新しい機能を備えた SIMS による鋼中 Cr, Si 及び C の分析

Analysis of Cr, Si and C in Steel by SIMS with the New Equipments

石 崎 哲 郎*・田 村 一 二 三**・柴 田 淳***・玉 井 満 徳*

Tetsuro Ishizaki, Hifumi Tamura, Atsushi Shibata and Mitsunori Tamai

(1979年12月11日受理)

We have developed a new type of SIMS (IMA-2AS) which incorporates total ion monitor, secondary ion energy analyzer and turbo molecular pumps. We propose a new method for adjusting the trajectory of secondary ion beam in the mass spectrometer. That is the combination method of total ion monitoring and secondary ion energy analysis.

By this method, we measured secondary ion intensities of Cr, Si and C in steel. From the experimental results, it has been proved that the C. V. % of secondary ion intensities were reduced to about 20 ~ 50 %. So, we could define the effect of experimental conditions and changes in Cr content of samples to the secondary ion intensities.

1. 緒 言

二次イオン質量分析法(SIMS)では、現在イオン化の機構が明確にされておらず、一般的には定量分析法は確立されているとはいえない。そのため現状では適当な標準試料を用いて実験的な手法により定量値を算出する、いわゆる検量線法が用いられることが多い。

しかし、構成元素の二次イオン強度は、一次イオン照射条件や試料室真空度で変化する。更に、合金元素によるマトリックス効果の影響で二次イオン化率が変

化することが知られている¹⁻²⁾。一方、質量分析計内における二次イオンビームの軌道及び収束状態の影響も無視できない。従って、一次イオン照射条件、試料室真空度及び試料のマトリックス効果などが二次イオン強度に与える影響を明らかにして、定量精度を向上させるためには、質量分析計内における二次イオン軌道を規制することが必要である。

一般的には、二次イオン強度の測定は、一次イオン照射条件及び試料室真空度などを一定とし、マトリックス元素の二次イオン強度が最大となる条件を設定して行っている。しかし、この手法は、質量分析計のセ

*防衛大学校機械工学教室 (横須賀市走水 1 丁目 10-20)

Dept. of Mechanical Engineering, National Defense Academy (1-10-20, Hashirimizu Yokosuka 239 Japan)

**日立製作所中央研究所 (国分寺市東恋ヶ窪 1-286)

Central Research Laboratory, Hitachi Ltd. (1-286, Higashikoigakubo, Rokubunji Ltd. 185 Japan)

***日立製作所那珂工場 (勝田市市毛 882)

(Naka works, Hitachi Ltd. (882, Ichige, Katsuta 312, Japan))

クタ磁場前方における二次イオンの軌道及び収束状態を直接に測定条件規制の手段としていないので、これらを一定に保持することは困難である。

本論文においては、新機能を加えたイオンマイクロアナライザーにより、質量分析計の測定条件が定量精度に与える影響を実験的に検討し、二次イオンの軌道及び収束状態の規制法について新しい提案を行い、さらにこの手法を適用して、Cr鋼中のSi、Cなどの定量性を検討した結果を報告する。

2. 装 置

2.1. 全体構成

本研究では日立製 IMA-2AS イオンマイクロアナライザーを利用した。Fig. 1 に装置の概観写真を示す。一次イオン照射系および二次イオン質量分析系の主な

Fig. 1. External view of IMA-2AS.

Table 1. General feature of IMA

Primary Ion Beam Illuminating system	Ion gun	Duo-plasmatron with control electrode
	Acc. voltage	$\pm 1\text{Kv} \sim \pm 20\text{Kv}$
	Ion species	O ₂ , Ar, N ₂
Secondary ion mass spectrometer	Mass spectrometer	Double focusing Mass spectrometer
	Energy Analyzer	Sector type
	Total Ion Monitor	DALY-type
Vacuum system	Specimen chamber	Turbo molecular pump 3 Ti-Sublimation pumps
	Ion source & Column	Turbo molecular pump

