

氏 名	み た むら とおる 三 田 村 徹
学位(専攻分野)	博 士 (工 学)
学 位 記 番 号	論 工 博 第 3664 号
学位授与の日付	平 成 14 年 3 月 25 日
学位授与の要件	学 位 規 則 第 4 条 第 2 項 該 当
学位論文題目	イオンビームを利用した固体材料における照射効果の研究

論文調査委員	(主 査) 教 授 今 西 信 嗣	教 授 森 山 裕 丈	教 授 伊 藤 秋 男
--------	----------------------	-------------	-------------

論 文 内 容 の 要 旨

本論文は、イオンビームが有する照射・注入という特性と物性解析ビームとしての特性を、原子炉材料および高温超伝導体の照射損傷過程の研究に応用し、イオンビームの固体材料評価手法としての有効性を確かめたもので、4章と補遺からなる。

第1章は序言であり、本論文の目的と概要について述べている。

第2章では、イオンビームを用いる手法を応用して行った、原子炉材料における照射損傷過程の研究から得られた結果について詳述している。原子炉材料として用いられる各種ステンレス鋼およびその参考材としてのニッケル試料中で進行する照射損傷生成過程を、イオンビーム照射による欠陥生成およびイオンビーム解析によって調べた結果についてである。

単結晶ステンレス鋼のヘリウムイオン照射効果では、まず、SUS310S 鋼と SUS304 鋼の作製法であるブリッジマン法ならびに測定系の概略を述べている。作成した試料 SUS310S 鋼単結晶について、ヘリウムイオン照射により格子位置からはじき出しを受けた組成元素の結晶中での移動位置を、粒子誘起エックス線放出チャネリング分析法 (PIXE-C 法) により測定している。原子炉材料として用いられるステンレス鋼にはスエリングを抑制するためリン元素が微量添加されている。このリン元素が照射によってはじき出されたのち、欠陥と相互作用しながら格子中を移動していく機構について、他の元素との比較により明らかにしたことを述べている。

単結晶ステンレス鋼 SUS304 試料について、上述の SUS310S 鋼と同様の実験を行なった結果について述べている。作製した試料の単結晶性の良好度についてのラザフォード後方散乱チャネリング測定法 (RBS-C 法) による評価および試料構成元素の照射によるはじき出し量の PIXE-C 法による評価について述べている。また、イオウ元素が照射誘起偏析したと考えられる実験結果およびリン元素の SUS310S 鋼中で見られた振る舞いとは異なる SUS304 鋼中での振る舞いについて述べている。

金属材料が水素を吸収して脆化する問題に関して、オーステナイト系ステンレス鋼の参考材としてニッケルを選び、欠陥分布と重水素分布の関連性を調べた結果について述べている。重水素イオンを単独で注入した試料についての重水素イオン分布とあらかじめヘリウムイオンを照射し欠陥を生成したのちに重水素イオンを注入した場合の重水素イオン分布を、高エネルギー酸素イオンを用いた反跳粒子検出法 (ERDA) により測定し、得られた結果に基づいて、照射欠陥と重水素原子との相互作用を考察している。

イオン照射により生成される有効残存欠陥量のイオン種およびエネルギーに対する依存性に関して、オーステナイト系ステンレス鋼の参考材としてのニッケルにつき調べた結果について述べている。ヘリウム、炭素、シリコンおよびニッケルイオン照射について、試料中で同程度の深さ、同程度の dpa (displacement per atom) を与えるよう照射エネルギーとフルエンスを調整したうえで、有効残存欠陥量がイオン種によってどのように変わるかをラザフォード後方散乱法 (RBS 法) により評価し、得られた結果を有効残存欠陥量の理論予測と比較している。

さらに、空孔型欠陥に敏感な陽電子消滅法により有効残存欠陥量の評価を行っている。前項と同様のイオン照射を行った

オーステナイト系ステンレス鋼 SUS304, SUS316, フェライト系ステンレス鋼 SUS444 および参考材ニッケルについて、試料中に残された空孔型の有効残存欠陥量を評価し、その結果を理論と比較している。

原子炉材料として用いられるステンレス鋼のスエリング現象につき、原子間力顕微鏡 (AFM) による非破壊的観察を行った結果について述べている。各種の高温下でフルエンスを変えてヘリウムイオン照射したステンレス鋼 SUS316 試料について、照射部分とマスクされた未照射部分との AFM 観察像の差異から、試料内部に生成された欠陥と表面形状の変化として現れたスエリングの関係について考察している。

