

純 Ni 単結晶の蛍光 X 線ホログラムに及ぼす研磨条件と添加元素の影響 Effects of polishing condition and additional element on X-ray fluorescence holograms of pure Ni single crystals

林竜也^{1,*}, 仁木惇平¹, 阿久津展人¹, 山本篤史郎¹

¹宇都宮大学, 〒321-8585 栃木県宇都宮市陽東 7-1-2

Tatsuya HAYASHI^{1,*}, Jumpei NIKI¹, Nobuto AKUTSU¹, Tokujiro YAMAMOTO¹

¹Utsunomiya University, 7-1-2 Yoto, Utsunomiya, Tochigi 321-8585, Japan

1 はじめに

我々の研究グループでは、蛍光 X 線ホログラフィー(X-ray fluorescent holography ; XFH)を用いた高エントロピー合金(High entropy alloys ; HEAs)Al_{0.3}CrFeCoNi の局所構造解析を行っていた。HEAs は、5種類以上の異なる元素をほぼ等原子数ずつ混合し作製した合金で、高強度と高延性を兼ね備えた新材料として注目されている。その機械的特性は結晶中の格子ひずみに起因していると考えられ、蛍光 X 線ホログラム及び原子像の再生を行い、調査した。その結果、時効前後の HEAs の蛍光 X 線ホログラムに差異が見られ、時効後の格子ひずみが減少したホログラムでは、ホログラム中に現れる規則的なパターンである菊池線が不明瞭になるという結果が得られた。また、表面研磨の条件もホログラム中の菊池線に影響を与えることも分かった。そこで、純 Ni 単結晶の表面研磨条件を変えたもの、Pd を 10at.%添加し、格子ひずみを導入した Ni-10Pd 合金の蛍光 X 線ホログラムを測定し、両者を良好な研磨条件の純 Ni ホログラムと比較することで、研磨条件および添加元素の影響を調査した。

2 実験

純 Ni 単結晶試料、Ni-10Pd 合金単結晶試料を Ar アーク溶解で作製し、測定用試料とした。試料の断面をラウエカメラで撮影して結晶方位を確認し、断面が(1 1 1)面となるよう切断した。純 Ni は、試料表面をエメリー紙#2000 で機械研磨を行ったものと、エメリー紙#2000 での研磨の後ダイヤモンド砥粒 3 μ m で機械研磨を行った後電解研磨を行った試料を準備した。Ni-10Pd 合金は、電解研磨を同様の手順で行った試料を準備した。電解研磨の条件は純 Ni では(14V, -30 $^{\circ}$ C, 90sec), Ni-10Pd では(22V, -30 $^{\circ}$ C, 300s)で行った。XFH 実験には放射光施設 Photon Factory の BL-6C を利用した。入射エネルギー 10.0keV で 2 回の測定を行い、2 つのデータを積算したホログラムを作成した。

3 結果および考察

#2000 の機械研磨仕上げの純 Ni 単結晶の蛍光 X 線ホログラムを図 1、電解研磨仕上げの純 Ni 単結晶の

蛍光 X 線ホログラムを図 2、電解研磨仕上げの Ni-10Pd の蛍光 X 線ホログラムを図 3 に示す。

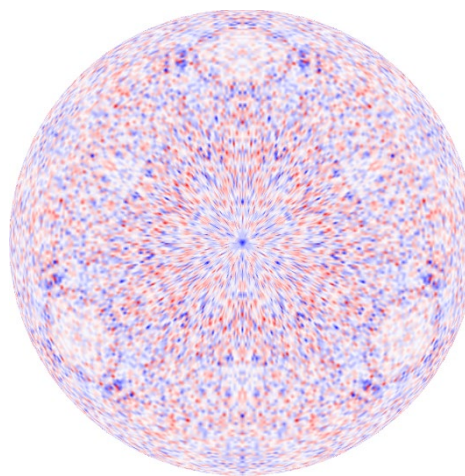


図 1 : 機械研磨仕上げの純 Ni 単結晶の蛍光 X 線ホログラム。

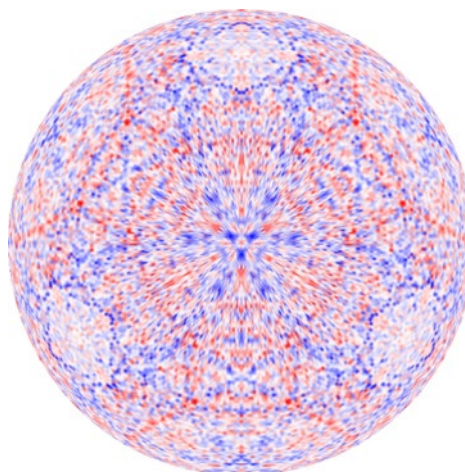


図 2 : 電解研磨仕上げの純 Ni 単結晶の蛍光 X 線ホログラム。

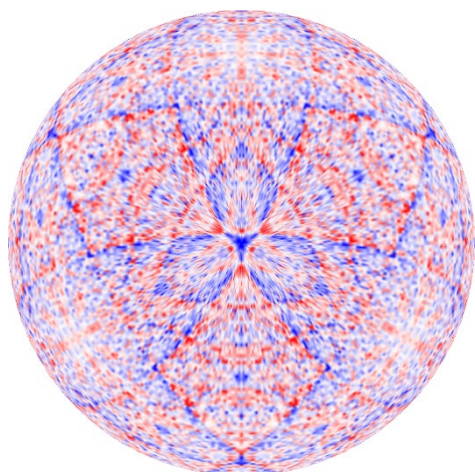


図 3 : 電解研磨仕上げの Ni-10Pd 合金の蛍光 X 線ホログラム.

機械研磨仕上げの純Niのホログラムは、電解研磨仕上げのホログラムと比較して菊池線が不明瞭であった。菊池線は強度の高い部分と低い部分が隣り合ったパターンになり、結晶性が良好である程菊池線の幅が小さくなり、隣り合う菊池線の強度差が大きくなる。機械研磨仕上げの純Niのホログラムは、電解研磨仕上げのホログラムと比較してホログラムの強度差が小さいことから、結晶性が良好でなく、ホログラムの強度が低下していると考えられる。このような結果が得られた原因として、機械研磨によってできた表面の加工層が考えられる。X線が加工層を通過する際、X線の強度は低下する。また、加工層の結晶方位もホログラムに反映されているため、加工層の結晶方位が不均一になっていることが、菊池線が不明瞭になる原因だと考えられる。

次に、NiとNi-10Pdのホログラムの比較を行った。Ni-10Pd合金はNiにNiよりも原子半径の大きいPdを混合させているため、純Niよりも格子ひずみが大きくなり、ホログラムの菊池線は不明瞭になると考えられる。しかし、Ni-10Pd合金のホログラムは、純Niのホログラムと比較して菊池線が明瞭に観察された。

今後の方針として、ロッキングカーブ法などを利用し、Pdを添加したNi-10Pd合金と純Ni単結晶の結晶性を評価し、ホログラムの菊池線が変化した原因を検討する。また、研磨によって形成された加工変質層がホログラムに影響を与えることが判明したが、加工層厚さが不明なため、加工層がどれほどホログラムに影響を与えているかが不明である。そのため、測定に使用した面の断面をSEMやエッチピット法などを用いて観察し、加工層と研磨による影響のないバルク層とを判別することで、加工層の厚さを調査する。