

核反応分析法を用いた金属水素化物薄膜内の水素量深さ分布解析

Depth profiling of hydrogen in metal hydride thin films using nuclear reaction analysis

東工大物質理工¹, 東大生産研², 東北大AIMR³, 東北大金研⁴

清水亮太¹, 笹原悠輝¹, 小倉正平², 大口裕之³, 折茂慎一^{3,4}, 福谷克之², 一杉太郎¹

Tokyo Tech¹, Univ. Tokyo,² Tohoku Univ.^{3,4}

©R. Shimizu¹, Y. Sasahara¹, S. Ogura², H. Oguchi³, S. Orimo^{3,4}, K. Fukutani², and T. Hitosugi¹

E-mail: shimizu.r.af@m.titech.ac.jp

[序]: 金属水素化物は高温超伝導[1]を初めとした興味深い物性を発現することから、エレクトロニクスへの応用が期待されている。水素化物の物性はH量に大きく依存するため、薄膜内水素の定量と深さ分布解析は重要な課題である。粉体等のバルク内水素の定量手法としては、加熱分解時の重量変化や質量分析による定量が一般的であるが、薄膜への適用は難しい。その理由として、薄膜では重量・体積が小さく検出自体が難しいこと、膜厚・形状と密度を仮定して算出される金属カチオン量も大きな誤差を内包しており、最終的な組成誤差が大きくなることが挙げられる。また、重量に依拠した定量では薄膜内平均値しか得られず、深さ方向の分布は不明である。そこで本研究では、軽い元素の深さ分布解析が可能な核反応分析法(NRA)に着目した[2]。これまでNRAを金属水素化物薄膜に適用した例は少ないため、その適用性を検討した。

[実験]: NRA測定用のサンプルとして、MgO(100)基板上に膜厚100 nmのTiH_x薄膜を反応性マグネトロンスパッタ法で作製した[3]。X線回折による構造評価を行い、(100)配向したTiH_{2-δ}相のエピタキシャル成長を確認している。作製後の薄膜は大気を介してNRA測定装置へ搬送した。NRAには、6.385 MeVに共鳴をもつ¹⁵N + ¹H → ¹²C + α + γ(4.43 MeV)の核反応を用いた。照射する¹⁵Nイオンビームのエネルギーを共鳴エネルギー近傍で変化させてγ線を計数し、薄膜内H量の深さ分布を算出した[2]。

[結果]: Figure 1にNRA測定で得られたTiH_x薄膜におけるH量の深さプロファイルを示す。このプロファイル形状から、表面近傍でのH過剰/欠乏がなく急峻に立ち上がっており、膜内ではHが均一に分布していることがわかった。続いて、H量をTiおよびHの阻止能を用いて定量したところ、膜内平均値として $x = 1.89 \pm 0.07$ の値を得た。ストイキオメトリである $x = 2$ とコンシステントであり、膜内に水素が十分取り込まれていることを確認できた。また、シグナルの立上り/立下りから見積もられる膜厚は~93 nmであり、段差計によって事前に得ていた~100 nmと良い一致を示した。このように、金属水素化物薄膜においても、NRA測定を用いたH量の深さ分布解析が可能であることを実証した。

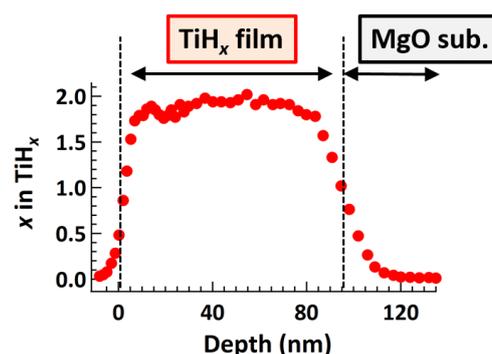


Figure 1: Depth profile of hydrogen in TiH_x thin film evaluated using nuclear reaction analysis (NRA).

参考文献

[1]: Drozdov *et al.*, *Nature*, **525**, 73 (2015).

[2]: Wilde and Fukutani, *Surf. Sci. Rep.* **69**, 196 (2014).

[3]: 清水 他, 第 77 回応用物理学会秋季学術講演会, 14p-A37-9 (2016).