



Title	超高電圧電子顕微鏡法によるセラミックスの電子照射損傷の研究
Author(s)	乾, 晴行
Citation	大阪大学, 1988, 博士論文
Version Type	
URL	<a href="https://hdl.handle.net/11094/35889">https://hdl.handle.net/11094/35889</a>
rights	
Note	著者からインターネット公開の許諾が得られていないため、論文の要旨のみを公開しています。全文のご利用をご希望の場合は、<a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed">大阪大学の博士論文について</a>をご参照ください。

*The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA*

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

The University of Osaka

氏名・(本籍)	乾	晴	行
学位の種類	工	学	博 士
学位記番号	第	8158	号
学位授与の日付	昭和63年3月25日		
学位授与の要件	工学研究科金属材料工学専攻 学位規則第5条第1項該当		
学位論文題目	超高電圧電子顕微鏡法によるセラミックスの電子照射損傷の研究		
論文審査委員	(主査) 教授 藤田 広志 教授 山根 壽己 教授 岩本 信也		

### 論文内容の要旨

セラミックス材料における照射損傷の研究は、近年核融合炉の実用化に向けて世界的に活発に行われている研究対象である。しかし、今までにセラミックス材料では点欠陥の挙動にまで遡った研究は少なく、照射損傷の機構は依然として解明されていない。

本研究は、セラミックス材料の照射損傷のうちで、工業的にも学問的に最も注目される照射誘起結晶-非晶質遷移について、その機構を解明するために行ったものである。照射には、その損傷過程が最も単純となる電子を用い、照射中に起こる点欠陥の挙動及び組織変化を超高電圧電子顕微鏡によるその場観察法を用いて動的に調べることにより、照射損傷の機構を明らかにしている。

本論文はそれらの成果をまとめたもので、次の6章から構成されている。

第1章は緒論で、照射損傷の研究の現状について記述し、超高電圧電子顕微鏡法によるセラミックスの照射損傷研究の必要性について述べている。

第2章では、 $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の電子照射損傷を調べて以下のような事柄を明らかにしている。 $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>では電子照射結晶-非晶質遷移（以下C-A遷移）は誘起されず、1000K以下では格子間原子型及び原子空孔型の2種類の転位ループが形成される。この際、前者は試料内部に一様に形成されるが、後者は試料表面近くや格子間原子型転位ループの回りなど、格子間原子のシンク濃度の高い領域に局在して形成される。このような格子間原子型転位ループは稠密六方晶底面と柱面にそれぞれ $1/3 \cdot <00 \cdot 1>$ および $1/3 \cdot <10 \cdot 0>$ のバーガース・ベクトルをもって形成され、両者の反応によってバーガース・ベクトル $1/3 \cdot <10 \cdot 1>$ の転位ループも形成される。また、格子間原子型転位ループの密度の温度依存性から酸素格子間イオンの移動の活性化エネルギーは0.48eVであることを確かめている。さらに、1000

K以上の温度での電子照射では、電子線に対して試料下表面にアルミニウムが液相で析出することを確かめ、構成元素のはじき出し断面積の差に基づく機構により説明している。

第3章では、水晶の電子照射損傷を調べ、以下のような事柄を明らかにしている。加速電圧50kV～2.25MVの電子照射では常に293KでC-A遷移が誘起され、それらはおよそ1.5MV以下の加速電圧では主に“イオン化損傷”に依存するが、1.5MV以上ではそれに重畠して“はじき出し損傷”的効果が有効となる。水晶におけるこのC-A遷移は、水分の存在に関連した非晶質領域の核生成と、その成長による。

第4章では、6H構造の $\alpha$ -SiC単結晶について以下の事柄を明らかにしている。 $\alpha$ -SiCは方位によらず290K以下の温度、0.7MV以上の加速電圧での電子照射によってC-A遷移を起こす。遷移に要する電子の照射量は、“はじき出し損傷”に依存し、照射温度の増加とともに、また加速電圧の減少とともに増大する。また遷移に要する照射量は方位依存性を示し、一定照射条件下では、<00·1>方位結晶に比べて<11·0>及び<10·0>方位結晶で迅速に非晶質化が起こる。この方位依存性は、 $\alpha$ -SiCの結晶構造と1次はじき出し原子の反跳角によるエネルギー分布とに密接に関係する。

第5章では、B<sub>4</sub>Cの電子照射損傷を調べ、加速電圧2MV以上、温度163K以下の電子照射によってC-A遷移を起こすことを確かめている。この遷移に要する照射量は、“はじき出し損傷”に依存し、照射温度の増加とともに、また加速電圧の減少とともに増大する。

第6章は、本論文の総括であり、44種の酸化物、窒化物、硼化物、炭化物セラミックス材料について加速電圧2MV、温度106Kおよび163Kで電子照射を行い、既述の他にCr<sub>23</sub>C<sub>6</sub>、グラファイトなどでC-A遷移が誘起されることを明らかにしている。ついで、これらの結果に基づいてC-A遷移の一般則を調べ、従来から提案されている結晶構造、変態温度、原子半径比、固溶度、イオン性度などによる分類では説明できず、平衡状態図で液相線の大きな落込みの谷近傍の組成をもつ化合物で非晶質化を起こしやすいことを明らかにし、結晶相と非晶質相の自由エネルギー差と、非晶質化のために照射により結晶相内に蓄積されるべきエネルギーの関係から説明している。

### 論文の審査結果の要旨

セラミックス材料は最近核融合炉材として注目されているが、そのため必要な照射損傷についての系統的な研究は殆どなされていない。本研究は3MV超高電圧電子顕微鏡によるその場観察法を用いて、これら照射損傷の中でも重要課題である電子照射結晶-非晶質遷移（以下C-A遷移）について的一般原則を明らかにしたもので、得られた主要な結果は次の通りである。

- (1)  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>ではC-A遷移は起こらず、1000K以下で格子間原子型および原子空孔型転位ループとともに形成されることを確かめ、各転位ループの性質および酸素格子間イオンの移動の活性化エネルギーを明確にしている。さらに1000K以上の温度では、照射によって試料下面にアルミニウムが液相で析出することを確かめ、その機構を明らかにしている。

- (2) 水晶は加速電圧50kV以上、温度293KでC-A遷移が誘起されることを確かめ、これらは水分に関係した小さな非晶質核の形成とその成長によって起こること、および加速電圧1.5MV以下では“イオン化損傷”に依存し、1.5MV以上では“はじき出し損傷”が次第に支配的となることを明らかにしている。
- (3)  $\alpha$ -SiC単結晶および $B_4C$ 結晶で電子照射を行い、前者では温度290K以下、加速電圧0.7MV以上で、また後者では163K以下、2MV以上で、それぞれC-A遷移を起こすことを確かめている。また、これらの遷移はともに主として“はじき出し損傷”に依存すること、および特に前者には方位依存性のあることを確かめ、その原因を明らかにしている。
- (4) 44種類の酸化物、窒化物、硼化物、炭化物セラミックス材料について2MVで電子照射を行い、C-A遷移についての共通原理を求め、平衡状態図で液相線の大きな落込みの谷近傍の組成を持つ化合物が非晶質化を起こし易いことを明らかにしている。

以上のように、本論文は広範なセラミックス材料の電子照射結晶-非晶質遷移を中心とした照射損傷に関する基本的かつ実用上重要な共通原理を明らかにしており、材料化学ならびに核融合炉材設計上寄与するところが大きい。よって本論文は博士論文として価値あるものと認める。