

急冷したAl—<sup>57</sup>Fe合金のメスbauerアースペクトルMössbauer Spectrum of <sup>57</sup>Fe in Quenched Al

市野瀬英喜\*・佐々 紘一\*\*・石田 洋一\*\*・加藤 正夫\*\*

Hideki ICHINOSE, Koichi SASA, Yoichi ISHIDA and Masao KATO

## 1. はじめに

金属材料を高温から急冷したとき過飽和となった原子空孔は、凝集したり、転位や溶質原子と結びついて、材料の諸性質に著しい影響を及ぼすことが知られている。<sup>1)</sup>これら原子空孔の挙動を検出する手段として、もっとも一般的なのは電気抵抗の変化で、回復初期、すなわち空孔の大部分が単独、あるいは、せいぜい複空孔の状態のとき、敏感にその挙動を知らせてくれる。しかし、空孔が多数集合して、いわゆる二次欠陥を形成するようになると感度が低下し、<sup>2)</sup>その欠陥がどのような構造になっているかわからない。メスbauer効果はこの段階にも有用で、不純物としてメスbauer核を選ぶと、空孔や二次欠陥との相互作用を感度良く調べることができる。不純物を<sup>57</sup>Feとしアルミニウム中の相互作用を調べたものとしてはJanotとGibertの報告があるが、<sup>3)</sup>彼らは温度を上げながら測定し、60°C付近で半値巾の増大と二次ドップラーシフトの異常を観察した。ところが、その後Sørensen<sup>4)</sup>らは同様な実験を行ったが、<sup>57</sup>Feに関してはそのような異常現象を見出していない。しかし、ごく低濃度( $2 \times 10^{-8}$ )に<sup>57</sup>Coをドーパした線源実験では、巾拡がりを観察している。そこで、このような現象が、はたして実在するのかしないのか、存在する場合はあるとすればどういふときか、その機構はJanotとGibertが主張するように転位ループが<sup>57</sup>Feのまわりに核形成することに関係しているのかどうか追試してこれらの問題を明らかにしたのがこの報告である。

## 2. 試料の作成とメスbauer測定

純度99.999%のAlに<sup>57</sup>Feを90%に富化したFeを高純度ルボで溶解し、Al—0.01at%<sup>57</sup>Feの合金を作った。圧延と電解研磨によって厚さ100~700μ、面積20×20mm<sup>2</sup>の試料を作り、630°C×3daysの焼鈍を行った。

まず、厚さ700μの試料を氷水中に焼入れた。焼入れには図1に示したようなサンドイッチ形の炉を使用した。焼き入れの急冷速度は約10<sup>4</sup>°C/secであった。焼

き入れ後すばやく液体チッ素中に移しかえ、以後0°Cから40°Cの間隔で20分焼鈍を行い、焼鈍が終るたびに液体チッ素温度でメスbauer測定を行った。(試料I)

次に、試料の厚さを100μとし急冷速度を上げ、空孔の凍結量を増やした。H<sub>2</sub>ガスを通じた炉内で<sup>57</sup>620°Cに加熱し22°Cの水中に急冷して、そのまま20分の時効を行った後ただちにメスbauer測定を行った。それ以後は20°C間隔で20分間の焼鈍を行い、焼鈍が終るたびに液体チッ素温度でメスbauer測定を行った。こ

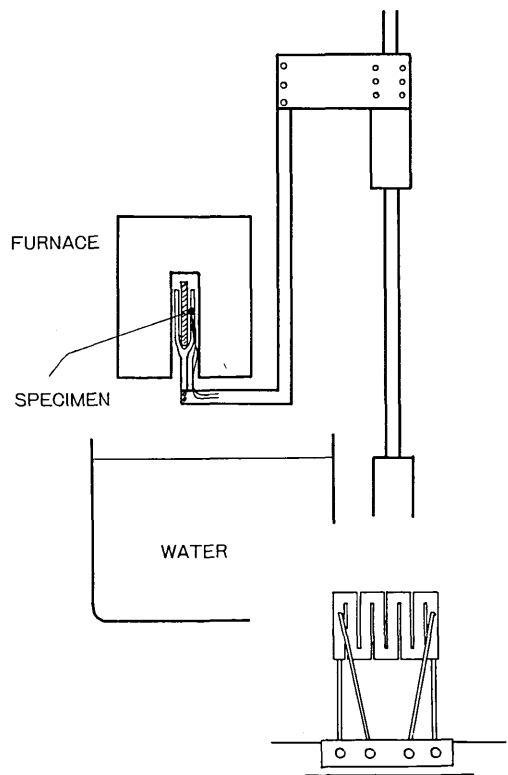


図1 試料1の急冷に使用した炉の模式図。折れ曲った腕の先端に試料(斜線)をのせる。急冷速度の測定には図の右下に示したような試験片を試料位置に取りつける。

\*東京大学大学院生  
\*\*東京大学生産技術研究所 第4部

研究速報

の試料の急冷速度は約  $4 \times 10^4$  °C/secであった。(試料2)

