

X線マイクロビームを用いたPd多層膜表面微量元素分布と 金属組織の相関把握

Study on the Correlation between Pd Complex Structure and Trace Elements using X-ray microprobe

岩村康弘^a、伊藤岳彦^a、坂野 充^a、山崎紀子^a、寺田靖子^b、栗林志頭真^a、石川哲也^c

Yasuhiro Iwamura^a, Takehiko Itoh^a, Mitsuru Sakano^a, Noriko Yamazaki^a,

Yasuko Terada^b, Shizuma Kuribayashi^a, Tetsuya Ishikawa^c

^a三菱重工業(株) 先進技術研究センター、^b高輝度光科学研究センター、^c理化学研究所播磨研究所

^aAdvanced Technology Research Center, Mitsubishi Heavy Industries, Ltd., ^bJASRI, ^cRIKEN-Harima

Pd多層構造膜表面にCsを添加し重水素ガス透過するとこれら元素が減少し、新たにPrが出現し、増大してゆく現象が確認されている¹⁾⁻³⁾。これまで、2004B期一般課題の実験後試料を2005A期のナノテク課題で分析した結果、Prが非常に局所的に存在していることが明らかとなった。2005Aでは、500 μ mと100 μ m角のビームを用いて計測を行ったため、2005Bでは、さらに小さい50 μ mのビームを用いてPrと金属組織との相関を探った。その結果、Prの分布は50 μ m以下のスケールで局所的に存在していることや、結晶粒界と生成物の分布の相関を示唆するデータが得られた。

Low energy nuclear transmutations in condensed matter have been observed in the Pd complexes, which are composed of Pd and CaO thin film and Pd substrate, induced by D₂ gas permeation through Pd multilayer complexes¹⁾⁻³⁾. It was already shown that Pr, the transmuted product from Cs, distributed locally by using 500 μ m and 100 μ m square X-ray beams at SPring-8. XRF measurement by 50 μ m X-ray beam were performed to investigate the correlation between surface structure and Pr distribution. It was shown that Pr distributed locally less than 50 μ m scale. And we obtained some experimental data that might suggest correlation between grain boundary and Pr.

背景と研究目的

Pd多層構造膜表面にCs等の特定元素を添加し、重水素ガスを透過させると添加した元素が減少し、新たにPr等が出現し、増大してゆく現象がXPSにより確認されている¹⁾。こ

れは、常温・常圧での重水素透過というシンプルな手法による元素変換の存在を示しており、学術的に新しい分野を創出しうる興味深い現象である。

Pd多層構造膜はPd(18nm)とCaO(2nm)を交

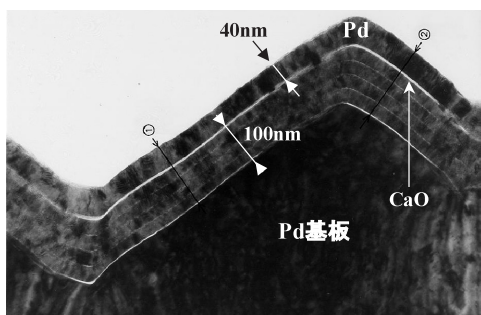


Fig.1 Cross sectional view of Pd multilayer complex

互積層し、さらに表面に 40nm の Pd をスパッタ法で作成した反応膜で¹⁻³⁾、深さ方向の反応領域は図 1 の表面 10nm ナノメーター領域の微細な領域で起きている結果が得られている²⁾。

これまでの研究結果から、Pd 多層構造膜上で元素変換が観測される部位の平面・深さ方向分布が観測されており、Pd 多層膜の構造と何らかの相関が存在する可能性が高い。

そこで、生成元素分布と反応膜組織との相関関係を探るため、2004B 期一般課題 2004B0456-NXb-np の実験後試料 (SP8-24) を 2005A 期のナノテク課題 2005A 0409-NXb-np-Na 2005A で分析した結果、Pr

が非常に局所的に存在していることが明らかとなった。2005A では、500 μm と 100 μm 角のビームを用いて計測を行ったため、2005B では、さらに小さい 50 μm のビームを用いて Pr と金属組織との相関を探った。

実験

X線マクロビームを用いた蛍光 X線分析による微量元素(Cs,Pr : 数 ng \sim 100ng) 2次元マッピングを行うため BL37XU を用いた。

X線のエネルギーは 5.97keV で Cs や Pr の L線を計測し、二次元マッピング XRF スペクトルデータを取得した。認可されたシフト数が 3シフトで 50 μm のビーム径で XRF スペクトルをとるため、2005A で分析した試料の Pr が局所的に分布している部分を中心に計測を行った。

