

「物質現象の解明と応用に資する新しい計測・分析基盤技術」

平成 17 年度採択研究代表者

福谷 克之

(東京大学生産技術研究所 教授)

「水素のナノスケール顕微鏡」

## 1. 研究実施の概要

水素は質量が軽く原子サイズも小さいため容易に固体中に侵入し、固体の電氣的・力学的性質を大きく変えることがある。また、質量が軽いことを反映して、水素は固体の表面や固体中で量子的に広がって存在すると考えられている。しかし、多くの実験プローブは水素に対して小さな散乱能しか持たないため、様々な問題が未解明のまま残されている。そこで、本研究では、固体中の水素の挙動を明らかにするために、新たにマイクロビーム共鳴核反応法を開発することを目的としている。高速イオンビームと水素との共鳴核反応を利用することで深さ分解測定を行うと同時に、キャピラリーを活用してイオンビームをマイクロ化することで、固体中水素の3次元分布測定を実現する。さらに、キャピラリーの差動排気機能を利用して、実環境下での固体中水素計測を行う。また、水素の量子的性質を明らかにするために、核反応のドップラー効果を利用して表面吸着水素の波動関数観察を目指す。

昨年度は、装置全体の仕様を検討するとともに、共鳴核反応計測のための新たなビームラインの整備を進めた。東京大学タンデム加速研究施設 2B コースに、本研究専用ビームラインとして排気系およびビーム光学系の構築を行った。

本年度は、ビームマイクロ化のためのキャピラリー槽と試料槽を新たに設計・製作し、上記ビームライン末端に設置した。また、試料近傍に $\gamma$ 線計測用シンチレータを設置し、信号処理系を構築することで水素の核反応計測を可能にした。この装置を用いて、 $Y$  細線が埋め込まれた試料の水素計測を行い、深さ分解および面内分解測定が可能なことを実証した。

今後は、空間分解能の向上をはかるとともに、第2の課題である、ガス雰囲気下での水素計測を実現すべく、まずキャピラリーの作動排気特性とガスによるビーム阻止能の測定を行い、雰囲気ガスがビームおよび核反応計測に与える影響を明らかにする。

## 2. 研究実施内容

本研究では、マイクロビーム核反応計測装置を開発し、実環境下での水素の3次元分布計測を

目指している。研究内容は、装置開発とその評価ならびに実際の水素分布計測からなる。

## I 装置開発

### 1. 3次元分布計測装置の開発

#### (1) ビーム光学系の改良

当初の光学系では、キャピラリー入口（入口径：1.8mm）でのビーム径が $\phi$ 5mmと大きくビームの損失が大きかった。そこで新たに短焦点収束電磁石を設置し、ビーム径を $\phi$ 2mm以下（キャピラリー入口で）に絞ることに成功した。

#### (2) キャピラリーおよび保持機構の開発

ビーム透過率の高いキャピラリー（入口径1.8mm、出口径1 $\mu$ m）作製法の開発を行った。キャピラリーは、プーラー（ガラスパイプ中央を加熱しながら両側へ牽引する）により作成するが、加熱範囲、牽引するタイミングと牽引力の大きさなどの最適化を試みた。また、入射ビームによる局部加熱が起これるとキャピラリー内部の融解が起これることが判明し、放熱効率のよい保持機構の改良を試みた。

#### (3) キャピラリー駆動機構の改良

ビームに対してキャピラリーの位置および角度を調整するための4軸精密駆動装置を備えたキャピラリー保持真空槽を設計・製作した。当初は真空差圧のため、滑らかな駆動ができなかったため、2重のベロズ機構を導入し、また駆動ステージも耐荷重の大きなものに改良することで、面内位置・角度ともに滑らかかつ高精度な駆動が可能となった。

#### (4) 試料ホルダーの開発

キャピラリーでのビーム透過率を測定するためには透過電流を正確に測定することが必要となる。2次電子放出を抑制するための電極を備えた試料ホルダーの製作を行った。先端から10 $\mu$ mの位置まで試料を接近させ、さらに2次元的に面内走査が可能な試料駆動機構の設計と製作を行った。

### 2. 核反応計測系の整備

#### (1) 検出系の開発

前年度製作・整備したBaF<sub>2</sub>シンチレータに放射性同位体由来のノイズがあることが判明したため、新たにこれに替わるシンチレータとして、BiGeOを導入した。光電子増倍管の感度と時定数が異なるため、新たに増幅器、遅延回路、演算回路、AD変換器を導入して信号処理系を構築した。昨年度開発した信号処理プログラムを改良して信号処理系を制御し、核反応によって放出される $\gamma$ 線スペクトルの測定に成功した。

#### (2) 測定ソフトウェア開発

UnixとWindowsの同時制御が可能なインターフェースソフトを開発し、分散していた制御系の統一をはかった。

### 3. 試料作製

装置の性能評価のために、テスト用試料として、水素を含んだ SiN 薄膜、ポリスチレン膜、水素吸蔵金属である Y 膜・Y の細線構造を、それぞれ化学気相合成、スピコート、スパッタリングにより作製した。