最後に、同じく厚さ  $100\mu$  の試料を乾燥したアルゴンガスを通じた炉内(図2)で  $600^\circ\text{C}$  に加熱し  $0^\circ\text{C}$  の  $\text{CaCl}_2$  溶液中に急冷したのち、ただちに液体チッ素中へ移し替え、 $0^\circ\text{C}$  から  $30^\circ\text{C}$  間隔で20分の焼鈍を行った。焼鈍が終わるたびに液体チッ素温度でメスbauer測定を行った。試料の急冷速度は  $8 \times 10^4$  °C/secであった。(試料3),急冷速度の測定は急冷に使用したサンドイッチ形の炉の試料を取りつける位置に試験片を取りつけ急冷時の電気抵抗の変化をオシロスコープで観察する事により行った。メスbauer測定に使用した装置はHarwell社製の測定システムである。尚試料2と試料3は薄いので7枚重ねてひとつの試料としてメスbauer測定を行った。

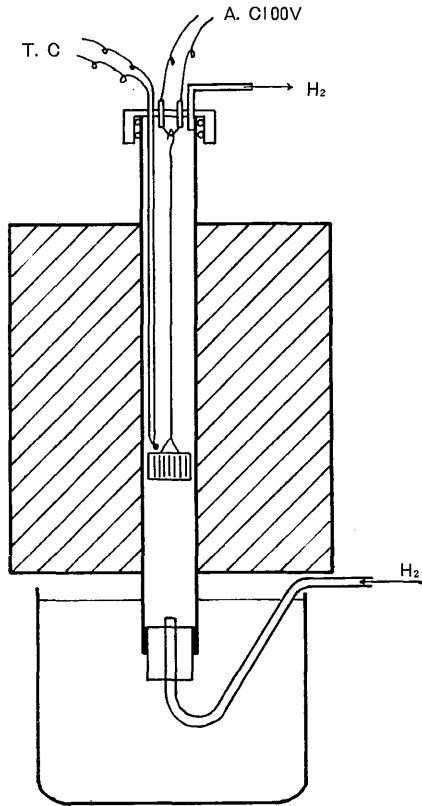


図2 試料2, 3の急冷に使用した炉。急冷時には下部のゴムせんを抜き、試料をつるした細いワイヤを電流で溶断する。

3. 結果及び考察

試料1はJanotらの実験を再現するように実験条件が設定されたものである。得られたスペクトルは  $0.57\text{mm/sec}$  に位置する1本のピークで急冷試料の半値巾は  $0.225\text{mm/sec}$  であった。このスペクトルは等時焼鈍によって巾拡がりが見られ、 $40^\circ\text{C}$  付近で半値巾

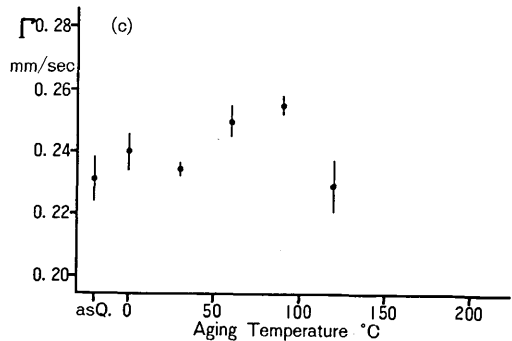
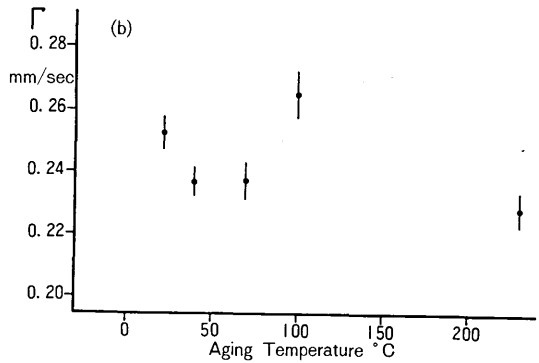
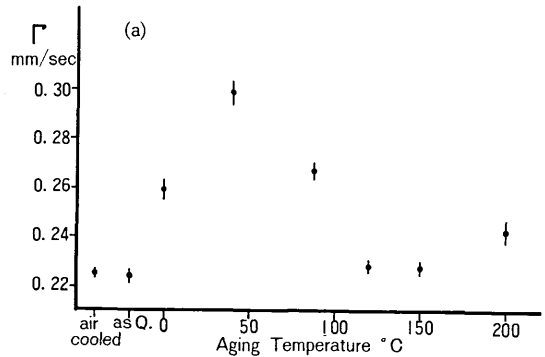


