

化合物合金中への重イオン照射による 微細構造変化とアモルファス化



Osaka Prefecture
University

大阪府立大学大学院 工学研究科
堀 史説

共同研究者

石川法人、喜多村茜(原子力基礎工学研究センター)

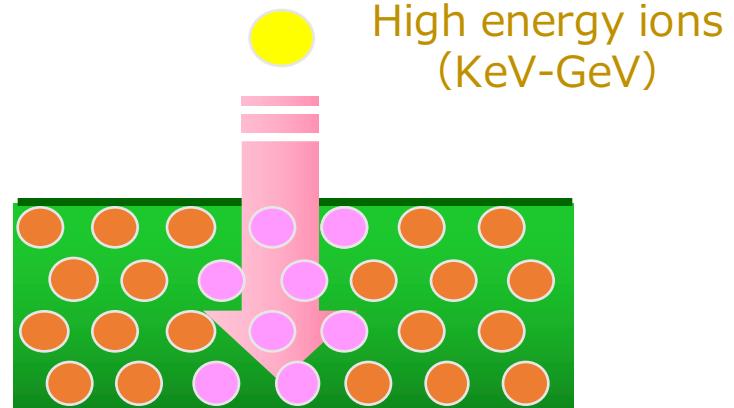
松井利之、岩瀬彰宏(大阪府立大学)

大学院生:鷹野陽弘、杉田健人、山田智子ほか(大阪府立大)

研究背景 -材料プロセシング-

＜従来の材料プロセシング法＞

- 熱処理
- 機械的加工
→ 材料に熱エネルギーやひずみエネルギーを与える



＜粒子線照射によるプロセシング＞

- 局所的エネルギー付与
→ ビームの当たった周辺にのみ大きな密度のエネルギーを与える



- ・ 高密度高エネルギー状態
- ・ 非平衡相の凍結

照射実験

線種	電子	電子	H	He	C	Ar, Xe, Kr	Ni, Au	Al, Fe, Ni, I	Au
エネルギー	0.5–2MeV	8–32MeV	20keV –1.5MeV	180keV –10MeV	7MeV	2.5MeV –200MeV	100MeV –200MeV	20keV –18MeV	2.25GeV
照射量(/cm ²)	10 ¹⁷ ~10 ¹⁸	10 ¹⁷ ~10 ¹⁸	10 ¹⁵	10 ¹⁵ ~10 ¹⁶	10 ¹⁵	10 ¹¹ ~10 ¹⁴	10 ¹¹ ~10 ¹⁴	10 ¹¹ ~10 ¹²	10 ¹¹ ~10 ¹²
温度	室温	77K–室温	室温	室温	室温	室温	室温	室温	室温
施設	*1, 5	*2	*1, 3	*1, 3	*4	*4, 5	*5	*4	*6

*1 量子応用科学研究開発機構高崎量子応用研究所

*2 京都大学原子炉実験所 LINAC

*3 若狭湾エネルギー研究センター

*4 日本原子力研究開発機構東海研究所

*5 大阪府立大学放射線研究センター

*6 Germany's Heavy-Ion Nuclear Physics Laboratory UNILAC

-材料プロセシング-

粒子線照射による材料改質法

析出型

熱時効と同様にマトリクス中に析出物を形成させる
不純物を注入して合金化、析出を形成させる

格子欠陥型

照射領域に格子欠陥を導入し材料特性を変える

構造相転移型

照射領域のみ非平衡相を誘起し材料特性を変える

アモルファス化型

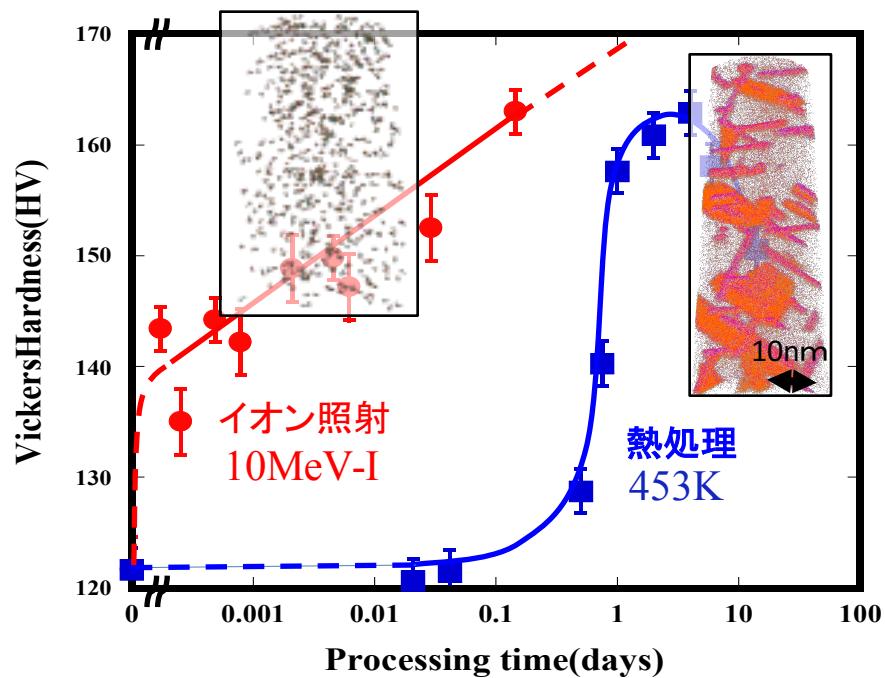
構造相転移と類似だが、非晶質は通常の合金では出現しにくい



機械的特性、磁気的特性、電気的特性など

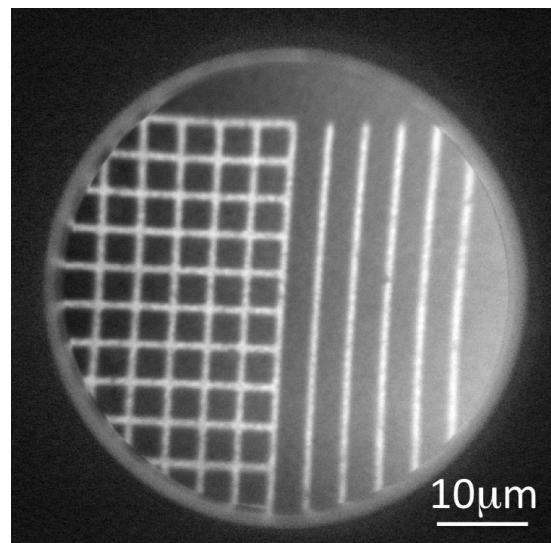
粒子線照射による表面改質例

Al合金への重イオン照射による硬度制御
[析出型]



