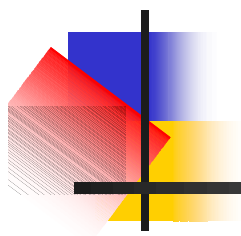
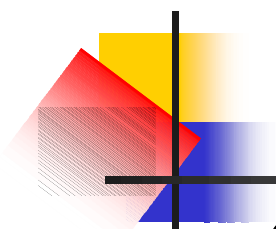


チタン中の水素化物の観察



X線屈折コントラスト法によるチタン水素
化物の可視化と拡散研究への応用

島根大学総合理工学部 水野 薫



内 容

- ① はじめに
- ② 伝播による方法
(Refraction-enhanced imaging法)
チタンへの応用と問題点
- ③ アナライザーによる方法
(Diffraction-enhanced imaging法)
水素ガス中で焼鈍したチタン
電解チャージしたチタン(断面観察)
水素の拡散係数
- ④ まとめ



チタンについて

- **新しい金属** 未知の性質？
- **高完全度単結晶** 歪・焼鈍法
(固相のまま単結晶化)
- **高温でも強度が低下しない**
..... 構造材料
- **多種多様な合金** 機能性材料
e.g. 水素吸蔵合金
間接的に水素, 水素化物を検出



目的

水素化物の直接観察

X線吸収写真……不可能

電子顕微鏡……特殊な場合

X線屈折コントラスト法による可視化

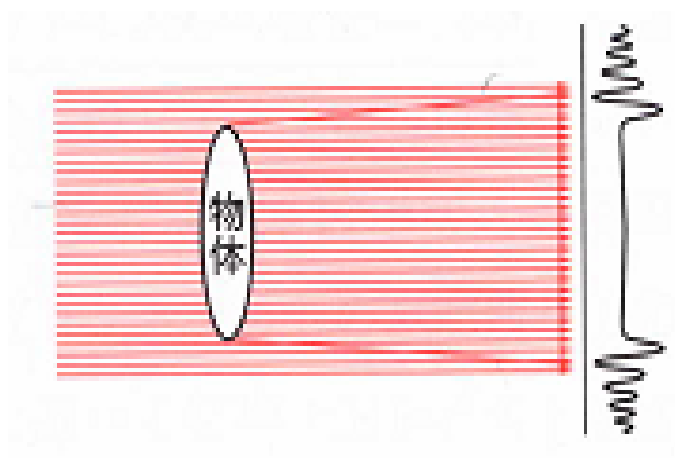
$$n_{\text{Ti}} = 1 - 9.68 \times 10^{-7} \quad (30 \text{keV X線})$$

$$n_{\text{Ti-H}} = 1 - 1.01 \times 10^{-6}$$

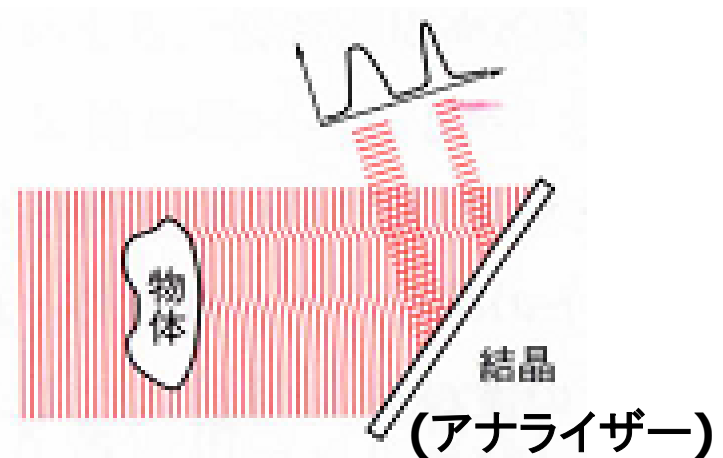
X線屈折コントラスト法

(位相のズレの検出法)

伝播による方法
(Refraction-enhanced
imaging, REI法)



アナライザーによる方法
(Diffraction-enhanced
imaging, DEI法)