## II マイクロビーム評価と水素分布計測およびドップラー計測

### (1) ビーム評価

キャピラリー出口径を、 $500\mu\text{m}$ – $10\mu\text{m}$  の間で変えたキャピラリーを準備し、ビーム透過実験を行った。出口径  $100\mu\text{m}$  の時、10 倍程度のビーム収束効果が観測された。キャピラリーの角度を変化させたときの、ビーム透過率および透過ビームのエネルギー分布計測を行った。～ $2\text{mrad}$  のずれで、ビーム強度は大きく減少し、同時にエネルギー分布が低エネルギー側に裾をひくことがわかった。

### (2) 深さ分布計測

キャピラリー出口径が  $500, 200, 100\mu\text{m}$  のキャピラリーを用いて、SiNH 膜およびポリスチレン膜について、 $^{15}\text{N}$  ビームのエネルギー掃引を行い、水素の深さ分布測定が可能なことを実証した。キャピラリーによるエネルギー広がり小さく、深さ分解能に対して影響しないことが判明した。

### (3) 面内分布計測

Pd 中に幅  $100\mu\text{m}$ 、間隔  $200\mu\text{m}$  で作成した Y 細線構造試料を水素曝露し、その後出口径  $200, 100, 50\mu\text{m}$  のキャピラリーを用いて、水素の面内分布計測を試みた。深さ  $80\text{nm}$  にビームエネルギーを固定し、試料を面内 1 軸方向に掃引したところ、幅  $100\mu\text{m}$  の水素分布が観測された。キャピラリー出口径に相当するサイズのマイクロビームが得られていると考えられる。また、水素は Pd 中には存在せず、Y 細線中にのみ存在すると考えられる。

### (4) ドップラー計測

前年度に設計した試料ホルダーの試作を行い、それを用いて Pt(111) 清浄表面および Pt(111)-Sn 表面に吸着した水素について、表面垂直方向および  $45^\circ$  入射で共鳴プロファイル測定を行った。表面合金形成に伴う、量子状態変化の有無がねらいである。ドップラー広がり解析に基づき、吸着水素のゼロ点振動解析を行ったところ、Sn 吸着による変化は認められなかった。

## 3. 研究実施体制

### (1) 「福谷研究」グループ

① 研究分担グループ長: 福谷 克之 (東京大学生産技術研究所 教授)

## ②研究項目

- ・ 3次元分布測定装置の開発  
深さ分布測定のための共鳴核反応計測システムと、面内分解測定のための試料／キャピラリー駆動機構の開発とそれを用いた水素分布計測を行う。
- ・ 波動関数観測装置の開発  
超高真空対応冷却試料ステージ・マニピュレータの設計とそれを用いた共鳴プロファイル測定を行う。
- ・ 圧力診断・ビーム診断用のレーザー誘起蛍光法の開発  
実環境下試料について試料槽の圧力分布を計測するため、および水素ビーム源のビーム診断をするためのレーザー誘起蛍光法の開発を行う。
- ・ 測定用ソフトウェアの検討  
加速器制御と計測系を一元化した測定ソフトウェア開発を行う。

## (2)「成沢研究」グループ

①研究分担グループ長:成沢 忠 (高知工科大学電子・光システム工学科 教授)

### ②研究項目

- ・ マイクロビーム用キャピラリーの開発  
入口径, 出口径およびテーパ角を変えたキャピラリーの作製を行う。He ビームを利用してビーム透過率の評価を行い、キャピラリー形状、材質、内面処理法の最適化を行う。
- ・ キャピラリー精密駆動機構の開発  
面内位置および2方向回転角を微調可能なキャピラリー駆動機構の設計と作製を行う。

## (3)「岩村研究」グループ

①研究分担グループ長:岩村 康弘 (三菱重工業株式会社技術本部先進技術研究センター 主席研究員)

### ②研究項目

- ・ 試料槽・駆動機構の開発  
試料槽, 試料駆動機構, ガス導入機構の設計・開発を行う。
- ・ 重水素計測のためのイオン源・加速器の仕様検討  
重水素計測のために必要な 1.3MeV の<sup>7</sup>Li ビーム発生のためのイオン源・加速器の仕様を検討する。
- ・ 試料の作製  
深さおよび面内分解能評価用に, Pd 膜および Y 細線を積層した試料の作製を行う。  
水素透過特性などの基礎的なデータの収集・検討を行う。

(4)「松崎研究」グループ

①研究分担グループ長:松崎 浩之 (東京大学大学院工学系研究科原子力国際専攻 准教授)

②研究項目

- ・ マイクロビームコースの真空系の整備  
新規開発ビームラインの真空排気システム, ベーキングシステムを整備する。
- ・ マイクロビームオプティクス設計と開発  
スリット, 収束電磁石, ビームプロファイルモニターの設計と開発を行う。
  - ・ 重水素計測のためのビームラインの検討
- ・  ${}^7\text{Li}$  ビーム用収束電磁石およびビーム搬送系の設計を行う。

(5)「笠木研究」グループ

①研究分担グループ長:笠木治郎太 (東北大学理学研究科原子核理学研究施設 教授)

②研究項目

- ・ 核反応検出器の開発  
核反応放出  $\gamma$  線計測用の大型シンチレータおよび  $\alpha$  線検出器を開発する。
- ・ 計測システムの開発  
放射線計測用のエレクトロニクスおよびデータ収集システムの構築を行う。