図3 焼鈍温度による半値巾の変化。a:ループとボイドが共存する試料。b:ボイドのみが見られる試料。c:ループのみが見られる試料。

研究速報  
 は0.3mm/secに増大した。(図3 a) 半値巾が増大した限りに於てはJanotらの結果と一致する。しかし電子顕微鏡観察によると、この試料はループとポイドが共存していた。したがってこの実験に関する限り、半値巾の増大がループのみに起因するとは言えない。そこで事態をもっと明瞭にするために、ループが全くなくポイドだけが生ずるような条件で作製したのが試料2である。電子顕微鏡観察ではポイドのみが観察されている。(図4 a) メスbauer測定では試料1と同じ位置に1本のピークが現われ、等時焼鈍の結果70°C付近で半値巾の増大が観察された。(図3 b) 次にループだけが生じたとき半値巾がどうなるか調べたのが試料3である。(図4 b) 試料1, 2と同じ位置に主ピークが現われ、90°C付近で半値巾の増大を示した。(図3c) このように各試料で半値巾の増大が見られるのは40~80°Cである。増大がピークを示す温度範囲は少しづつ違ってはいるが、原因を異にするとは思われない。ループあるいはポイドが片方だけ存在する試料においても

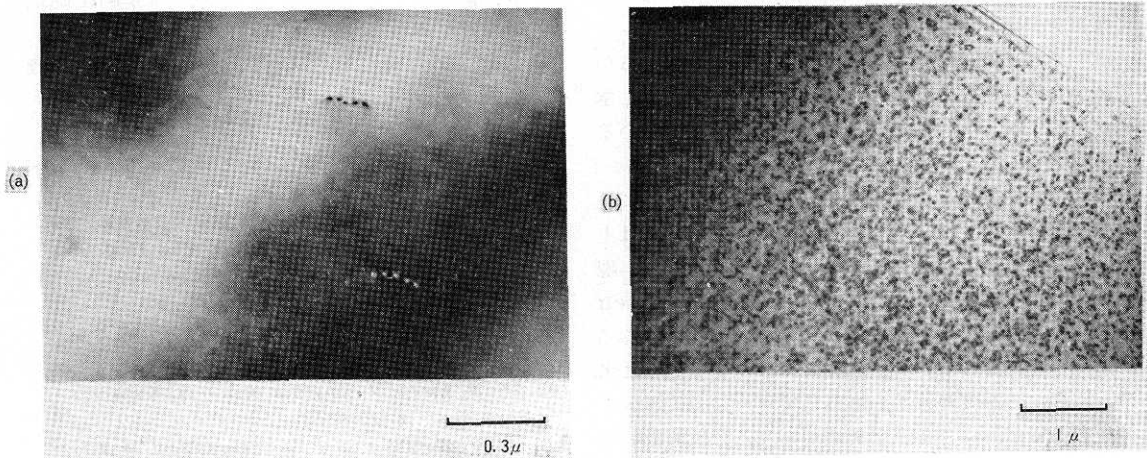


図4 現われる二次欠陥は炉内の雰囲気によって異なる。a:水素ガス中で加熱し、急冷すると、ポイドができる。b:乾燥したアルゴン中で加熱後急冷するとループができる。

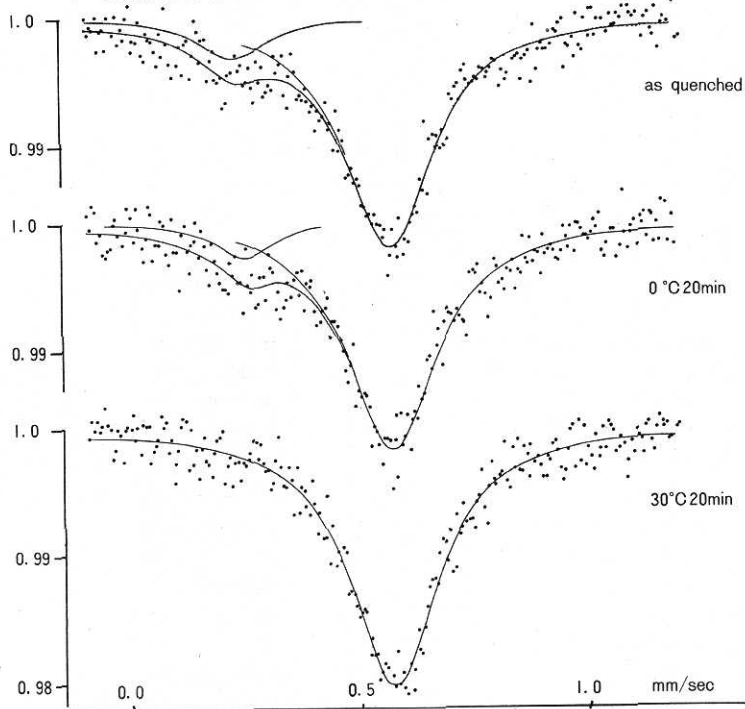


図5 ループのみが現われる条件でのAl-0.01%<sup>57</sup>Fe合金のメスbauerアスペクトル。サブピークは30°Cで消える。

研究速報  
 半値巾の増大が観察されたことから、半値巾の増大が、ループにもボイドにも関係のない別の原因によるものとループとボイドの双方に共通した原因との両方の可能性が考えられる。ループの核形成に半値巾増大の原因を限定することは、ピーク温度の範囲が高すぎることから言ってもおかしい。<sup>6)7)</sup> また Sørensenらは<sup>57</sup>Coによる実験で空孔、不純物対ができてきてさらに分離する過程が半値巾の増大として現われていると主張しているが、その後の電子顕微鏡観察を行っていないので確証を欠く。

試料それぞれに焼入れ時の雰囲気異なっているが、乾燥アルゴン雰囲気でも拡がりが生じたことから、水素が直接<sup>57</sup>Feと二次欠陥との相互作用に影響しているとも考えられない。

