研究課題別中間評価結果

1. 研究課題名:水素のナノスケール顕微鏡
2. 研究代表者:福谷 克之(東京大学生産技術研究所 教授)
3. 研究概要

本研究課題は質量 15 の窒素イオンのマイクロビームを利用した共鳴核反応計測により、固体中の水素の 3 次元分布計測を実環境下で行うこと、および表面に吸着した水素の運動量空間での波動関数観測を目的として、レンズ系およびキャピラリーを用いて、面内分解能 $10\mu\text{m}$ 、深さ分解能 10nm の水素顕微鏡の開発を行っており、中間報告までに以下の成果を達成した。

マイクロビーム作製に関しては、東京大学工学系研究科タンデム加速器施設に新たにマイクロビーム用ビームラインを建設した。キャピラリーを用いたマイクロビーム実験では、埋め込み Y(イットリウム)細線に吸収させた水素の空間分布について、出口径 $50\mu\text{m}$ のキャピラリーにより、ビーム径 $25\mu\text{m}$ 、深さ分解能 10nm を達成している。また、 80hPa の窒素ガス雰囲気中での測定に成功した。さらにキャピラリー入射直前に短焦点レンズを付加することにより、 $10\mu\text{m}$ の面内分解能を実現した。

キャピラリーを用いた雰囲気ガス中の測定では、ビーム取り出しに関しては試料雰囲気が 1 気圧においても行えないことはないが、 100hPa 以上の雰囲気ではキャピラリー内壁に吸着した水分子によると思われるノイズが増大することが判明した。この問題を解決するために、 50nm の厚さの SiN 隔膜を介してビームを雰囲気ガス中へ取出すことを検討し、試験的ではあるが、1 気圧条件下での測定が可能であることを明らかにした。

Pd(パラジウム)薄膜に関して、水素透過のその場観察において、Pd-H 系の α 相から β 相への相転移を初めて観測し、容器の外壁側から β 相に相転移をおこすことを発見した。

4. 中間報告結果

4-1. 研究の進捗状況及び研究成果の現状

(1) 研究の進捗状況について

当初の目標にはまだ達していないが、ガラスキャピラリーを用いて、深さ分解能 10nm 、面内分解能 $25\mu\text{m}$ まで達成し、またガス雰囲気中における測定においても 80hPa における水素検出を可能としていることは評価できる。また、Pd 薄膜中の水素濃度による挙動に関しても、 α - β 相転移の空間分布についての測定にも成功しており、新しい結果が得られている。一方で、ガラスキャピラリーの収束性および耐熱性に関して限界があることが明らかになり、新たな展開として、レンズ系とキャピラリーの組み合わせによる分解能の向上と、大気圧雰囲気下での測定を可能にする SiN 隔膜法、および金属キャピラリーの開発を検討している。これが望ましい展開かどうかは、これらの開発の成否にかかっている。

しかし、現段階においても、材料中の水素の空間分布についての世界初の成果も得られており、材料中の水素分布の高分解能測定はきわめて重要なテーマであることを考えれば、これまでの成果は十分に評価できるものである。

(2) 研究の実施体制について

チーム内の各グループの役割分担が明確であり、キャピラリーの開発、ビームラインの整備とともに、応用への展開に関してもチーム内の連携は良好であり、研究代表者のリーダーシップの下に良くまとまった研究チームといえる。

(3) 研究費の執行状況について

研究費の配分もバランスよく、また装置開発費を十分に確保していて、妥当である。

4-2. 今後の研究に向けて

世界的に見ても特徴的な方法であり、本研究目標が達成されれば、その社会的なインパクトは非常に高く、応用上非常に重要な手法である。本研究では、特に、大気圧下での水素測定を目指しており、実現できれば画期的な水素顕微鏡となる。そのためには、キャピラリーによる方法が優れており、金属キャピラリーの開発を含む、差動排気法による手法を実現することが求められる。一方、隔膜を用いたレンズ系による方法も捨てがたい面があり、これについても開発を進めることが望まれる。

4-3. 総合評価

キャピラリーを用いた研究は、キャピラリーの透過率に関する見込み違いのために、当初予定した通りには進捗していないが、レンズ系の集束とキャピラリーとの組み合わせにより、ある程度の空間分解能、深さ分解能を持った水素顕微鏡が実現されている。また、これまでの開発過程において、パラジウムに埋め込まれた $20\ \mu\text{m}$ 幅のイットリウム細線中の水素分布計測や、パラジウム膜中の水素透過に伴う、パラジウム-水素系の α 相から β 相への相転移など、インパクトのある成果が得られており、国内・国際会議への招待講演も多数受けており、すでにかかなりのインパクトを有する高い成果に到達していると考えられる。したがって当初目標にあるように実環境で水素顕微鏡が実現できると、そのインパクトは格段に大きい。この実現にはキャピラリーを用いた差動排気が不可欠であり、高温度に耐えうる新しいキャピラリーの開発を是非とも進めるべきと思われる。

また、本方法は物質内の水素量を定量できる方法として特長があり、とくに金属中の水素量の定量ができる方法が開発されることは、種々の材料開発における材料評価や、反応機構の解明に役立つと期待できる。NMRで測定できない水素の分析にとくに有用と思われる。以上のように、キャピラリーの透過率や計測できる雰囲気圧力など、当初の期待からずれた実験結果がいくつか出ているが、それらの問題の克服に関して、種々の検討が行われており、順調に研究は進んでいると考えられる。