

標準コンダクタンスエレメントを用いた ESD 計測の定量化の試み

○宮内直弥^{1*}, 矢ヶ部太郎¹, 北島正弘¹, 吉田肇², 板倉明子¹

¹物質・材料研究機構, ²産業技術総合研究所

Quantification of ESD measurements using standard conductance elements

○Naoya Miyauchi^{1*}, Taro Yakabe¹, Masahiro Kitajima¹, Hajime Yoshida², and Akiko N. Itakura¹

¹National Institute for Materials Science, ²National Institute of Advanced Industrial Science and Technology

1. はじめに

我々は金属材料を透過する水素の可視化法の開発を行ってきた¹⁻²⁾。オペランド水素顕微鏡は、試料を透過した水素を電子衝撃により試料表面でイオン化し脱離させることで(ESD 法)、存在位置を反映した画像化を行う。ここで計測した水素イオン信号から表面滞在水素密度や金属試料を透過した水素量を定量化するためには、試料表面と水素の相互作用やイオン化効率など様々な要因を検討する必要がある。標準コンダクタンスエレメント(SCE)は、各種ガスを粘性流から中間流を介さず直接分子流として定量導入できる焼結体からなる気体導入素子である³⁾。この SCE を用いて水素の導入流量と ESD による水素イオン信号の関係を調べた。

2. 実験条件

実験は、電解放出型高分解能オペランド水素顕微鏡を用いて行なった。到達真空度は 5.70×10^{-8} Pa, SCE 温度は、373 K, 供給水素圧力を 100~2000 Pa の範囲とした。積算像は、供給水素圧力 100 Pa, 1 画像を 200 秒で撮影し、168 時間の積算を行なった。また従来結果との比較のために四重極型質量分析器(QMS)での計測も行なった。

3. 結果

SCE を用い、QMS で水素イオンの計測を行い、本装置内での試料背面の供給水素圧力と QMS 信号の比例関係を確認した。ESD イオンも同様の比例関係を示した。しかし QMS で生じたイオンが ESD 検出器にも影響した。QMS を off し ESD のみの計測を行なった。励起源である電子ビームを off にしても ESD 検出器に信号が計測され、主排気を行っているイオンポンプが原因であることが判明した。これらを排除し供給水素圧力と ESD イオンの間に直線性を確認した。(図 1)

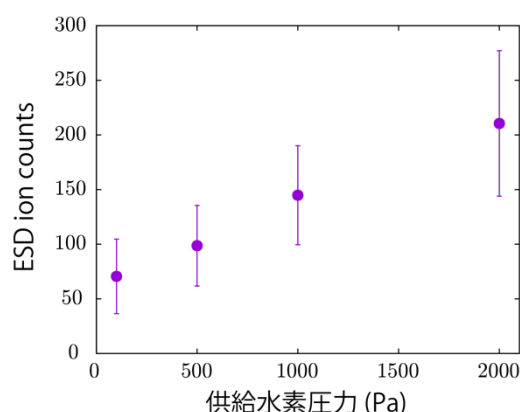


図 1 供給水素圧力に対する ESD イオン数

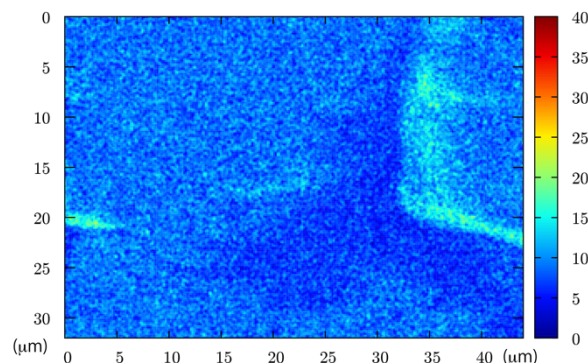


図 2 積算水素イオンマップ(168時間)

図 2 に積算 ESD 像を示す。ESD は表面吸着原子に敏感であり、SCE の空隙部分からは観測されず、焼結体構成粒の表面部分から信号が検出された。特に粒の外周部分の ESD 信号が強いことから、SCE を経由して導入される水素は分子状態で SCE を透過し、その後粒表面へ吸着が起こっている事が示唆された。

文 献

- 1) N. Miyauchi, et al., Scr Mater. **144**, 69 (2018).
- 2) N. Miyauchi, et al., Appl.Surf.Sci. **527**, 146710 (2020).
- 3) H. Yoshida, et al., Vacuum **86**, 838 (2012)

*E-mail: MIYAUCHI.Naoya@nims.go.jp