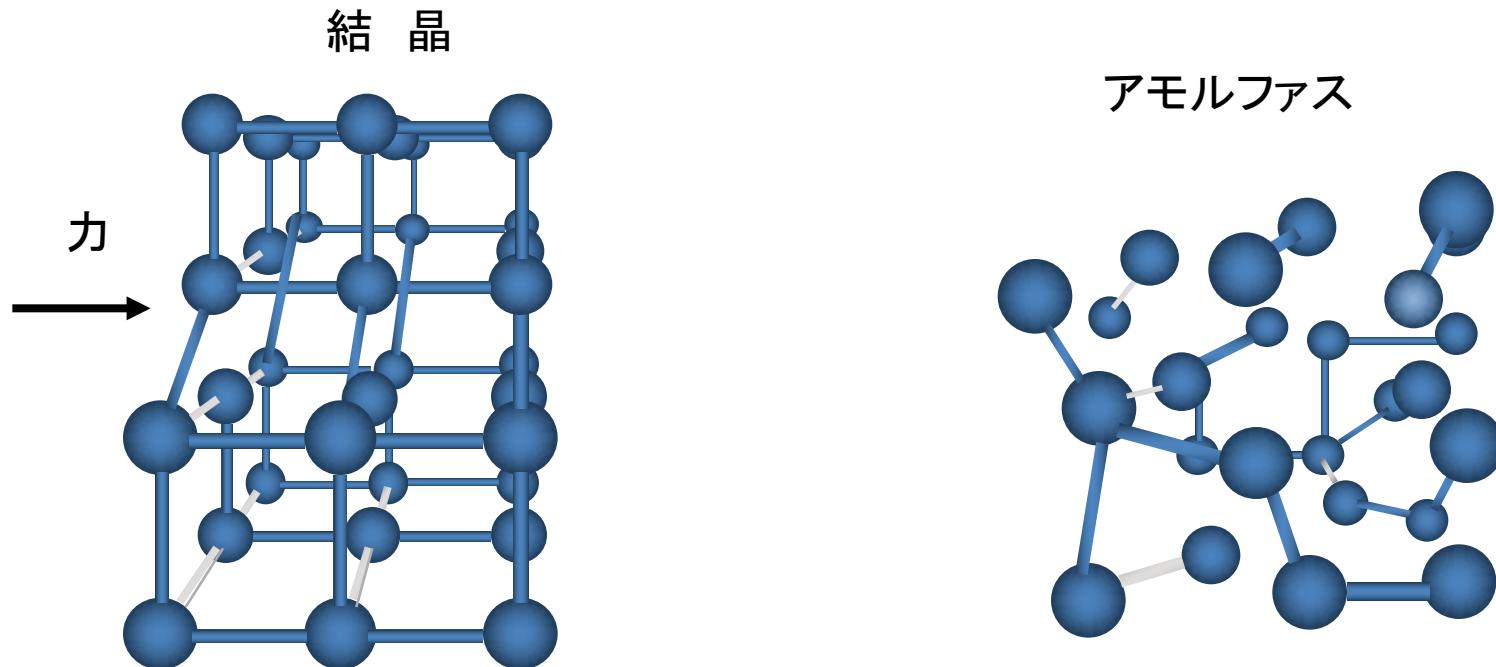
Al-Cu-Mg合金中で熱処理で成長する析出物と照射で生成する析出物との違いが強度に大きく影響する

FeRh合金へのイオン照射による磁性制御 [格子欠陥型]



FeRh合金にマイクロイオンビーム照射した領域のみ磁性が変化(磁気力顕微鏡像)

結晶とアモルファス

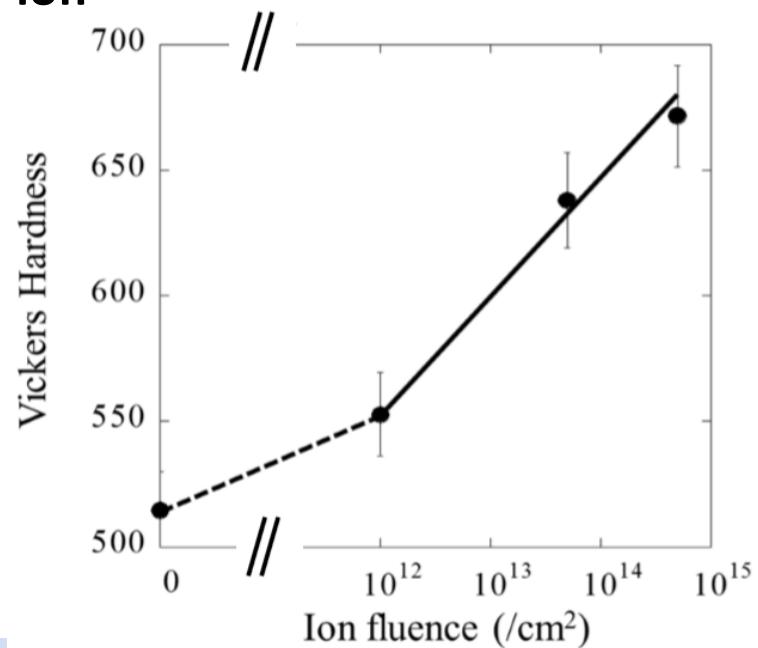
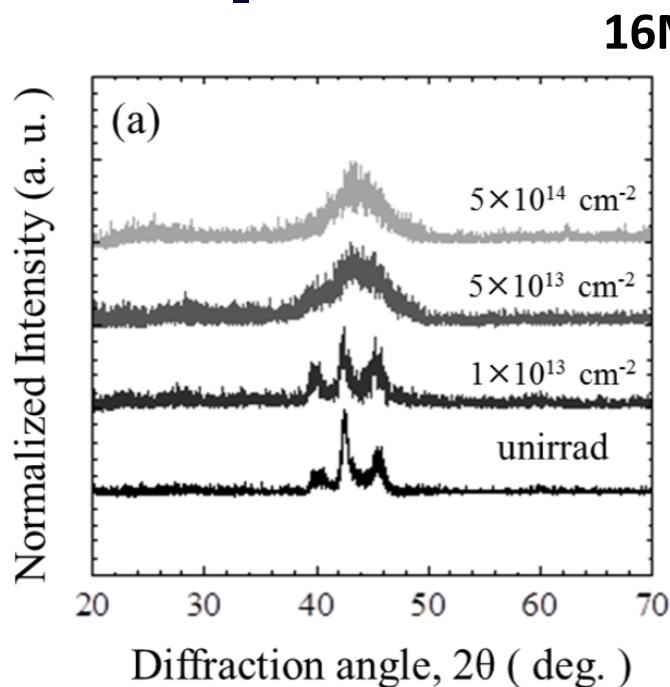
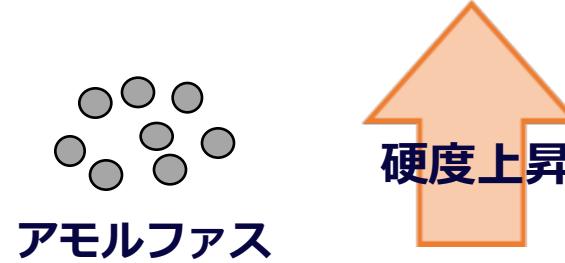
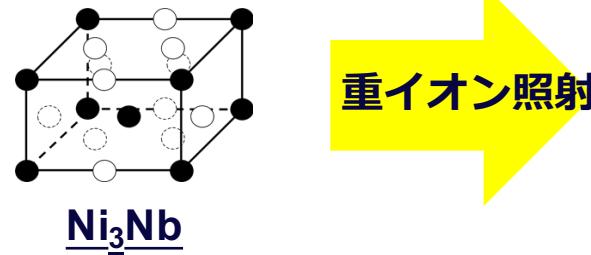