部分は、IMA-2型と類似しているが、本装置では、新しく二次イオンエネルギー自動分析器を備えている。また、真空排気系は、従来の油拡散ポンプに変えて完全ドライ系の分子ポンプとチタンサブリーションポンプの組合わせを使用し高真空化を図った。Table 1 に、装置主要部の全般特性・性能を示す。

次節以下で、今回の実験に直接利用した全イオンモニター装置、二次イオンエネルギー自動分析器及び真空排気系について詳細を述べる。

2.2. 全イオンモニター装置

全イオンモニター装置についてはすでに報告³⁻⁵⁾があり、これらと重複する記述もあるが、本研究においては、二次イオンの軌道及び収束状態を検出する手段として利用したので、この機能と関連する事項について述べる。

全イオンモニターとしては、イオン電子コンバータを利用したDALY型検出器を採用した。イオン電子コンバータは、スリットを有する金属板で、スリットが質量分析計のエネルギースリットの役割も兼ねている。二次イオンのモニター信号は、スリット周辺に流入するイオンを電子に変換し、シンチレータで受け、更に光電子増倍管により増幅し取り出す。一方スリットを通過したイオンは、セクタ磁場で質量・電荷比に分離され、質量スペクトルとして検出される。

従って二次イオン軌道が固定されている場合、検出される全イオン強度は、試料からスパッタされたセクター電場を通過する二次イオン量に比例した値を示すと考えられる。また、分析計内で二次イオンビームが正確にセクター電場の中心を通りスリット中央で収束している場合、二次イオンは大部分がスリットを通過するので、全イオン強度は極小値を示し、特定イオン強度は最大となる。

2.3. 二次イオンエネルギー自動分析器

イオン衝撃により試料表面からスパッタされた二次イオンは、そのイオン種（多価イオン、分子イオン、クラスターイオンなど）によりエネルギー及びエネルギー分布の異なることが知られている⁶⁾。従って二次イ

Fig. 2. Principle of the secondary ion energy analyzer.

オン強度を定量的に評価するためには、二次イオンのエネルギーとその分布を正しく把握しておく必要がある。

上記の観点より、著者らは、自動的に二次イオンのエネルギー分析ができる装置を開発した。Fig. 2 にエネルギー分析器の原理を示す。エネルギー分析器としては質量分析計のセクタ電場を利用しており、円筒電場を採用している。Fig. 2において、試料より初期エネルギー零($\Delta E=0$)の二次イオンが、二次イオン加速電圧 V により VeV の運動エネルギーを持って飛び出し、エネルギースリット (イオン電子コンバータ) を通過しているとする。この状態で、加速電圧を $\pm \Delta V$ だけ変化させると二次イオンの軌道が Fig. 2a のように変化し、その集束点はエネルギースリット面をセクタ電場の関数として移動する。従って、スリットを通過するイオンの強度は、二次イオン加速電圧の関数として変化するため、二次イオンのエネルギー分布が測定できる。

実際には、二次イオンは、Fig. 2b に示すようなエネルギー分布 $\{N(\Delta E)\}$ を有しており、 ΔV の大きさに対応して $\{N(\Delta E)\}$ は、エネルギー スリットに対し図中で左右に移動し、エネルギー分布 $\{N(\Delta E)\}$ が測定される。従って、エネルギー分解能は、エネルギー スリットの幅に依存して変化する。

本装置のエネルギー分析器は、二次イ

オン加速電圧を $2.9 \sim 3.0 \text{ kV}$ ($V - \Delta V \sim V + \Delta V$) の範囲で自動的に変化 (エネルギー スキャン) する装置である。すなわち、特定二次イオンのエネルギー分布は、磁場を特定イオンに合わせエネルギー走査を行うことにより、1分~10分の間で測定することができる。

2.4. 真空排気系

装置の真空排気系を Fig. 3に示す。排気は、主としてイオン源部、一次イオン収束部及び試料室の3系統で行ない、特に良質な高真空を得る目的で、質量分析計を含む試料室を、3基のチタンサブリーメーションポンプで排気できるようにし

Fig. 3. Schematic diagram of vacuum system.

Fig. 4. Turbo-Molecular pumps equipped to the instrument.

