

Fe/炭化物スパッタ多層膜の中性子反射率測定による水素トラップ状態の検討

利用者 白神 哲夫¹、中山 武典²、佐藤 馨³、安原 久雄³、杉山 昌章⁴、谷山 明⁵、野田 俊治⁶、大沼 正人⁷

所属 ¹JFE条鋼(株)、²(株)神戸製鋼所、³JFEスチール(株)、⁴新日本製鉄(株)、⁵住友金属工業(株)、⁶大同特殊鋼(株)、⁷物材機構

1. はじめに

鉄鋼材料の高強度化を図って行く際の克服すべき問題の1つに、環境より侵入した水素の遅れ破壊の問題がある。これに対して、鉄マトリクスと整合状態を保った炭化物や窒化物との界面に水素をトラップする方法が提案されているが、水素のトラップサイトを直接観察することは困難であり、これまでは透過電子顕微鏡観察による炭窒化物/鉄母相の総界面積と水素吸蔵量と関係から間接的に確かめられてきた。しかし、最近になって中性子小角散乱測定によりトラップされた水素を検出できることがわかってきた。本研究では界面にトラップされた水素についてより定量的な議論を行うべく、鉄とTiNとの多層膜を作製し、人工的な窒化物/鉄界面を作製、そこに水素を吸蔵させることで中性子反射率法により水素のトラップ状態を検討することを目的とした。

2. 実験方法

中性子反射率測定はJRR-3冷中性子源のSUIRENを利用して測定を行った。作成した試料は10nmの鉄層と10nmのTiN層を交互にそれぞれ20層重ねた多層膜を200nm程度のアンダーレイヤーをひいたSi基板上に作製した。作製条件を揃えた試料を複数用意し、電解チャージにより水素を導入した試料と製膜ままの2試料を測定し、両者を比較した。チャージした水素は軽水素である。多層膜に鉄層が強磁性相であるために測定は偏極中性子を用い、磁場中で行い、スピンドリッパー-on/offの両条件で行った。

3. 実験結果

図1に測定結果を示す。青が水素チャージを行った多層膜、赤が製膜ままの試料である。両者には明確な差異が認められた。0.04 \AA^{-1} 以下の領域の差は水素の含有による試料の屈折率変化を反映した全反射角の変化であり、水素チャージにより軽水素原子が多層膜中に存在していることを示している。一方、0.04 \AA^{-1} 以上の領域には多層膜構造の周期性を反映したピークが出現する。今後はこのピーク位置が軽水素の吸収によるものか多層膜試料の作製バッチの差によるものかを検証する必要がある。このため、脱水素処理を行い、改めて同一条件の測定を行う計画である。

4. まとめ

現在、製膜時のデザインパラメータを用いて得られた反射率プロファイルを再現すべく解析を進めている。水素チャージの有無でかなり大きなプロファイルの差が観測できたため、中性子反射率測定は鉄鋼材料中の水素の存在状態を模擬的に検討する有力な手法となることが確かめられた。実際に水素のトラップ状態を議論するためにはX線反射率のデータとの比較、脱水素処理を行った後での中性子反射率の測定等が今後必要となると考えられる。

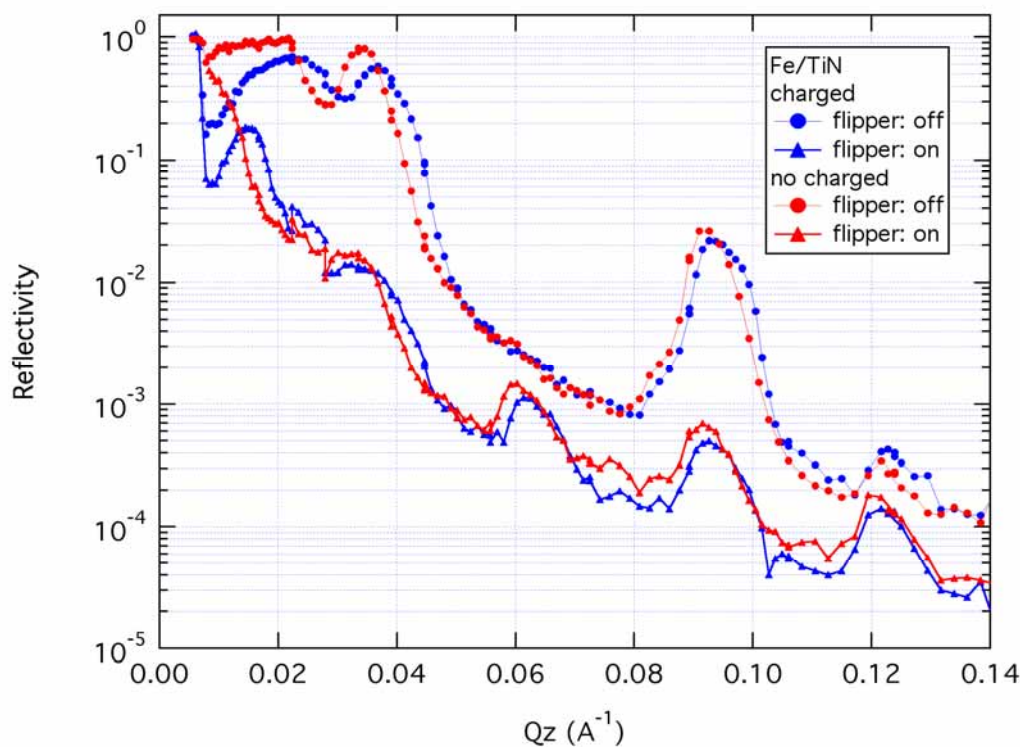


図1 図1 Fe/TiN多層膜の中性子反射率プロファイル
 青：水素チャージ試料（○：偏極フリッパー-off、△：偏極フリッパー-on）
 赤：製膜まま試料（○：偏極フリッパー-off、△：偏極フリッパー-on）