アモルファスは、高強度、低電気伝導、軟磁性

研究背景

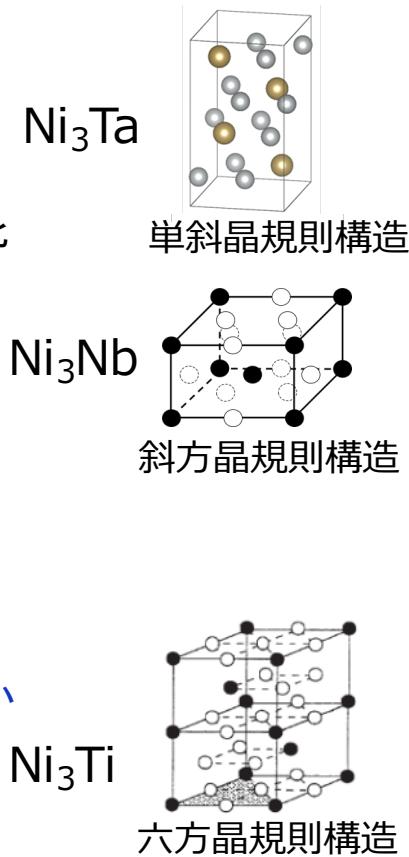
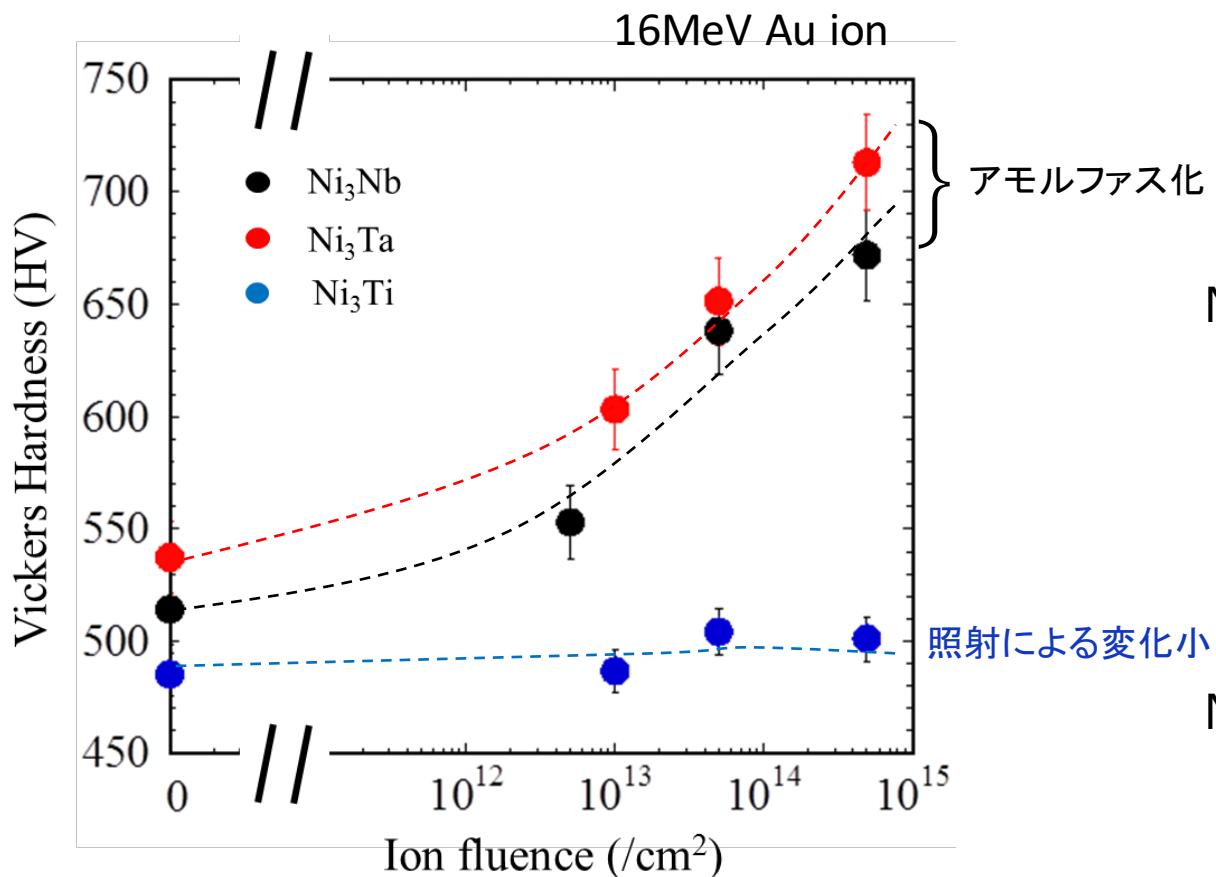
[アモルファス化]

化合物合金(Ni基金属間化合物)



化合物合金の照射硬化の合金種依存性

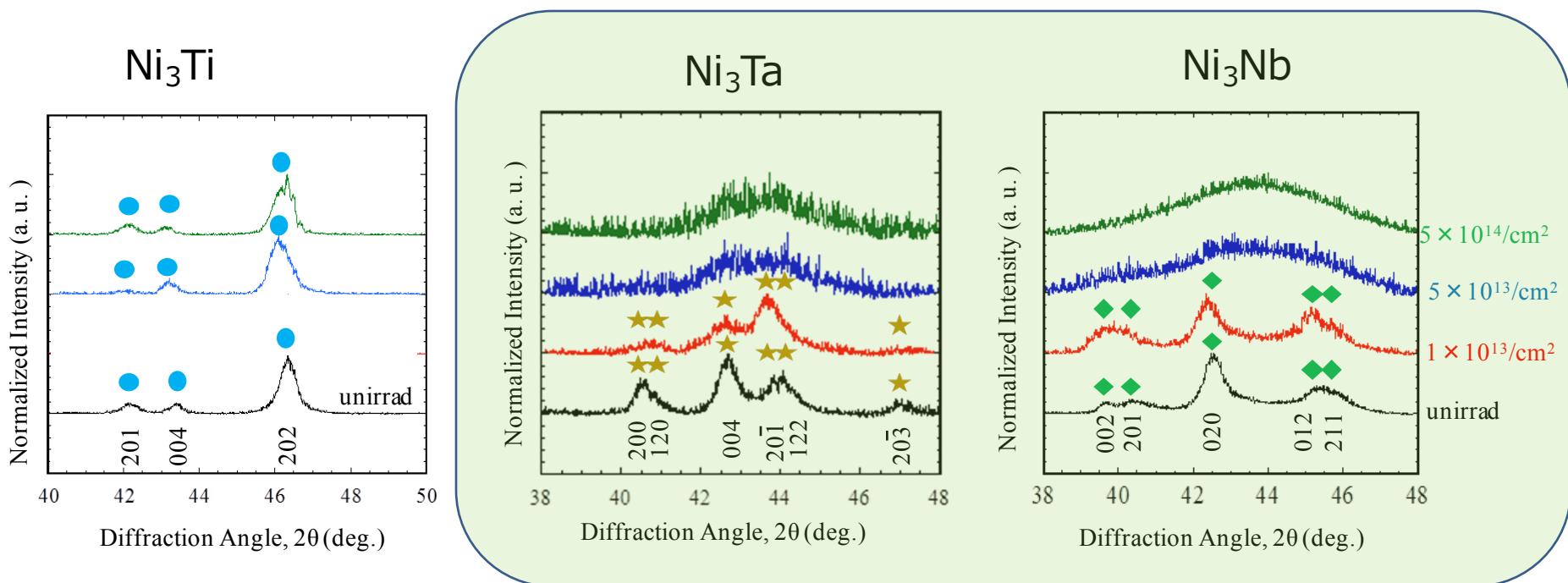
照射硬化とアモルファス化との相関



化合物合金の規則相-不規則相の関係性

これまでの成果

アモルファス化の合金種依存性



硬度変化なし

硬度上昇

アモルファス化 → 硬度上昇

照射誘起アモルファス化の統一的な見解はまとまっていない

急冷による化合物合金のアモルファス化

アモルファス化し易い条件とは？

アモルファス合金生成の経験則

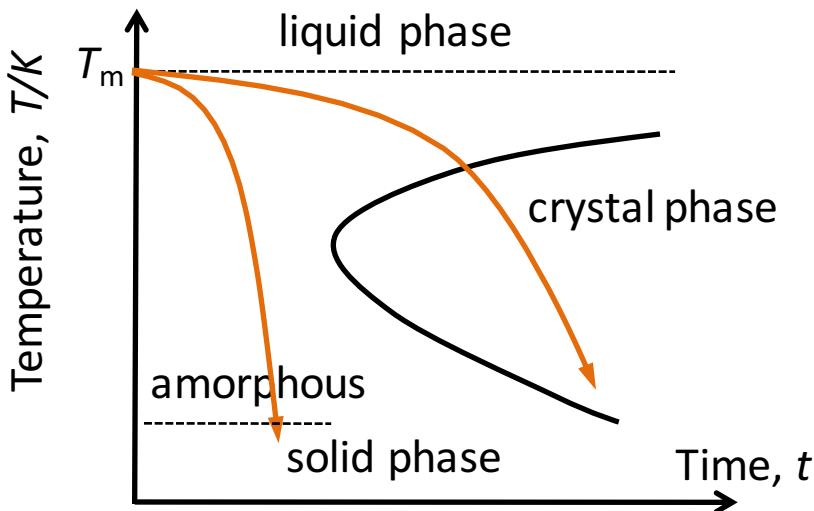
- 多元系(3種類以上の元素からなる)であること
- 各成分元素の原子寸法比が互いに12%以上異なること
- 各成分元素が互いに負の混合熱を持つ