た。Fig. 4に示すように、分子ポンプは、排気能率を考慮してできる限り本体に接近させて配置した。図中①は、イオン源部、②は、中間室部を排気する分子ポンプである。また、イオン源からのガスリークの真空度への影響を避けるため、イオン源部、レンズ系部及び試料室の排気系統間に、コンダクタンスの小さいオリフィスを設けた差動排気方式を採用している。

一次イオン照射時の到達真空度は、分子ポンプのみによる排気の場合 5×10^{-6} Pa であり、チタンサブリーションポンプを併用することにより 4×10^{-7} Pa まで排気することが可能である。現状では長時間稼働していないので、到達可能な真空度に達しておらず、今後更に高真空化が期待できる。なお、高真空化及びドライ系ポンプ使用の効果については、別に詳細を報告する予定である。

3. 試料及び測定方法

3.1. 試料

実験は、測定精度を問題にしており、試料としては信頼のおける次の2つを選んだ。

- (1) Fe-Cr-X 系合金 (Cr 鋼)
- (2) 工業用純鉄

(1)は、さきに日本学術振興会と米国の NSF(National Scientific Fundation) とで共同実験を行った際に、日本学術振興会から提供された試料である。Cr 鋼の組成を Table 2に示す。

(2)は、研究室で溶製したもので、Cr などの合金元

Table 2 Chemical composition of specimens (wt%)

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cu	Cr	Mo
M2	0.11	0.44	0.43	0.012	0.007		0.10	2.10	0.98
M9	0.10	0.63	0.44	0.021	0.007		0.05	8.74	0.97
M12	0.017	0.54	0.50	0.022	0.007	0.09		11.98	
M16	0.055	0.57	0.35	0.023	0.008	0.10		16.33	
M25	0.005	0.002	0.002	0.002	0.003	0.89		25.89	3.40

Table 3. Heat treatment of pure-iron specimens

	Solution Treatment	Decarburization and denitriding
A	950°Cx0.5hr. W.Q. (in Ar)	710°Cx0.5hr. F.C. (in Ar)
B		710°Cx5hr.FC (in H ₂ ・H ₂ O)
C		710°Cx10hr.FC (in H ₂ ・H ₂ O)
D		710°Cx30hr.FC (in H ₂ ・H ₂ O)
E		710°Cx105hr.FC (in H ₂ ・H ₂ O)

W.Q.:water quench
F.C.:furnace cool

素を含まずマトリックス効果の小さい銅中でのCの定量性を確認するため準備した。試料は、電解鉄を大気中溶製(及びで脱酸)後10mmφに鍛造し、Table 3に示す熱処理によってCの含有量を変化させた。鍛造後の試料組成の化学分析値は、C=0.03%, N=0.007%, Mn=0.12%, Si=0.04%, Cu=0.002%, P=0.03%, S=0.003% である。従って試料のCの濃度は、Table 3に示した熱処理時間に比例して0.013%より小さくなっている。

両試料とも、表面をエメリー紙(#3000まで)で研摩し、その後粒径0.3μmφのアルミナ粉によるパフ研摩により鏡面仕上げを施して表面形状効果を一定とした。また、蒸留水及びアセントによる超音波洗浄で表面に付着する有機物などを除去した。

3.2. 測定方法

試料は、分析面が常に同じ高さでかつ水平になるよう試料台上に固定した。質量分析計で二次イオン強度の測定を行う前に、研摩による表面変質層を除去するため、分析面を含む約1.2×1.2mmの領域で、約15分間の一次イオンビーム走査によるスパッタエッチングを行った。分析は、エッチング領域のほぼ中央に一次イオンビームを静止させて行なった。

二次イオン強度の測定にあたっては、エネルギーリット及びコレクタスリット位置を装置の機械中心に固定し、質量分析計の測定条件を次の2つの手法で設定し、両者の精度を比較した。

- (1) マトリックス元素による特定二次イオン強度を最大とする手法(従来の方法以下A法と略記)

これは、二次イオン加速電圧を0.29kVに固定し、分析試料のマトリックス元素である⁵⁶Fe⁺のイオン強度が最大となるように、セクター電場強度等を調整する方法で、従来から一般に利用されていた方法である。