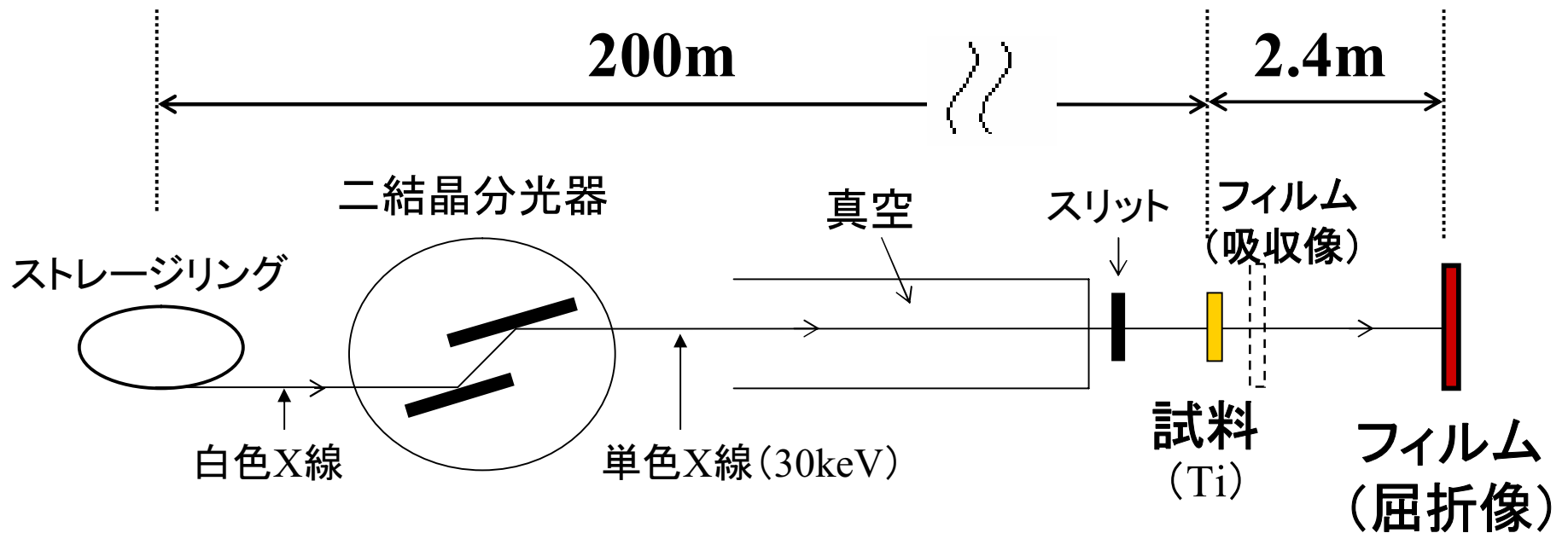
内 容

- ① はじめに
- ② 伝播による方法
(Refraction-enhanced imaging法)
チタンへの応用と問題点
- ③ アナライザーによる方法
(Diffraction-enhanced imaging法)
水素ガス中で焼鈍したチタン
電解チャージしたチタン(断面観察)
水素の拡散係数
- ④ まとめ

伝播による方法でのチタン水素化物の観察

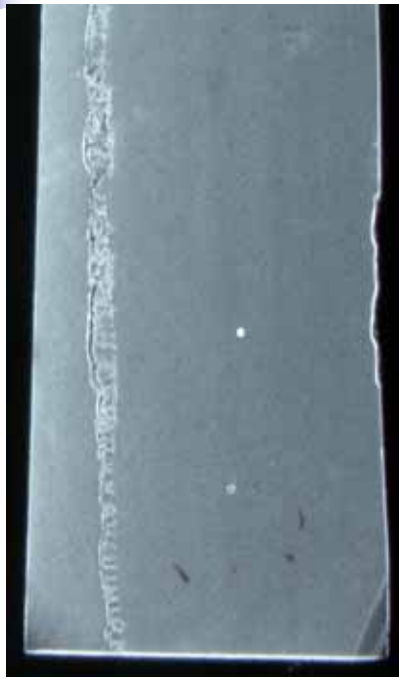
ビームラインの装置配置図(REI法)