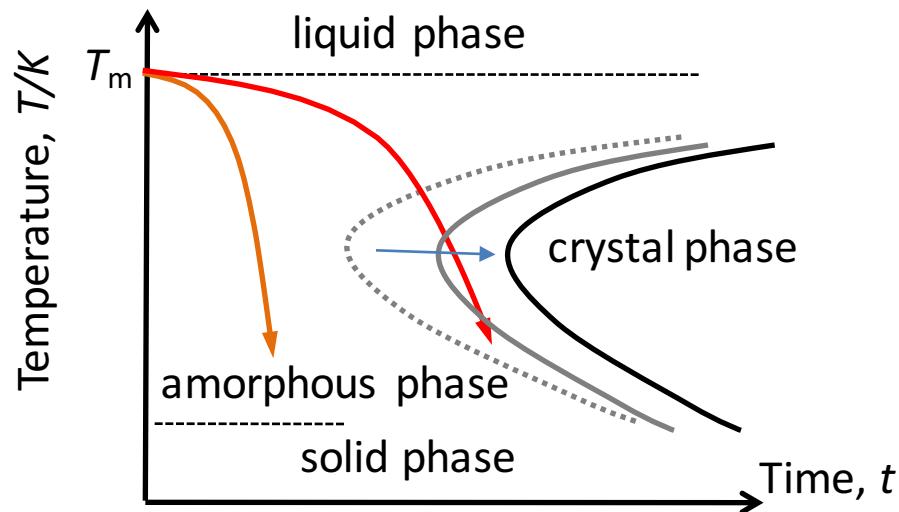
急冷で作成したアモルファス合金

その真偽は未解明

TTT線図

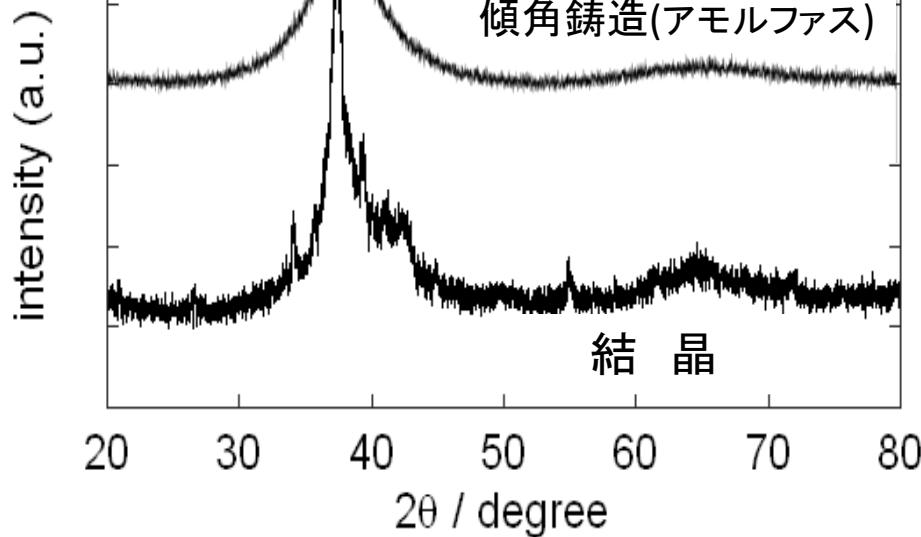


アモルファス化し易い合金



ガラス形成能の高い合金での照射効果

$Zr_{50}Cu_{40}Al_{10}$ 約670Kまでアモルファスが安定



アモルファス化しやすい合金系
複相組織



どのように変化するのか？

ポイント

バルクのZr基金属間化合物への重イオン照射による
照射変化機構や、硬度制御に対する知見を得る。

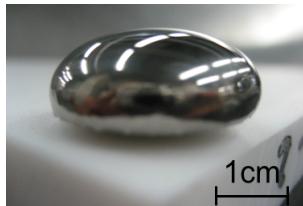
着目点

- ・Ni基合金に比べてアモルファス化し易いのか
- ・照射による組織変化と力学特性との相関

実験方法

試 料

0.5mm x 8mm φ disc



➤組成:



➤形状: ディスク状に切り出し
(0.5mm × 8mm φ)

粒子線照射

<u>線種</u>	Xe ¹⁴⁺	Au ¹⁴⁺
<u>エネルギー</u>	200MeV	200MeV
<u>温度</u>	RT	RT
<u>照射量(/cm²)</u>	$1 \times 10^{14}, 5 \times 10^{14}, 1 \times 10^{15}$	1×10^{14}
<u>照射施設</u>	タンデム加速器(JAEA東海)	タンデム加速器(JAEA東海)

