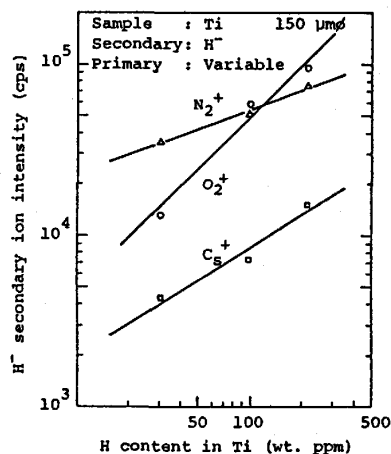


Figure 1 Effect of primary ion source on  $H^-$  secondary ion intensity

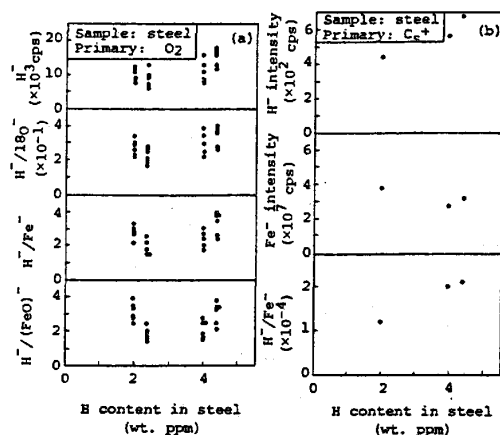


Figure 2 Relationship between H content in steel and secondary ion intensity/intensity ratio obtained by  $O_2^+$  and  $C_s^+$  ions