

磁界励起活性化イオンプレーティング法により形成した c-BN 膜の水素透過特性 Hydrogen permeation property of c-BN films prepared by Magnetically Enhanced Plasma Ion Plating (MEP-IP)

神港精機¹, 兵庫県立工業技術センター², 電気通信大学³ ○野間 正男¹, 山下 満², 田村 元紀³
SHINKO SEIKI. Co., LTD.¹, Hyogo Prefectural Institute of Technology²,
The University of Electro-Communications³
○Masao Noma¹, Michiru Yamashita², Motonori Tamura³
E-mail: m-noma@shinko-seiki.com

1. はじめに

燃料電池車の普及のために必要な水素ステーションには、最大 70MPa 級水素ガス圧力で使用される大型複合蓄圧器、ディスペンサー、バルブが使用される予定である。また、分子量の小さい水素は金属を透過する物理特性を持つ。このために、高圧環境下において水素がステンレス容器や配管等の材料へ浸入することによって、部品の強度を脆くする水素脆化を引き起こすことが危惧されている。このために、ステンレス部品に対して、有効な水素ガス透過防止方法の開発が望まれている。

我々のグループは、磁界励起活性化イオンプレーティング法(MEP-IP)によりステンレス上に c-BN 膜をコーティングすることで水素ガス透過防止効果が得られるかについて検討を行ったので結果を報告する。

2. c-BN 膜の酸化雰囲気での耐熱性

水素ガス透過特性は、300,400,500°C 温度の差圧ガス測定法で測定する。試験薄膜が 500°C 以上の温度で表面反応、面粗度の変化を確認するために、c-BN, CrN, TiN 膜について大気下の誘導加熱装置を用いて、300⇔700°C 30 回の加熱実験を行った。図 1 に未加熱時の母材 SKD61 (表面)、および、加熱後の c-BN, CrN, TiN 膜の SEM 像を示す。TiN と CrN は、1 サイクル目の加熱工程の途中に N が抜けたために生じると考えられる膜色の変化を生じ、30 回加熱後の表面には酸化物の析出による粒状物質が確認された。一方、c-BN 膜では 30 回加熱後の表面には変化がみられなかった。c-BN 膜は、高温で安定な薄膜と考えられる。

3. c-BN 成膜法

MEP-IP 法により c-BN 膜が生成する条件は、アノード電流(I_a) 30 A、基板バイアス -120 V、導入ガス Ar/N₂= 60/55 sccm である¹⁻⁴。ホウ素は、99.9%のホウ素を用い、電子ビーム蒸発により蒸発させた。BN 膜の成膜速度は、0.75 μm/hr に設定し、膜厚は 1.5 μm 成膜とした。基板は、φ 35×0.1mm の SUS316L 基板を用いた。基板と c-BN 膜の中間層として SiC 薄膜を用いた。

4. 結果及び考察

水素透過測定は、試料を 300、400、500°C の温度に加熱した状態で、400kPa の水素ガスを導入した差圧ガス測定法を用いた。500°C における水素透過率は、基板材 SUS316L が 1.6^{-14} mol / (m·s·Pa)、c-BN コート試料が 1.2^{-16} mol / (m·s·Pa) であった。c-BN コート試料はノンコート SUS316L 試料に対して 2 桁の水素ガスバリア効果の向上が確認できた。

5. おわりに

MEP-IP 法により作製された c-BN 膜の水素透過防止効果は、BN 膜中の水素の挙動が他膜と異なることが考えられる。今後、このメカニズムについても検討したい。

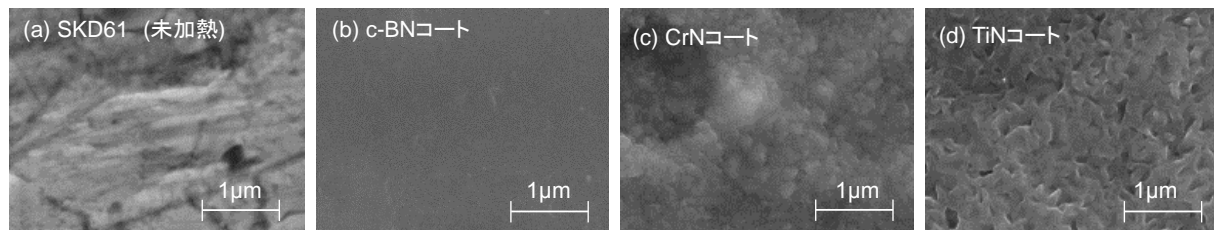


図1 300⇔700°C 30回繰り返し加熱後のSEMによる表面観察

参考文献

- 1) C. B. Samantaray and R. N. Singh: Int. Mat. Rev. **50**,313 (2005).
- 2) 野間ら：2009 年応用物理学会秋季大会 9p-F-3.
- 3) M. Noma: J. Vac. Soc. Jpn. **53** (2010) 765.
- 4) M. Noma *et al.*: Proc. of the Dry Process Symposium, p. 39 (2013).