実験方法

測定手法

空孔の挙動

- ・陽電子寿命測定

陽電子源 ^{22}Na

カウント数 10^6count

- ・同時計数ドップラー拡がり測定

陽電子源 ^{22}Na

カウント数 10^7count

構造変化

- ・X線回折測定

X線源 Cu-K α

スキャン角度 $20^\circ \sim 80^\circ$

- ・広域X線吸収微細構造測定

蛍光法

吸収端 Cu-K

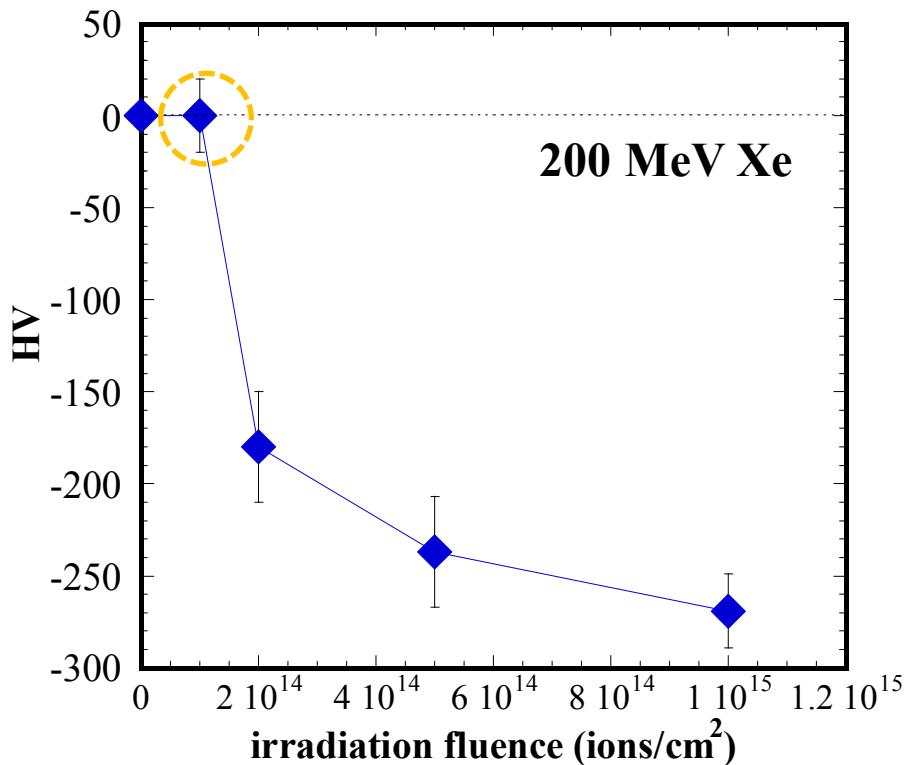
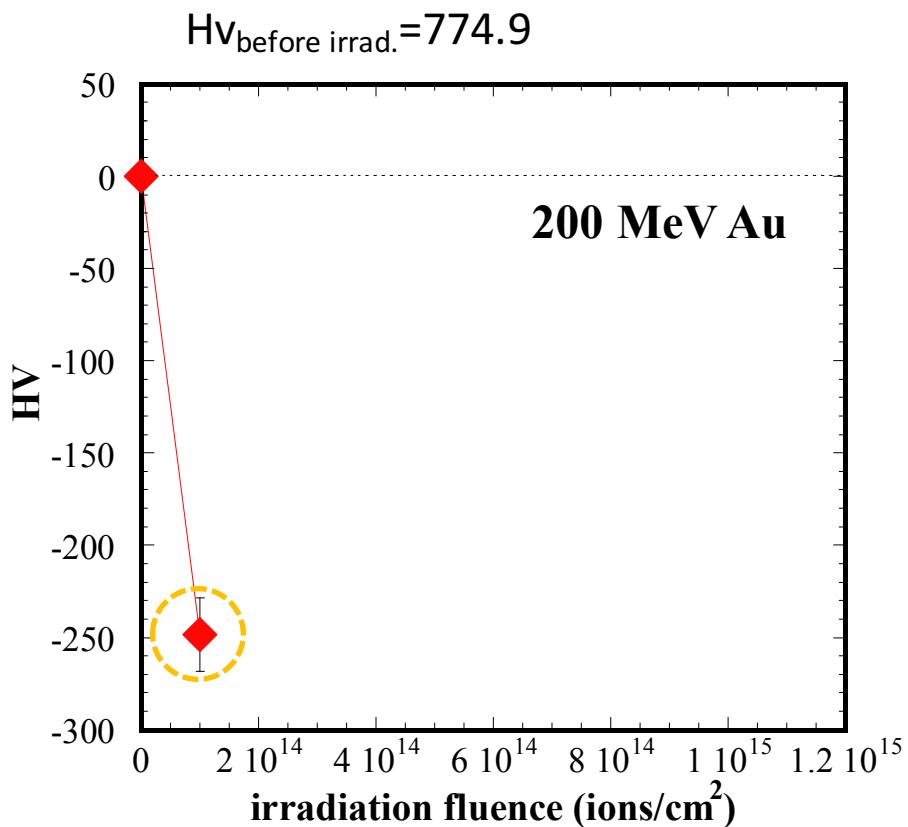
機械的特性

