

(347) IMMA分析における吸着の影響

住友金属 中研

理博

白岩俊男 ○村山順一郎

理博

藤野允克

1. 緒言

IMMA分析により水素分析を行なう場合に、水素測定値がバックグラウンド変動によって変化する事実を認めている。特にリークによって真空度が低下した場合にこの影響が大となったことからこの影響を調査した。この原因はIMMA分析中における試料表面への吸着の影響であることが推察され、この様な吸着現象の測定値への影響に関する試験を行ない、この結果を用いてTi及びZr中の水素分析法を確立することができた。さらに吸着現象が材料成分および測定条件によって変化することが認められた為に、材料としてはTi, Zr, Fe, 測定条件としてコールドプレートの有無、電流密度との関係を実験し、吸着の量および時間関係を求めた。

2. 実験

使用装置 : ARL製 IMMA 1次イオン種 : O_2^+ 加速電圧 : 20 kV

真空度(主体) : 4×10^{-8} Torr. (1次イオン発生時 2×10^{-6} Torr.)

(通常では 2×10^{-9} Torr. であるが、本実験ではリークにより真空度が低下した状態)

実験対象 : NBS Ti-H (32, 98, 215 ppm), Zr 中の水素化物 (100 ppm), 純鉄

実験条件 コールドプレート : 液体窒素温度冷却使用(L.N.T.) 及び室温使用(R.T.)

電流密度 : 0.05~0.8 mA/cm²

3. 結果

- (1) $^1H^+$ の測定におけるバックグラウンドは電流密度に大きく影響し、さらにコールドプレート使用により著しく減少することが判明した。(図1)
- (2) $^1H^+$ のバックグラウンド測定値の材料及び時間的变化を測定し、この結果から原因が吸着現象であると判断した。(図2)
- (3) 吸着物のイオンスペクトルは $^1H^+$, OH^+ が強いことから H_2O が主であると推定した。
- (4) 水素分析における吸着の影響を考慮して、Ti 中の約30, 100, 200 ppmの水素を定量的に測定することが可能となった。(図3)
- (5) Zr (H = 100 ppm) 中の水素化合物の存在が組織と対応することを確認した。(図4)
- (6) 吸着の影響は重元素(Ti, Zr, Fe)の測定には影響しないが、炭素分析には影響が認められた。

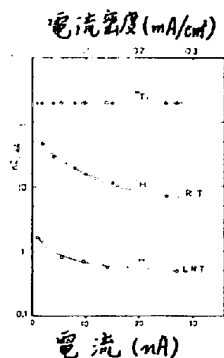


図 1.

$^1H^+$ と $^{48}Ti^+$ の測定強度と電流密度の関係 (L.N.T. 及 R.T.)

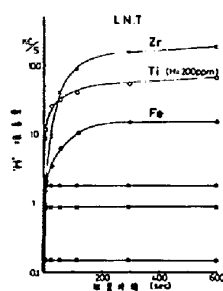


図 2

$^1H^+$ 吸着量の材料及時間変化

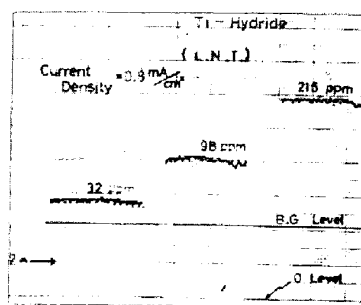


図 3

Ti 中の水素の定量分析結果

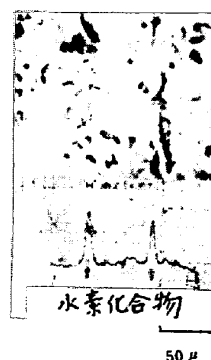


図 4

Zr 水素化合物の組織と水素分析