- (2) 全イオンモニター装置とエネルギー分析器を併用し、二次イオンの軌道を調整する手法(以下、B法と略記)

著者らの提案する新しい手法で、まず二次イオン加速電圧を2.95kVに固定し、二次イオンのエネルギー走査を行った場合、マトリックス元素の⁵⁶Fe⁺が二次イオン加速電圧2.95kVで最大値を示すと同時に全イオン強度が極小値を示すように、セクタ電場等で二次イオン軌道を調整する方法である。

Fig. 5. Relation between the total ion intensity and the specific ion intensity ($^{56}\text{Fe}^+$) as the function of secondary ion acc. voltage.

Fig. 5 に、調整がほぼ完全な場合の実験例を示す。実験条件は図に示す通りであり、一次イオン電流、全イオン電流及び $^{56}\text{Fe}^+$ を同時に測定している。実験においては、上記の 2 つの測定条件を極力一定に保ち、試料面の任意の数点において 5 回づつ二次イオン強度を測定した。測定時には、Fig. 5 に示したように、一次イオン電流と全イオン強度を同時に測定し

Fig. 6. Calibration curve of Cr in steel.
(a) Conventional method, (b) Present method.

記録した。また、試料電流、ビーム径及び試料室真空度は適時測定した。

4. 結果及び考察

4.1. 分析手法と再現精度

ここでは、Table 2 に示した Cr 鋼試料を用いて二次イオン強度の測定精度を向上する手法について実験した結果を示す。

質量分析計の二次イオン強度測定条件として、前章で述べた二つの方法を採用した。

Fig. 6(a) に A 法で測定した Cr の検量線の一例を示す。横軸にはマトリックス元素 Fe で規格化した Cr の相対濃度を、縦軸にはマトリックス元素 $^{56}\text{Fe}^+$ の二次イオン強度から規格化した Cr のイオン強度比 $\frac{I_{\text{Cr}}}{I_{\text{Fe}}}$ を示す。また、Fig. 6 (b) に B 法で測定した場合の検量線の一例を示す。両者の比較により、全イオンモニター法とエネルギー分析法を併用し二次イオンの軌道を調整した法が、測定点毎のパラツキが小さくなっていることがわかる。Table 4 に、A 及び B の方法で測定

Table 5. Relative ion intensity $s(I_{\text{Cr}}/I_{\text{Fe}})$ and their variance with the measured points by present method

	1	2	3	$\bar{x}$	σ	C.V.(%)
M2	9.36 E-5	5.54 E-5	6.44 E-5	7.20 E-5	1.76 E-5	24.4
M9	1.19 E-4	1.11 E-4	6.14 E-5	9.71 E-5	2.55 E-5	26.2
M12	1.04 E-4	7.93 E-5	7.74 E-5	8.69 E-5	1.21 E-5	13.9
M16	1.26 E-4	1.19 E-4	8.93 E-5	1.11 E-4	1.59 E-5	14.3
M25	1.74 E-4	1.16 E-4	1.14 E-4	1.35 E-4	2.78 E-5	20.8

$E-5 = \times 10^{-5}$

した分析各点での生データ、平均値、標準偏差及び変動率を示す。表より、B 法が変動率が小さく精度の高いことがわかる。Si についても、Cr と同様の結果が得られた。

Fig. 7 に、C に対して Cr と同様の実験を行った結果を示す。(a) 及び (b) は、それぞれ第 1 及び第 2 の方法で測定した結果である。C の定量においては、全イオンモニター法とエネルギー分析法を併用して二次イオン軌道を調整した手法のほうが、測定点毎のパラツキが明瞭に小さくなることわかる。