- ・マイクロビックカース硬さ測定

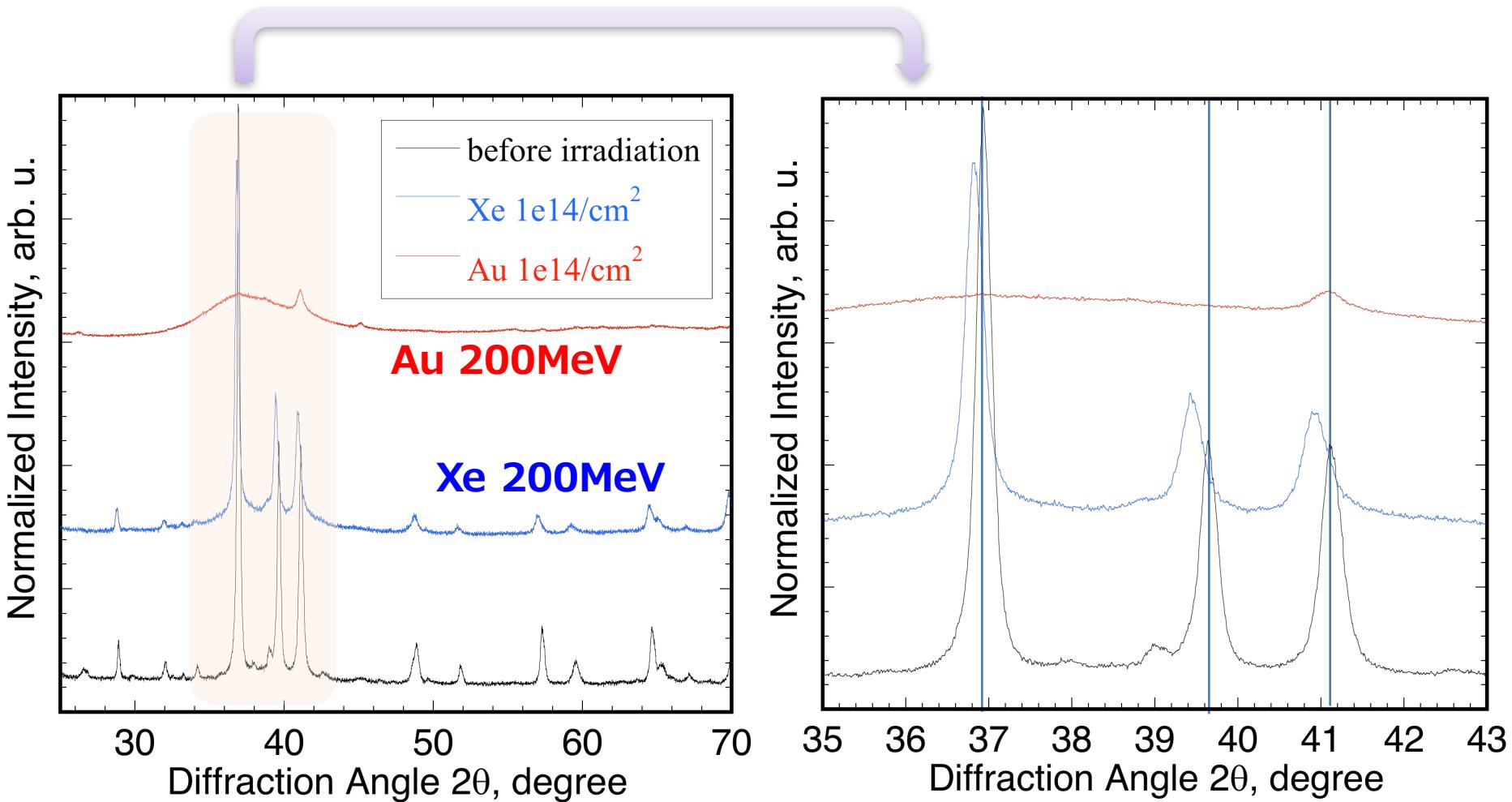
試験荷重 10gf

保持時間 10s

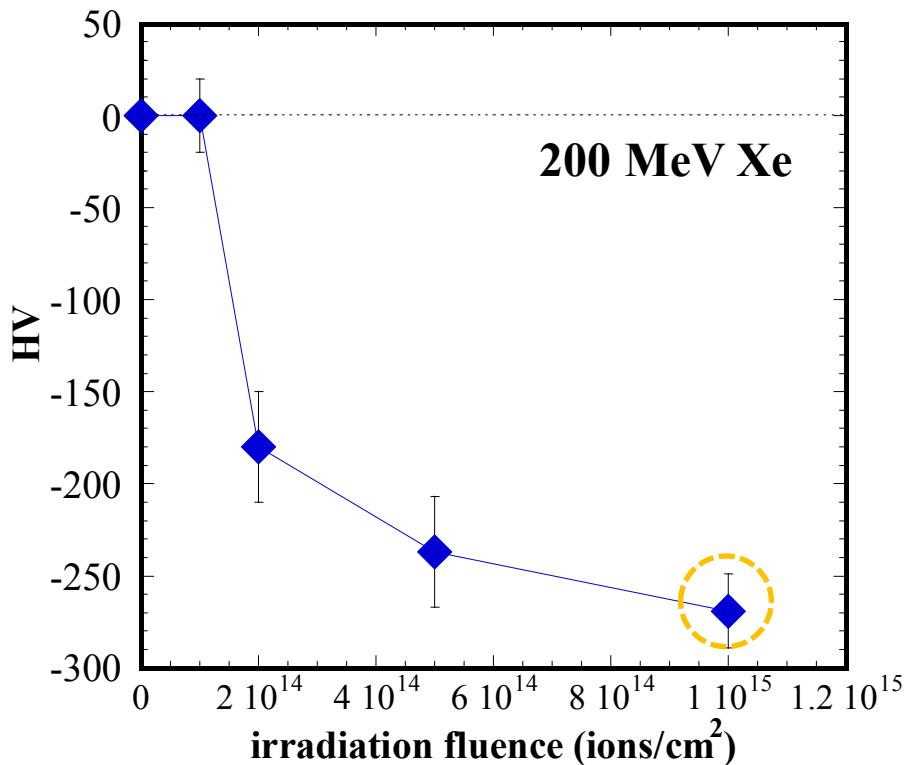
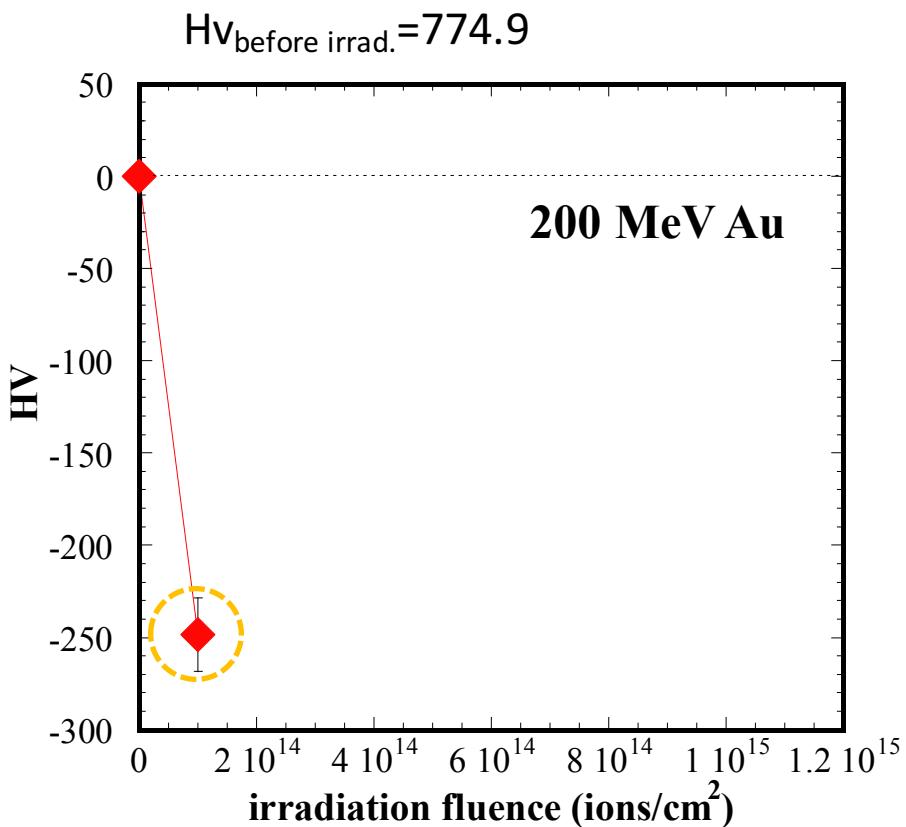
実験結果 ビッカース硬さ



X線回折測定 -重イオン照射-

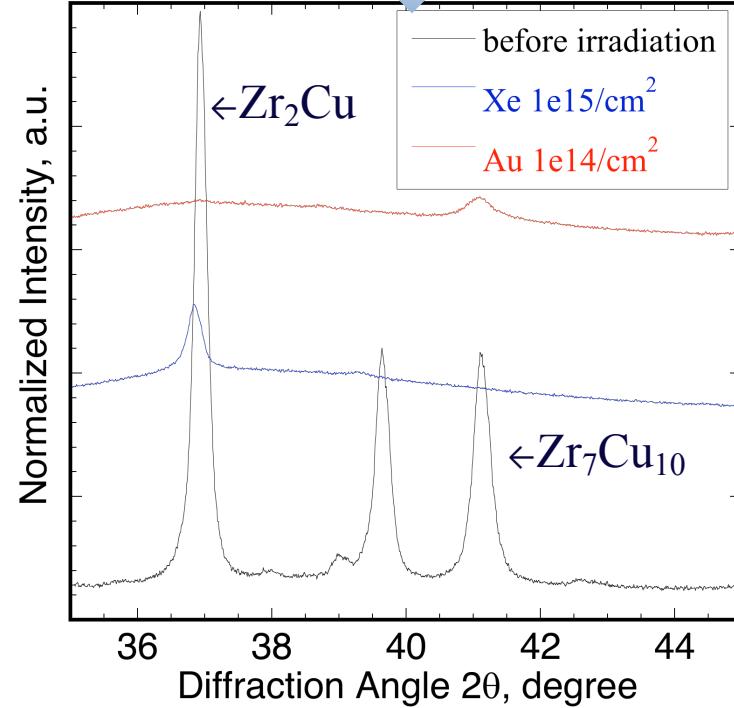
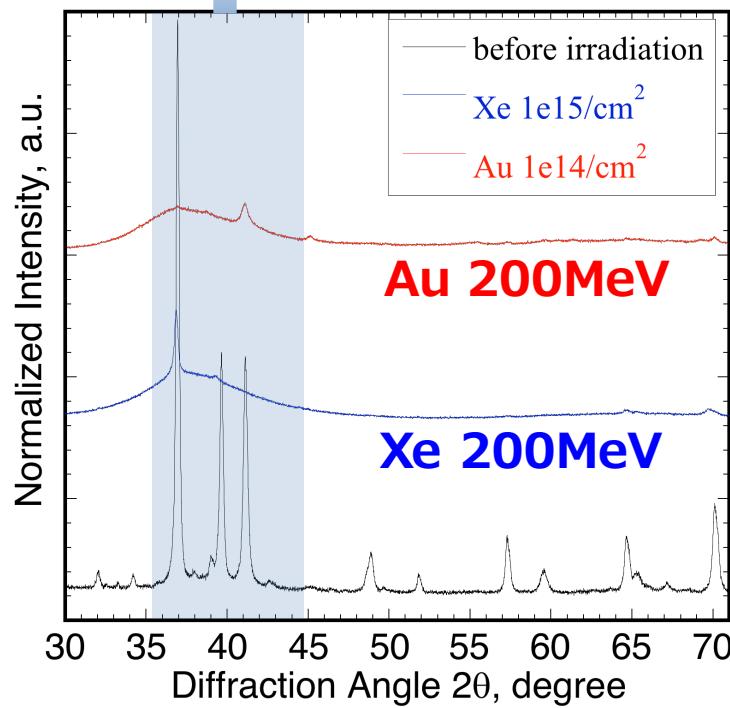


