

^{15}N NRA を用いた実部材/局所部位の水素濃度定量の検討

Investigation of determination of hydrogen concentration in real parts and local sites using ^{15}N NRA

小北 哲也¹⁾
Tetsuya KOGITA

森 貴仁¹⁾
Takahito MORI

¹⁾ ○株式会社コベルコ科研

(概要)

^{15}N を用いた共鳴核反応分析 (NRA)^[1] について、ビーム径の縮小とビーム電流計測の安定化を図り、ビーム径は $2.5 \times 1\text{mm}^2$ 程度、試料電流は $600\text{pA} \pm 20\text{pA}$ 程度の安定性を達成した。この結果により ERDA 等従来型手法では難しい、微小曲面を持つ実部材薄膜の水素濃度定量が可能になった。

キーワード:

「DLC」「水素濃度定量」「共鳴核反応分析」

1. 目的

我々は DLC を成膜した切削工具等、曲面や微小面を持つ実部材薄膜の水素濃度を定量する手法として ^{15}N を使った NRA に注目しており、16 年度から実用可能性を検証する実験を行っている。16 年度の実験では試料自身による γ 線の吸収、および試料の曲率が定量に与える影響を調査し、遮蔽効果は計算による予測とほぼ一致する事、曲率はあまり影響しない事、最終的に得られる定量値は一般的に用いられている手法 (ERDA) とほぼ一致する事を確認した。

しかしこのときビーム径は最小まで絞り込んでも $3\text{mm} \phi$ 程度と比較的大きく、このままでは目的とする曲面や微小な面 (例えばピストンリングは幅 1mm) の測定は難しいという問題があった。そのため 17 年度はビーム径のさらなる縮小を目的とした。

ビーム径の縮小を図るにあたって、ビーム電流の計測値の安定性も問題となった。これは測定チャンバー周囲の影響によりビームオフの状態でも電流計測値が $\pm$ 数 100pA 程度振れてしまうというもので、正味のビーム電流が振れ幅に対して十分に大きければ問題にならないが、ビーム径の縮小によってビーム電流が小さくなると、定量値に影響を及ぼすことが懸念された。

そのため 17 年度はビーム径の縮小と、電流計測の安定化を目的に実験を行った。

2. 実施方法

16 年度は試料直前にあるアパーチャでビームを整形していたが、17 年度はアパーチャに加えて、上流にある X-Y スリットと四重極電磁石でも整形した。また四重極電磁石の調整用ターゲットとして、従来用いていた石英ではなく、より発光の強いルビー板を使用した。

ビーム電流は測定チャンバー自体を電氣的に浮かせて計測しており、外部からの電氣的なノイズが計測に影響を与えていると考えられた。そのため真空計や、カメラの電源ケーブル、接地用のケーブル類等、チャンバーにつながるあらゆるケーブル類を取り外して測定を行った。

3. 結果及び考察、今後の展開等

従来 $3\text{mm} \phi$ 程度であったビーム径は $2.5 \times 1\text{mm}^2$ 程度まで縮小することができた。またビーム電流の計測値とその振れ幅は、ビーム径 $3\text{mm} \phi$ では $50 \sim 60\text{nA} \pm$ 数 100pA 程度であったが、ビーム径 $2.5 \times 1\text{mm}^2$ では $600\text{pA} \pm 20\text{pA}$ 程度になった。

この結果、ビーム電流の減少により測定に必要な時間 (十分な収量を得るのに必要な溜め込み時間) は増大したが、微小曲面でも測定可能なビーム径と試料電流計測の安定性を達成することができた。

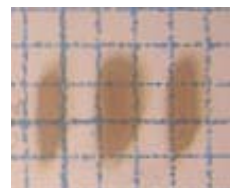


写真: 感熱紙に
記録したビーム痕。
グリッドは 1mm 間隔。

4. 引用(参照)文献等

[1] W.A.Lanford, Nucl. Instrum. Methods B66 (1992) 65