結果、および、考察

図 2 に SP8-24 のあるポイントでの分析結果を示す。図 2 の中で、右上図は 100 μm 角のビームを用いて最初に計測したデータで、

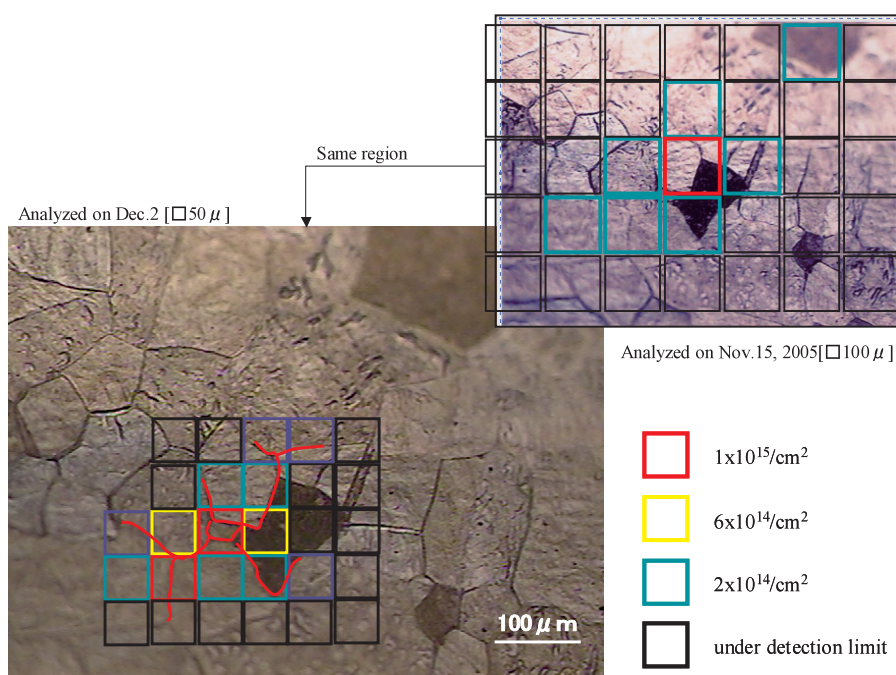


Fig.2 Correlation between distribution of Pr and surface structure of SP-24

赤い正方形で囲んだ部分が最も Pr が多量に存在しており、標準試料で校正した Pr 値は $1 \times 10^{15}/\text{cm}^2$ 程度である。同様に図の右下に示すような区分けで分布を示している。この試料を $50 \mu\text{m}$ 角の X 線ビームによってさらに詳しく XRF スペクトルを計測し、光学顕微鏡との対比を示したのが中央の図である。このようにビームを絞っていくとさらに Pr の分布が存在していることが分かる。また光学顕微鏡の写真で結晶粒界を赤い線で描いているが、最も Pr の量が多い部分には結晶粒界が集中していることが分かる。このように、Pr の局所的分布はビーム径を絞っていけばいくほどはつきりしてきており、Pr 生成領域が少なくとも $50 \mu\text{m}$ 以下のスケールであることを強く示している。また、結晶粒界と Pr 生成との関係についても今回その相関を示唆するデータが得られたため、今後さらに調べていく必要がある。

今後の課題

今回の実験で Pr の分布は $50 \mu\text{m}$ 以下のスケールで局所的に存在していることや、結晶粒界と生成物の分布の相関を示唆するデータが得られたため、これらを解明できる実験を計画していきたい。

参考文献

- [1] Y. Iwamura, M. Sakano and T. Itoh, “Elemental Analysis of Pd Complexes: Effects of D₂ Gas Permeation” Japanese Journal of Applied Physics, Vol.41, pp.4642-4650, 2002.
- [2] 岩村康弘、伊藤岳彦、坂野 充、栗林志頭真、“重水素透過による Pd 多層膜上での

元素変換の観測”、固体物理 Vol.39, pp.203-210, 2004.

- [3] Y. Iwamura, T. Itoh, M. Sakano, S.Kuribayashi, Y. Terada, T. Ishikawa and J.Kasagi, Proc. of ICCF11, France, Oct.31-Nov.5, 2004, Marseilles, (France), World Scientific, pp.339-350, see <http://www.lenr-canr.org/>.

論文発表状況・特許状況

- [1] Y. Iwamura, T. Itoh, M. Sakano, S.Kuribayashi, Y. Terada, T. Ishikawa, Proc. of ICCF12, Nov.27-Dec.2, 2005, ShinYokohama, (Japan), World Scientific, to be published. see <http://www.iccf12.org/>

キーワード

・蛍光 X 線

物質を X 線で照射したときに原子の内殻軌道の電子を励起放出し、この空準位に高い準位の電子が移るときに放射される特性 X 線のこと。