ビッカース硬さ



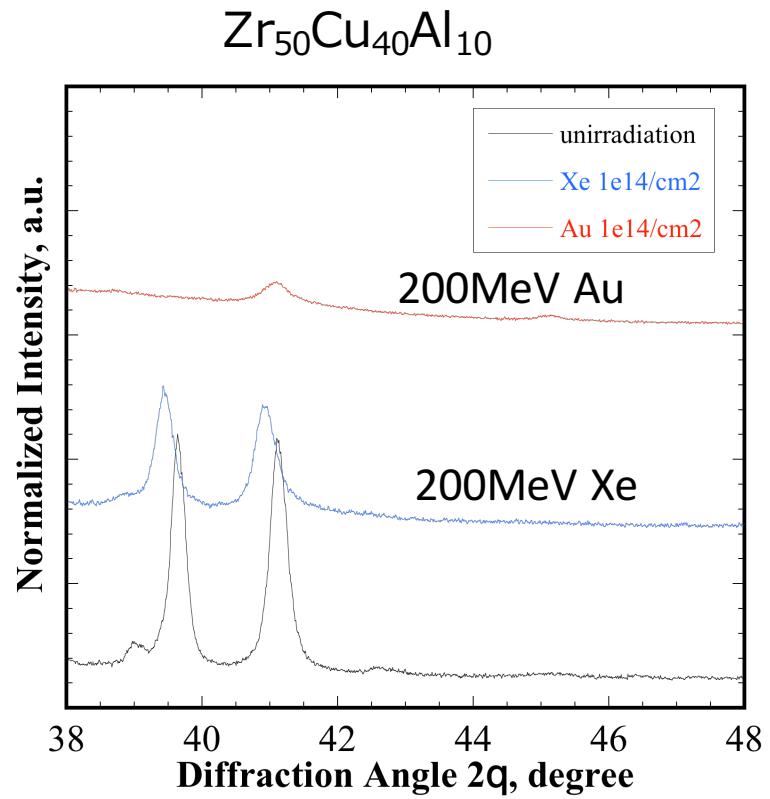
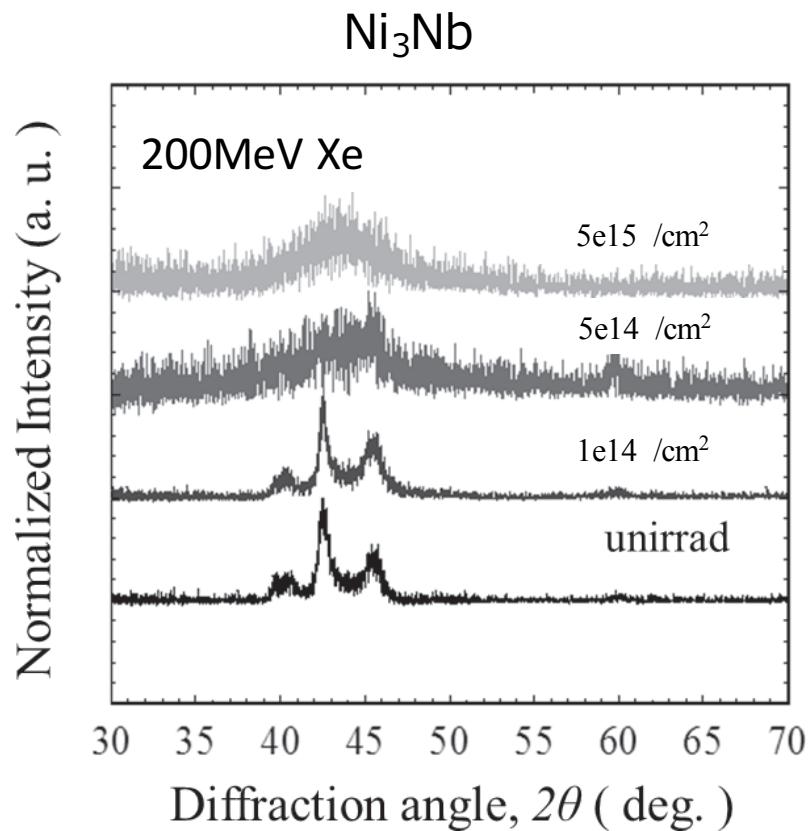
同じビックカース硬さでのXRDの比較

Ni₃Nbとの比較

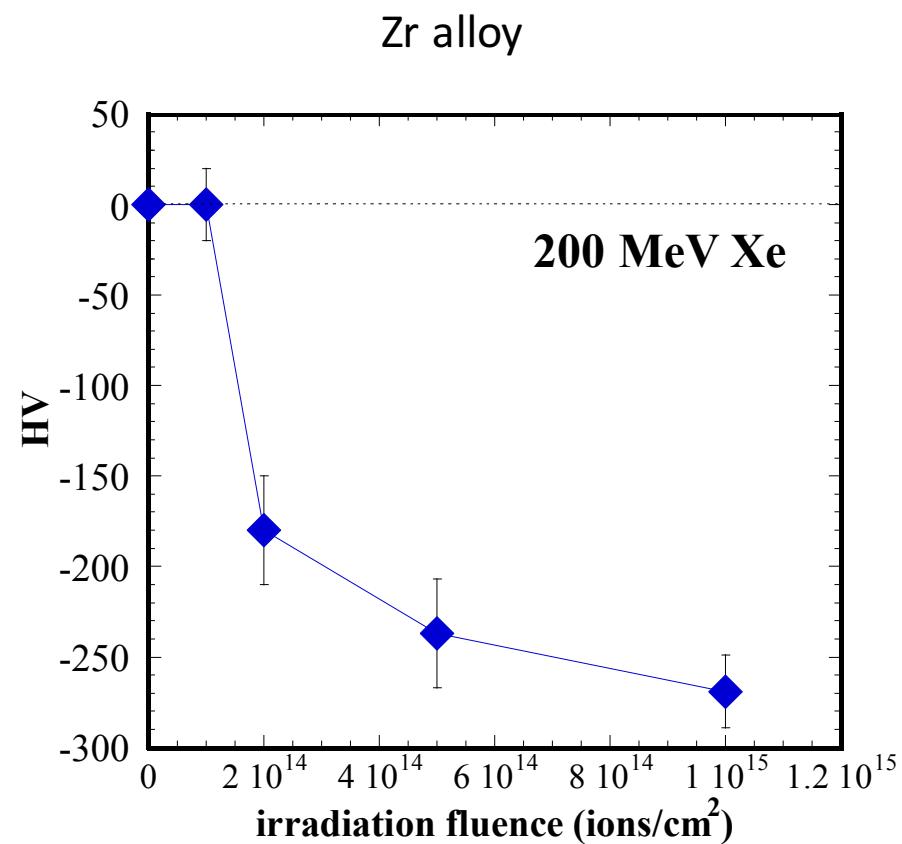
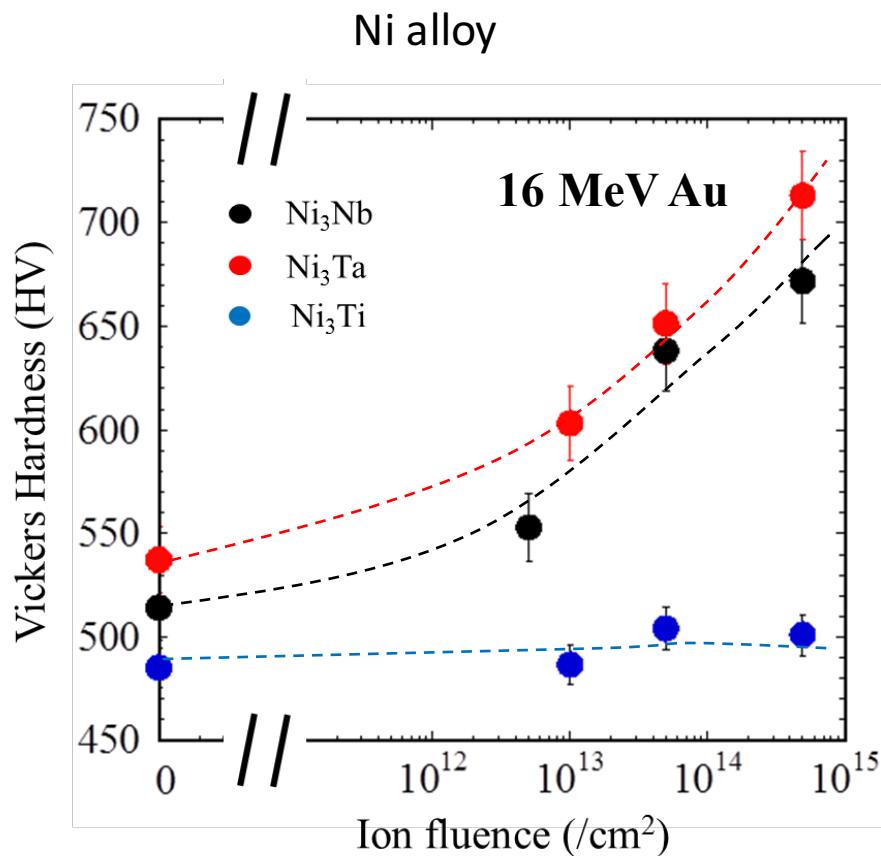