A 法と今回新しく取り上げた B 法の差について考察する。

まず、A 法においては、エネルギー

リットを通過する二次イオン量のみが考慮され、セクタ電場における二次イオン軌道やこれと関連するエネルギーリットにおける収束状態に対し厳密な意味での考慮はなされていない。即ち、A法では、二次イオンビームがセクタ電場内のイオン光学系の中心軌道を通過しているかどうかを定量的に評価する手段がない。また、本装置で従来法により二次イオン強度が最大となるよう質量分析計の測定条件を設定した場合、エネルギー走査において全イオン強度は、二次イオン加速電圧に比例して増加する傾向を示す。従って、二次イオンビームの収束面にゆがみが生じ不均一な二次イオンビームとなっていると考えられる。この時の全イオン強度の変化を一定に保つことも、非常に困難である。

次にB法においては、エネルギーリットを通過する二次イオンは、全イオン強度が極小値を示すと同時に特定二次イオン強度が最大値を示すよう調整されている。従って、二次イオンビームは、エネルギーリットの中央に収束面を持つ。更に、エネルギーキャンで全イオン強度が左右対称の変化を示すよう調整されていることから、二次イオンビームにゆがみがなく均一で、一定の軌道をとっていると考えられる。従って、B法で測定する場合、エネルギーリットを通過する二次イオンは、同じ初期エネルギーを有し、エネルギー分布がFeと異なる元素の場合も、 $^{56}\text{Fe}^+$ に対し一定の関係を保つので、二次イオン強度の測定精度が向上すると考えられる。

以上の結果、ここに提案したB法は、測定条件によるイオン軌道の変化を全イオンモニター装置とエネルギー分析器を併用し定量的に評価できるので、定量分析における測定条件を一定に保ち、測定精度を向上することができると言える。

4.2. Siの定量に与える実験条件の影響

Cr鋼中のSiについては、日米共同実験で詳細に検討されている。その結果、必ずしも良好な検量線が得られていない⁷⁾。そこで3.2に示したB法を利用して、Siの定量精度に与える一次イオン電流密度及び試料室真空度の影響について実験した結果を示す。

Fig. 8に真空度をほぼ一定に保ち、一次イオン電流

Fig. 7. Calibration curve of C in steel.
(a) Conventional method, (b) Present method.

Fig. 8. Calibration curve of Si in steel.

密度をパラメータとして検量線を作成した一例を示す。Siの相対イオン強度 $\frac{I_{Si}}{I_{Fe}}$ は、一次イオン電流密度の増加に伴い、対数表示の検量線においては、低Si濃度試料(M25)で大きく減少し、高濃度試料(M2, M9)で小さく減少することが明らかになった。その結果、一次イオン電流密度を高くして分析を行えば、図に示したように相対濃度と相対イオン強度が良好な比例性を示す検量線が得られる。

Fig. 9.に試料M2とM25についてのイオン電流密度と相対イオン強度との関係を示す。図中の数字は、二次イオン強度測定時の試料室真空度($\times 10^{-6}\text{Pa}$)を、

Fig. 9. Relation between the Primary ion current density and the relative ion intensity. Numbers in the figure show the chamber pressure ($\times 10^{-6}$ Pa) and plots in the square show the value at the high vacuum range.

図中枠内の点は、ビーム断面積は異なるが、高真空における測定値を示す。イオン電流密度が 2 mA/cm^2 から 11 mA/cm^2 に増加する Si との相対イオン強度は、M2 で約 8×10^{-4} 、M25 で約 6×10^{-4} 減少する。また、比較的低いイオン電流密度において、試料室真空度が 8×10^{-6} Pa から 5×10^{-6} Pa に上昇すると、M2 及び M25 において各々上記と同じ値だけ相対イオン強度が減少する。この結果、高真空で分析を行えば、Si の相対イオン強度が減少し、比例性の良い検量線が得られることが明らかになった。

試料室真空度及び一次イオン電流密度による Si の相対イオン強度の変化について考察する。

試料室真空度による相対イオン強度の変化については、一次イオンを Ar^+ として、試料室に酸素ガスを導入し真空度を変化させ、Fe 中の Si 相対イオン強度について検討されている⁹⁾。実験において、試料室雰囲気は、一次イオンに O_2^+ を用いており、ほとんどが O_2 と考えられる。したがって、試料室真空度が上昇すると雰囲気中酸素の試料表面付着量（酸素被覆度）が減少し、 10^{-6} Pa オーダの真空度においては Si の相対イオン強度が減少すると思われる。

