

北海道大学工学部 ○阿部 裕司、前田 久江、岡田 亜紀良、浜田 弘一、石田 巖、廣田 栄一

### 要 旨

形状記憶合金NiTiの母相(B2構造)とマルテンサイト相(B19構造)のそれぞれの相に、超高压電子顕微鏡を用いて電子照射し、その照射効果の違いを、その場観察により調べた。

#### 1. はじめに

形状記憶合金であるNiTi合金は、中性子照射を受けるような環境下での使用が期待されている機能材料の一つである。例えば、この合金を核融合炉材料としてその形状記憶機能を利用することにより操作時間の短縮などのメリットが期待されており、いくつかの研究が報告されている<sup>1)2)</sup>。形状記憶機能が、格子欠陥によりどのような影響を受けるかを調べることは重要な課題であるが、この合金系の照射実験は、あまりなされていない。

本研究では、中性子などの高エネルギー粒子照射が、この合金にどのような欠陥構造をもたらすかを調べるために、超高压電子顕微鏡によるその場観察により、母相(B2構造)およびマルテンサイト相(B19構造)それぞれの相での組織変化に及ぼす照射効果を調べた。

#### 2. 実験方法

冷間加工により作製された径2mmのNi-50at%Ti合金線を、673Kで600s焼鈍した後、急冷しマルテンサイト相とした。B19構造からB2構造への変態点は約330Kである。この試料を約0.3mmの厚さに斜めに切断した後、電解研磨法により電子顕微鏡試料を作製した。

電子照射は、超高压電子顕微鏡を用い加速電圧1000kVで、電子束 $5.7 \times 10^{23} \text{e/m}^2 \text{s}$ の条件で試料ホルダーに取り付けられたヒーターの制御により温度設定を行い、マルテンサイト相および母相での照射を行った。マルテンサイト相の照射温度は、300K、母相のそれは、473K、573Kおよび673Kでそれぞれ行った。

#### 3. 実験結果

##### 3-1 マルテンサイト相(300K)での照射効果

図1に、この照射過程の写真を示す。照射開始直後では、マルテンサイト相の境界および転位によると考えられるフリンジが観察される。182sでは、それまで観察されていたフリンジが消失し始め、像の中央部の結晶粒界の消失が始まり、その後、照射時間が増すごとに、全体に結晶粒界の消失が広がっていく。609sでは中央部では結晶粒界が完全に消失している。これに対応して、回折パターンも0sでは、スポットであったものが、256sではアモルファス化を示すハローが現れ、さらに、547、631sでは、スポットがほぼ消失しハローのみとなる。これらの像、回折パターンから照射によってアモルファス化が確認できる。回折パターンより照射中心部のアモルファス化が、200sで完了したと考えると、その照射量は0.4dpaとなる。照射してアモルファス化した部分は、約723Kで再び母相に戻った。