結晶相によって照射効果が異なっている

Ni₃Nbとの比較



照射効果の合金種依存性



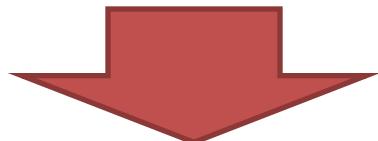
照射による硬さ変化が真逆

陽電子寿命測定

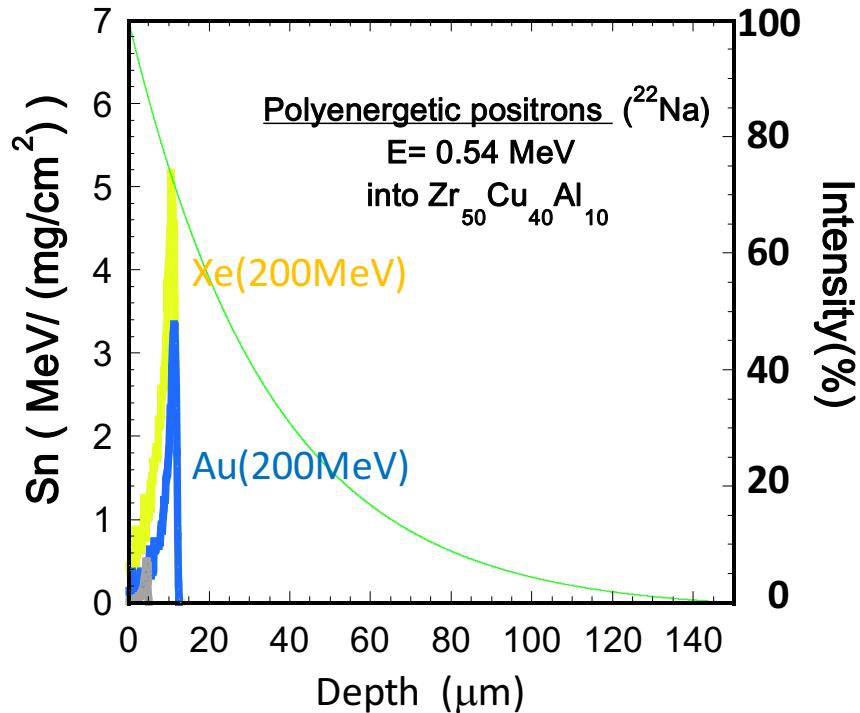
200 MeV Xe $1 \times 10^{14} / \text{cm}^2$

試料	陽電子寿命(ps)
未照射	154
Xe 200MeV	175
Au 200MeV	175

陽電子寿命値の増加



空孔型欠陥



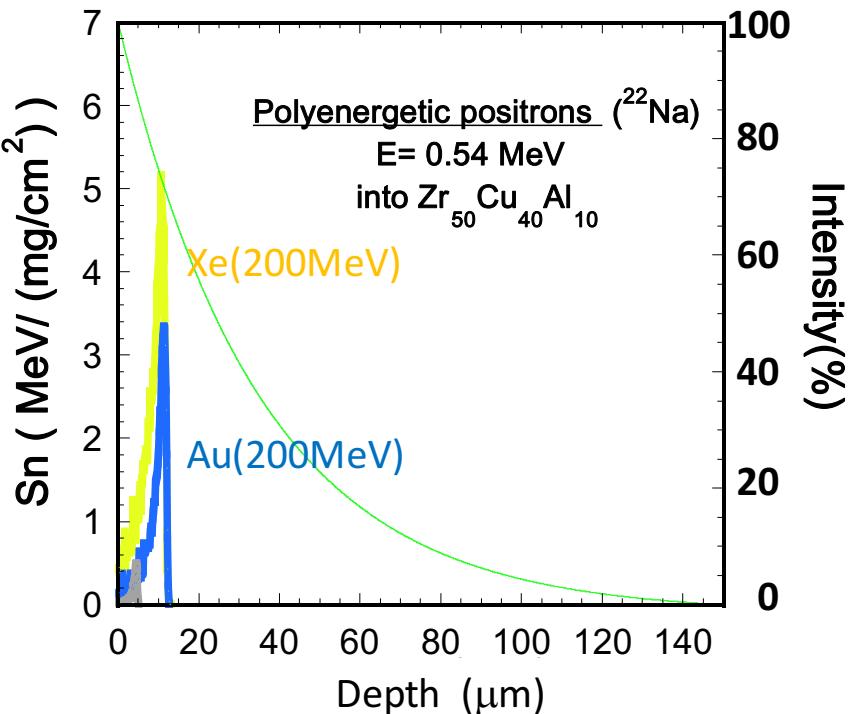
欠陥は陽電子消滅する領域で均一ではない

陽電子寿命測定 -各種イオン照射後-

~140μm(陽電子の飛程)

損傷領域 未照射領域

~12.9μm



侵入深さの割合のみで実際の空孔を考察

陽電子寿命の実測平均値を τ 、
照射領域の平均値を x_2 とする

$$x_2 \times I_2 + \tau_1 \times I_1 = \tau$$

結晶バルク寿命値: $\tau_1 = 154$ ps

$$1 \times 10^{14} / \text{cm}^2$$

$$I_1 = 79\%, I_1 + I_2 = 100\%$$

$$\tau = 175 \text{ ps}$$

$$x_2 = 221 \text{ ps}$$

$$1 \times 10^{15} / \text{cm}^2$$

$$I_1 = 79\%, I_1 + I_2 = 100\%$$

$$\tau = 179 \text{ ps}$$

$$x_2 = 273 \text{ ps}$$

陽電子寿命 -未照射-

Zr₅₀Cu₄₀Al₁₀合金 (実測値)

試 料	陽電子寿命(ps)
結 晶	154
アモルファス	166

参照値

試 料	陽電子寿命(ps)
Zr (hcp)※	159
Cu (fcc)※	106
Cu (fcc)の 单一空孔※	155
Al (fcc)※	166

ま と め

- ・Zr基合金(アモルファス化やすい)においても重イオン照射によってアモルファス化が観察された
- ・Zr基合金ではアモルファス化による機械的強度減少(硬さの低下)が見られ、他の合金とは異なる結果が得られた
- ・アモルファス化過程で多量の空隙(空孔)が蓄積されていた
→必ずしも急冷法で生成するアモルファスとは同じでない状態の可能性がある
- ・結晶相によって照射効果による変化は一様でない