第3章では、液体窒素温度以上の高い臨界温度を有し、第2種高温超伝導体として、その実用化が期待されている酸化物高温超伝導体につき、実用化の観点から、高エネルギー重イオン照射による磁束のピン止め効果について、得られた結果を述べている。

まず、酸化物高温超伝導体についての概要、高エネルギー重イオン照射によるピン止め効果の現状、La 系高温超伝導体試料として $\text{La}_{1.85}\text{Sr}_{0.15}\text{CuO}_{4-x}$ (LSCO) の作成法、高エネルギー重イオン照射によるコラム状欠陥の生成の概要について述べている。

つぎに、高エネルギーの Ar および Xe イオン照射により、高温超伝導体の磁束のピン止め中心を形成することによる高温超伝導性の改善性について、主として超伝導量子磁束干渉計 (SQUID) を用いて調べた結果について述べている。

LSCO の高エネルギー Ar および Xe イオン照射を、平行照射と角度をつけたスプレー照射について線量を変えて行ない、コラム状欠陥の方向と密度が LSCO の磁気ヒステリシス、臨界電流密度、磁気感受性、不可逆ラインおよび磁気緩和に及ぼす影響につき調べた結果について述べている。直径 5 nm の柱状欠陥が生成されることを透過型電子顕微鏡 (TEM) により確認した。柱状欠陥形成により、磁気ヒステリシスは特に 5K 程度の低温域で改善が見られ、高エネルギー Xe イオン照射は磁束のピン止め効果に有効であることを示している。

第4章は結言であり、本論文で得られた成果について要約している。

補遺において、論文の基礎的事項について個別に説明を加えている。

論文審査の結果の要旨

本論文は、照射・注入特性とビームとしての物性解析特性を併せもつイオンビームの固体材料照射損傷の評価手法としての有効性を、原子炉材料および高温超伝導体について、検証した結果をまとめたもので、論文の主な成果は次のとおりである。

1. ヘリウムイオンによる単結晶ステンレス鋼 SUS310S の照射損傷過程を粒子誘起エックス線放出チャネリング分析法 (PIXE-C 法) により調べ、微量元素 Si 原子は置換型に配置されること、S 原子は一部置換型に配置されるが、一部は格子間原子として配置されること、ならびに P 原子はイオン照射によって八面体の体心位置に格子間原子として配置されることを明らかにした。
2. 単結晶ステンレス鋼 SUS304 試料について同様の実験を行い、ヘリウムイオン照射により Si 原子は $\langle 111 \rangle$ 軸方向に移動することを見出し、欠陥生成に方位依存性があることを示した。さらに PIXE-C 法による Si 原子および S 原子の X 線収量がヘリウムイオン照射量と共に増加することを見出し、PIXE-C 法がイオン照射による誘起偏析の検出に適用できることを示した。
3. 各種のイオンを照射したニッケル中の有効残存欠陥量をラザフォード後方散乱法および陽電子消滅法により測定し、有効残存欠陥量が、衝突カスケードの大きさに関係していることを示した。また空孔型欠陥について、ニッケル試料とステンレス鋼試料における有効残存欠陥量の相違は、その空孔型欠陥の室温での移動度の違いを考慮することに説明できることを示した。
4. 原子間力顕微鏡観察により、照射されたヘリウム原子は試料内でクラスターを形成しスエリングに寄与することを試料表面形状の変化から説明した。また、粒界に移動したヘリウムは特に粒界部分に稜線状のスエリングを生じ、所々にピークを形成することを明らかにした。さらに、この稜線の頂上部分に小さなくぼみを見出し、このくぼみは照射誘起偏析により粒界に移動した格子間原子と空孔型欠陥との再結合により生じると説明している。

5. La 系高温超伝導体試料 $\text{La}_{1.85}\text{Sr}_{0.15}\text{CuO}_{4-x}$ に 3.5 GeVXe イオンを照射した場合、直径 5 nm の柱状欠陥が生成されることを透過型電子顕微鏡観察により確認した。柱状欠陥形成により、磁気ヒステリシスは特に 5K 程度の低温域で改善が見られ、高エネルギー重イオン照射は磁束のピン止め効果に有効であることを示した。

以上要するに、本論文は、原子炉材料および高温超伝導体について、イオンビームの固体材料照射損傷の評価手法としての有効性を検証した結果をまとめたもので、その成果は学術上、實際上寄与するところが少なくない。よって、本論文は、博士（工学）の学位論文として価値あるものと認める。また、平成14年2月22日、論文内容とそれに関連した事項について試問を行った結果、合格と認めた。