また、イオン電流密度による相対イオン強度の変化は、イオン電流密度の増加に伴い、試料のスputter 量が増加し、雰囲気中の酸素の付着量が相対的に減少することによると思われる。

試料室真空度とイオン電流密度の影響の差については、高真空測定時の一次イオンビーム径が異なることならびに sputter 率及び付着確率等の物理定数を測定していないことから、定量的な解析が行えないので、本論では省略する。

以上の結果より、Cr 鋼中の Si の定量精度を向上させるためには、一次イオン電流密度の増加及び試料室真空度を上昇して測定することが必要である。

4.3. C の分析に与える Cr の影響

Cr 鋼中の C については、日米共同実験ではデータが示されていない¹⁰⁾。実験においては、Fig. 7 で示したように、C の相対イオン強度は、相対濃度と良好な比例関係がなく、測定値のバラツキも大きい。しかし、Fig. 7(b) で示したように、第 2 の手法で測定した場合、C の相対イオン強度の変化は、一定の傾向があることがわかる。

ここでは、3.2 で提案した手法を利用し、鋼中の C の定量に与える合金元素 Cr の影響について実験した結果を示す。

Table 5 に、各測定点毎の真値、平均値、標準偏差及び変動率を示す。試料の Cr 含有量に比例して、C

Table 4. Relative ion intensities ($I_{\text{Cr}}/I_{\text{Fe}}$) and their variance with the measured points

(a) Conventional method

	1	2	3	$\bar{x}$	σ	C.V.(%)
M2	0.068	0.091	0.079	0.079	0.0093	11.8
M9	0.467	0.399	0.437	0.434	0.0278	6.41
M12	0.531	0.570	0.571	0.557	0.0186	3.34
M16	0.792	0.845	0.779	0.805	0.0285	3.55
M25	1.37	1.15	1.19	1.23	0.086	7.03

(b) Present method

	1	2	3	$\bar{x}$	σ	C.V.(%)
M2	0.080	0.072	0.066	0.073	0.0058	7.98
M9	0.426	0.431	0.415	0.424	0.0067	1.58
M12	0.567	0.582	0.540	0.563	0.0174	3.09
M16	0.754	0.742	0.760	0.752	0.0075	1.00
M25	1.37	1.26	1.33	1.32	0.045	3.44

の相対イオン強度は増加する傾向がある。

このため、Cr を含まない工業用純鉄の C 含有量を、Table 3 で示した熱処理で変化させ、一次イオンに O_2^+ 及び Ar^+ を使用して、相対イオン強度 $\frac{I_{C^+}}{I_{Fe^+}}$ を測定した。Fig. 10 に、横軸を降伏応力増加量とした Si

Fig. 10. Relation between the increased amount of yield stress (Concentration of C) and the relative ion intensity of C.

および Mn の相対イオン強度が等しい場合の C の相対イオン強度の変化を示す。鋼中に固溶する C は、試料を变形 (降伏点以上に引張変形) し、転位を導入後比較的低温で一定時間保持すると、転位に拡散・偏析しその転位を固着するため、再び試料を变形する際の降伏点は、固溶 C 量に比例して高くなるが、固溶量が増加し炭化物が析出する量になると降伏応力増加量はほぼ一定になることが知られている⁹⁾。実験においては、10%の予歪 (変形量) と $60^\circ\text{C} \times 120$ 分の時効 (等温保持) の前後における降伏応力増加量を測定しており、Fig. 10 の降伏応力増加量 (ΔY : kg/mm^2) は、試料の C 含有量を示すパラメータとなる。従って、Cr を含まない試料においては、C の定量が行えることがわかる。

C の分析に与える Cr 量の影響について考察する。

鋼中の Cr は、C との結合力が大きく炭化物を形成し易い元素である。また C 量及び Cr 量により Cr_3C 、 Cr_7C_3 及び Cr_{23}C_6 などの結晶構造の異なる炭化物を形成するので、Cr と C の結合状態は変化する。従って Cr 鋼中の C は、その結合状態により、二次イオン化率が変化すると考えられる。