SPring-8 BL20B2 (平行度 $\approx 3.9 \times 10^{-7}$ rad)

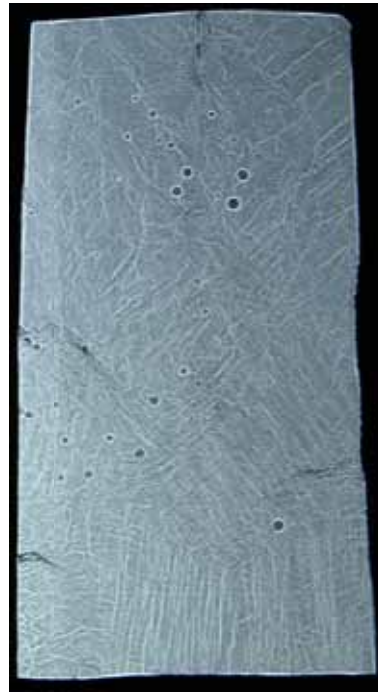


実験結果 (REI法)

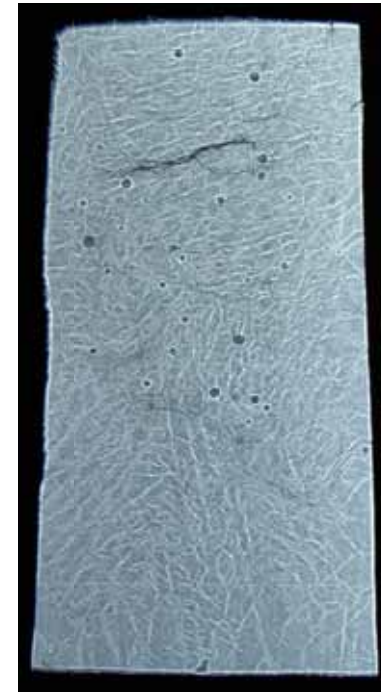
チタン中の水素化物の屈折イメージ



真空焼鈍



水素焼鈍
(500°C 20分)

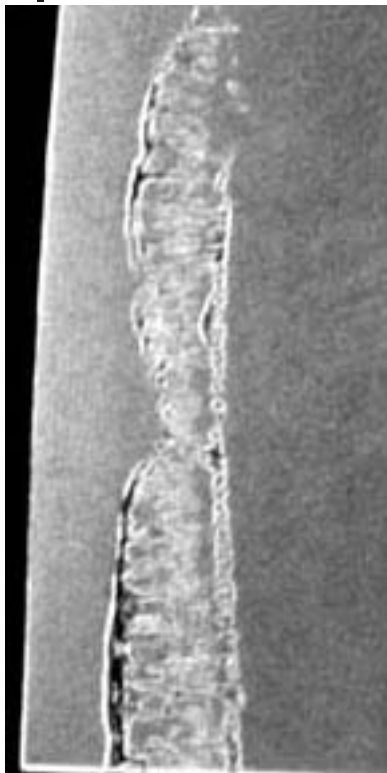


水素焼鈍
(500°C 60分)

1 mm



伝播による方法(REI)の結果 (屈折像と吸収像)



屈折像

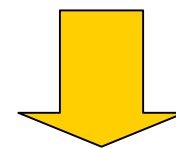


吸収像

1mm

屈折像と吸収像の区別

金属系の試料では難しい可能性あり



アナライザーによる
方法(DEI法)