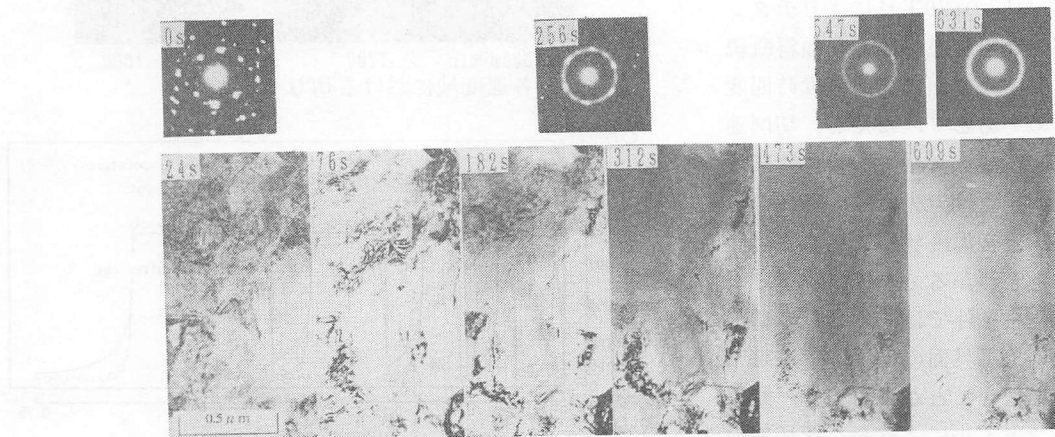


図1 300Kでのマルテンサイト相における電子照射過程

### 3-2 母相 (473K~673K) での照射効果

母相における573Kでの電子照射過程を、図2に示す。電子照射前の組織は $0.3\mu\text{m}$ 程度の非常に細かな結晶粒からなっている。照射を1ks程度続けても、通常の金属の照射に見られるような欠陥集合体（ボイド、転位ループ）などは観察されず、結晶粒内における組織変化も認められなかった。さらに、回折パターンにも変化が見られないことから結晶構造の変化はないと考えられる。他の照射温度473、673Kにおいても、同様の照射効果が観察された。

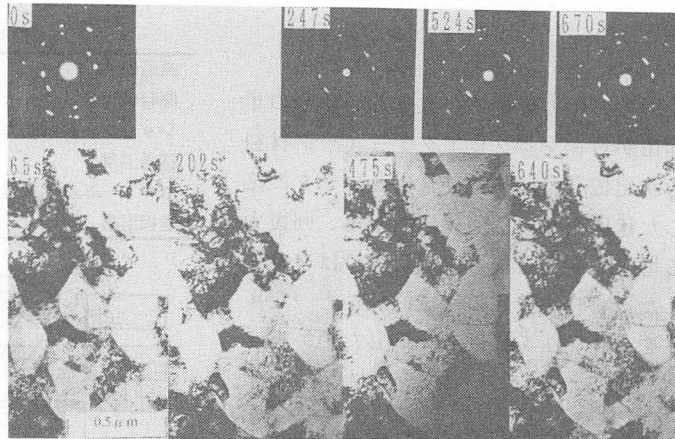


図2 573Kでの母相における電子照射過程

## 4. 考察

NiTi合金の電子照射効果は、母相とマルテンサイト相では、全く異なっていた。アモルファス化は、マルテンサイト相でのみ観察されることから、この相にアモルファス化の原因があると考えられる。

また、この照射条件では、はじき出しエネルギーの敷き居値以上のエネルギーを与えているので、はじき出しは起こっているにもかかわらず、母相には照射欠陥集合体は観察されなかった。NiTi合金の母相と同じB2構造（規則構造）を持つ $\beta$ -NiAlでは、Ni濃度が化学量論組成より少ない場合多数のNi空孔が存在しこの規則構造を保ちながら、電子照射により導入された格子間原子は空孔の位置に入り消滅し、照射欠陥が形成されないという解釈がなされている<sup>3)</sup>。NiTi合金の母相で照射欠陥集合体が観察されないのは、 $\beta$ -NiAl同様にどちらかの原子が、優先的にはじき出され格子間原子となり、残された空孔が規則性を保ち、他のはじき出された格子間原子が、その空孔を埋めるように格子に収まるために、照射欠陥集合体が形成されないと考えられる。しかし、今回実験に使用した試料には、多数の転位が残っており、また結晶粒が約 $0.3\mu\text{m}$ と小さいため、これらの転位あるいは結晶粒界へ格子間原子や空孔が吸収されるために、転位ループやボイドが形成されなかったとも考えられる。今後の課題は、照射試料の結晶粒を大きくし、さらに転位をできるだけ少なくして電子照射を行い、アモルファス化の条件および照射欠陥集合体が形成されなかった理由を明らかにすることである。

## 参考文献

- 1) M. Nisikawa, M. Kawai, T. Yokoyama, T. Hoshiya, M. Nakaganuma, M. Kondo, K. Yoshikawa and K. Watanabe; J. Nucl. Mater., 179-181(1991)p1115-1118
- 2) T. Hoshiya, S. Shinakawa, Y. Ichikawa and M. Nisikawa; J. Nucl. Mater., 191-194(1991)p1070-1074
- 3) H. C. Lui, T. Mukai and T. E. Mitchell; Point Defect Interaction in Metals, University of Tokyo Press., (1982)p623-638