一方、Fig. 10 で示したように、Cr を含まない工業用純鉄においては、C 量の化学分析値を求めている

ので正確な定量は行えないが、C の相対二次イオン強度は、降伏応力増加量即ち固溶 C 量の増加に比例して増加する。従って、Cr 鋼において C の定量ができないのは Cr と C が相互作用を持つためである。

Cr の影響について、角山¹⁾は、鋼中の C 量の増加に伴い、Cr の二次イオン強度が減少することを示している。また、山口²⁾は、NBS 標準試料中の C の定量 ($C=0.03 \sim 0.51 \text{ wt}\%$) を、全イオン強度と負の二次イオン強度の比 $\frac{I_{C^-}}{I_{\text{total}}}$ で行っているが、Cr 量の多い試料では、C の相対イオン強度はプラス側にずれていることが認められる。

以上の結果より、Cr 鋼においては、Cr 含有量及び C 含有量により C の二次イオン化率 (いわゆるマトリックス効果) が影響を受け、C の含有量と相対イオン強度は、良好な比例関係を示さないと考えられる。また、二次イオン化率などのマトリックス効果による変化を検討するためには、提案した手法で二次イオン強度を測定することが必要である。

なお、鋼中の Cr と C の相互作用については、Cr 鋼試料の Cr と C の両者が変化するため、実験の範囲では検討できないので、更に別の試料で検討する必要がある。

5. 結 言

全イオンモニター装置と二次イオンエネルギー分析器などを備えた IMA により、質量分析計の測定条件の影響を検討し、次の事項がわかった。

1) 従来の方法である、マトリックス元素による二次イオン強度を最大とする質量分析の手法は、質量分析計内の二次イオン軌道及びその収束状態を評価する手段がなく、必ずしも適切な手法とは言えない。

2) 全イオンモニター法と二次イオンエネルギー分析法を併用し、二次イオン軌道を調整できる。また、この手法を用い、二次イオンビームをセクター電場のイオン光学系の中心軌道に設定して二次イオン強度の測定を行うことにより定量精度が向上し、実験条件及びマトリックス効果の影響を一層明確に把握できる。

3) Si の相対イオン強度は、一次イオン電流密度の増加及び試料室真空度の上昇に伴い減少し、Si の定量精度が向上する。

4) Cr 鋼中の C の相対イオン強度は、Cr 量の増加に伴い増加する傾向がある。従って、C の分析については更に検討する必要がある。

新しい機能を備えた SIMS による鋼中 Cr, Si, 及び C の分析

おわりに、本研究を行うにあたり、貴重な試料を提供して頂いた、東京工業大学教授 染野 檀博士に感謝の意を表します。

文 献

- 1) 角山浩三：学位論文, p. 63 (1978).
- 2) N. Yamaguchi, K. Suzuki, K. Sato and H. Tamura: *Anal. Chem.*, **51**, 695 (1979).
- 3) H. Tamura, T. Kondo, I. Kanomata, K. Nakamura and Y. Nakajima: *Japan, J. Appl. Phys. Suppl.*, **2**, Pt. 1., 379 (1974).
- 4) H. Kobayashi, K. Suzuki, K. Yukawa, H. Tamura and T. Ishitani: *Rev. Sci. Instrum.*, **48**, 1298 (1977).
- 5) 田村一二三, 石谷 亨, 鹿又一郎, 鈴木堅市, 柴田 淳, 真空, **19**, 281 (1976).
- 6) 小林睦弘, 斉藤 宏, 染野 檀: 学振141委第4回 Local Meeting 資料, 37 (1976).
- 7) 学振141委, ワーキンググループ報告 (1978).
- 8) 田村一二三, 石谷 亨: 学振141委第4回 Local Meeting 資料, 18 (1976).
- 9) J.D.Baird: *IRON & STEEL*, 186 (1963).

Keywords

SIMS

Total ion monitor

Secondary ion energy analyzer

Adjusting method for secondary ion trajectory

Accuracy of measured data