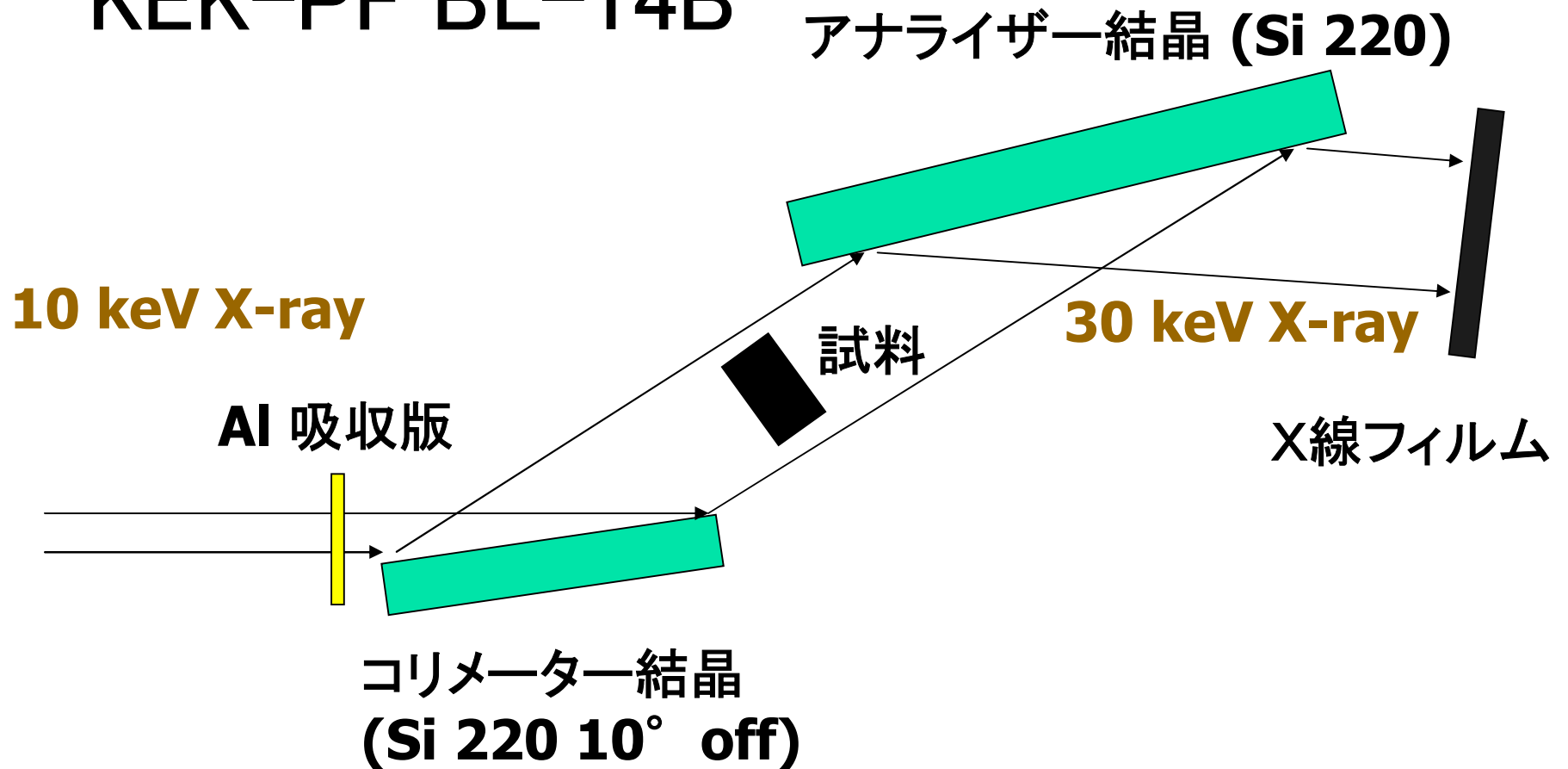
内 容

- ① はじめに
- ② 伝播による方法
(Refraction-enhanced imaging法)
チタンへの応用と問題点
- ③ アナライザーによる方法
(Diffraction-enhanced imaging法)
水素ガス中で焼鈍したチタン
電解チャージしたチタン(断面観察)
水素の拡散係数
- ④ まとめ

実験方法

アナライザーによる方法(DEI法)