ここで興味あるのは図5 a. bの主ピークの左側に見られる小さなサブピークである。試料3においては主ピークの他に約0.2mm/secの位置にサブピークが現われている。このサブピークはJanotらやSørensenらも見出ししていない。このサブピークは30°Cになると消滅した。このピークが試料2では生じなかった事や、出現する温度範囲から推察してループの核形成に関連のあるピークである可能性があり、今後解析精度を上げてこの新しく発見されたピークの性質を調べ

ていく予定である。

### 3. 結 論

急冷によって空孔を凍結した Al を等時焼鈍したところ、40°~80°Cの温度範囲でメスバウアースペクトルの半値巾の増大が見られたが、ループの核形成によるものとは考えにくい。急冷速度のはやい試料では30°C以下の温度範囲で消失するサブピークが発見された。むしろこのサブピークがループの核形成に関連している可能性がある。

(1975年11月8日 受理)

### 参 考 文 献

- 1) R. Maddin, and A. H. Cottrell; Phil. Mag. 46(1955) 735
- 2) 吉田 鎬; 格子欠陥と金属の機械的性質 (日本金属学会編)
- 3) C. Janot, and H. Gibert; Phil. Mag 27(1973)545
- 4) K. O. Sørensen, and R. M. J. Cotterill; Acta. Met. 22(1974)1331
- 5) Y. Shimomura, and S. Yoshida; J. Phys. Soc. 22(1967)319
- 6) Y. N. Lwin, M. Doyama and J. S. Koehler; Phys. Rev. 16(1968)787
- 7) T. Federighi and S. Ceresara; Phil. Mag., 12 (1965)1093

正 誤 表 (11月号)

頁	段	行	種 別	正	誤
429	左	↑ 2	本 文	云 う	言 う
431	右		図 3	横軸の単位はkm	ナ シ
433	左		図 4	3.8229d	3.8229a
435	右	↓ 1, 2	本 文	廃 棄 物	廃 棄 物
"	"	↑ 8, 9	"	下 線 は 不 要	1970年で20GWeであり、……
436	左	↓ 7, 15	"	廃 棄 物	廃 棄 物
"	"	↑ 3	"	なる であろ う	なる の であろ う
"	右	↑ 9	"	推 定	推 計
437	右	↓ 5	"	妊 娠 初 期	妊 娠 被 期
438	左	↓ 6	"	<sup>99</sup> Tc の よう に	<sup>99</sup> Tc よう に
"	右	↓ 20	"	調 べ た	調 ら べ た
440	左	↓ 24	"	炭 素 化 合 物 中	炭 素 化 合 物 <sup>14</sup> C 中
468	右	↓ 5, 20	"	冶 金	冶 金
"	左	↓ 14, 16, 17	"	冶 金	冶 金
"	左	↓ 11	"	応 用 化 学 科 学 生	応 用 化 学 科 学 生