

(※本報告書は英語で記述してください。ただし、産業利用課題として採択されている方は日本語で記述していただいても結構です。)

	承認日 Date of Approval 2013/3/5 承認者 Approver 武田全康 提出日 Date of Report 2013/2/26
課題番号 Project No. 2012B0069 実験課題名 Title of experiment 人工多層膜の水素/重水素トラップサイト解析 実験責任者名 Name of principal investigator 宮川進 所属 Affiliation 株式会社 デンソー	装置責任者 Name of Instrument scientist 武田全康 装置名 Name of Instrument/(BL No.) 試料垂直型偏極中性子反射率計 (SHARAKU) 実施日 Date of Experiment 3012/12/26~2012/12/27

試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、結論等を、記述して下さい。(適宜、図表添付のこと)
 Please report your samples, experimental method and results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

1. 試料 Name of sample(s) and chemical formula, or compositions including physical form.
サファイア(Al_2O_3)の外表面にTiN単層膜をPVD法により形成して試験片とした。 (1)試験片サイズ サファイア: $25mm \times 25mm \times 0.5mm$ TiN: 膜厚 $t100nm$ (2)供試試験片 ① 水素チャージ無品 ② 水素チャージ有品 (水素チャージは高圧・高温下の水素ガス中にて実施)

2. 実験方法及び結果 (実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。) Experimental method and results. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.
(1) 実験方法 水素チャージ有無品にて水素のトラップ状態を把握することを目的に以下の実験を行った。 ① 中性子回折実験 装置: J-PARC 試料垂直型偏極中性子反射率計(SHARAKU) 測定範囲: $0.001 < Q < 0.5 \text{ \AA}^{-1}$ ② 低角入射 X 線回折実験 装置: RIGAKU製 X線回折装置: RINT-Ultima III(CBO) Model: SA-HF3 特性X線: $CuK\alpha$ 測定範囲: $20^\circ < 2\theta < 60^\circ$ 入射角度: 2° スキャンスピード: $0.01^\circ / min$ (2) 実験結果及び考察 ① 中性子回折実験結果 中性子反射率計による試験片①と②の実験結果をエラーバー付きで図1に示す。試験片①と② 伴に、膜構造を反映したピークが複数存在している。図中には $Q=0.02$ 付近のピークの拡大図も 併せて示す。この $Q=0.02$ 付近のピークより、試験片①と②の両者には統計誤差を超えた違いが 僅かにありそうに思われる。この違いは他のピークでも同様に認められる。

2. 実験方法及び結果(つづき) Experimental method and results (continued)

② 低角入射X線回折実験結果

低角入射X線回折装置による試験片①と②の実験結果を図2に示す。これらは中性子回折実験に用いた試験片を室温にて約1カ月間放置したものである。図中には「TiN 膜無・水素チャージ無サファイア新品」の実験結果も併せて示す。「TiN 膜無・水素チャージ無サファイア新品」にて得られたピークより、ピーク「Ⅲ」はサファイアのピークと思われる。松英等 1)と松野等 2)の実験結果よりピーク「Ⅰ」と「Ⅳ」はTiNのピークと思われる。X線侵入深さを計算すると350nmであることより、ピーク「Ⅱ」はTiNに関連したピークと推定されるが、未同定ピークである。

水素チャージ有品の場合、ピーク「Ⅰ」~「Ⅳ」のピーク位置と積分幅(半価幅)は大きくなる方向で変化している。
蒲地等 3)の軟鋼の実験結果によれば、水素を吸蔵する事により半価幅が大きくなるとしている挙動と同様と思われる。

- ③ 上記 X 線回折実験結果より、水素はサファイア及びTiNに侵入・トラップされているものと思われる。このことより、中性子回折実験での統計誤差を超えた違いが僅かにありそうな事も水素の影響と思われる。
今後の更なる検討が必要と考える

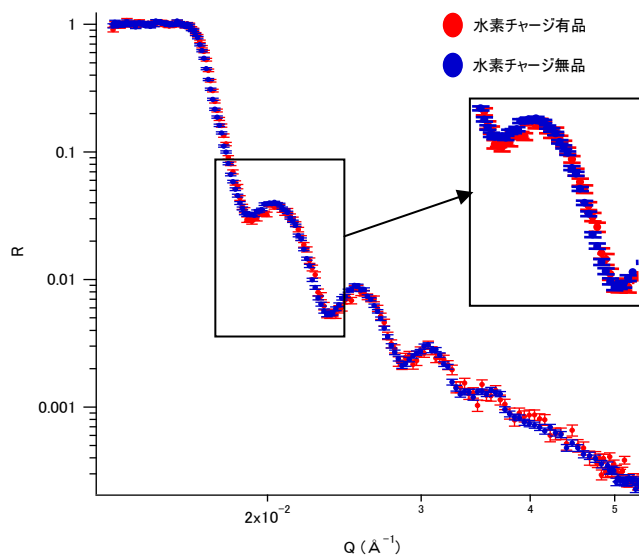


図1 中性子反射率プロファイル

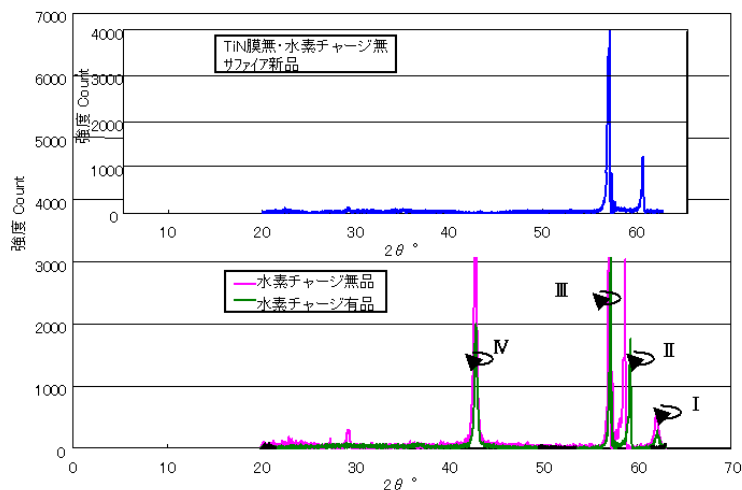


図2 低角入射X線回折パターン

(3) 参考文献

- 1) 松英等, 材料, Vol.48, No.7, pp699-704, July 1999
- 2) 松野等, 応用物理学会シンポジウム 2002
- 3) 蒲地等, 材料, Vol18, No190, pp599-602, July 1969