KEK-PF BL-14B



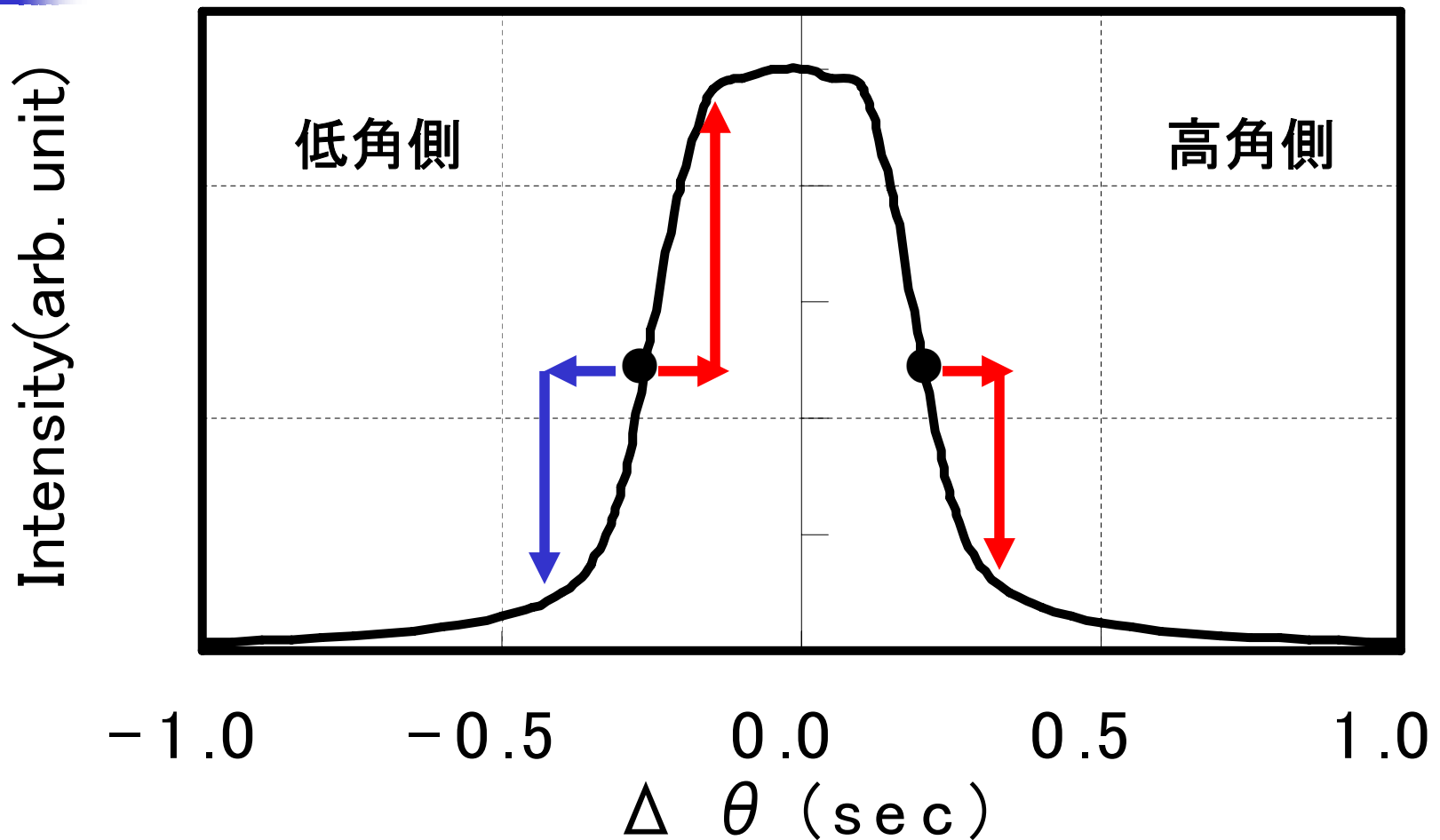
実験装置 高エネルギー加速器研究機構

KEK-PF BL-14B

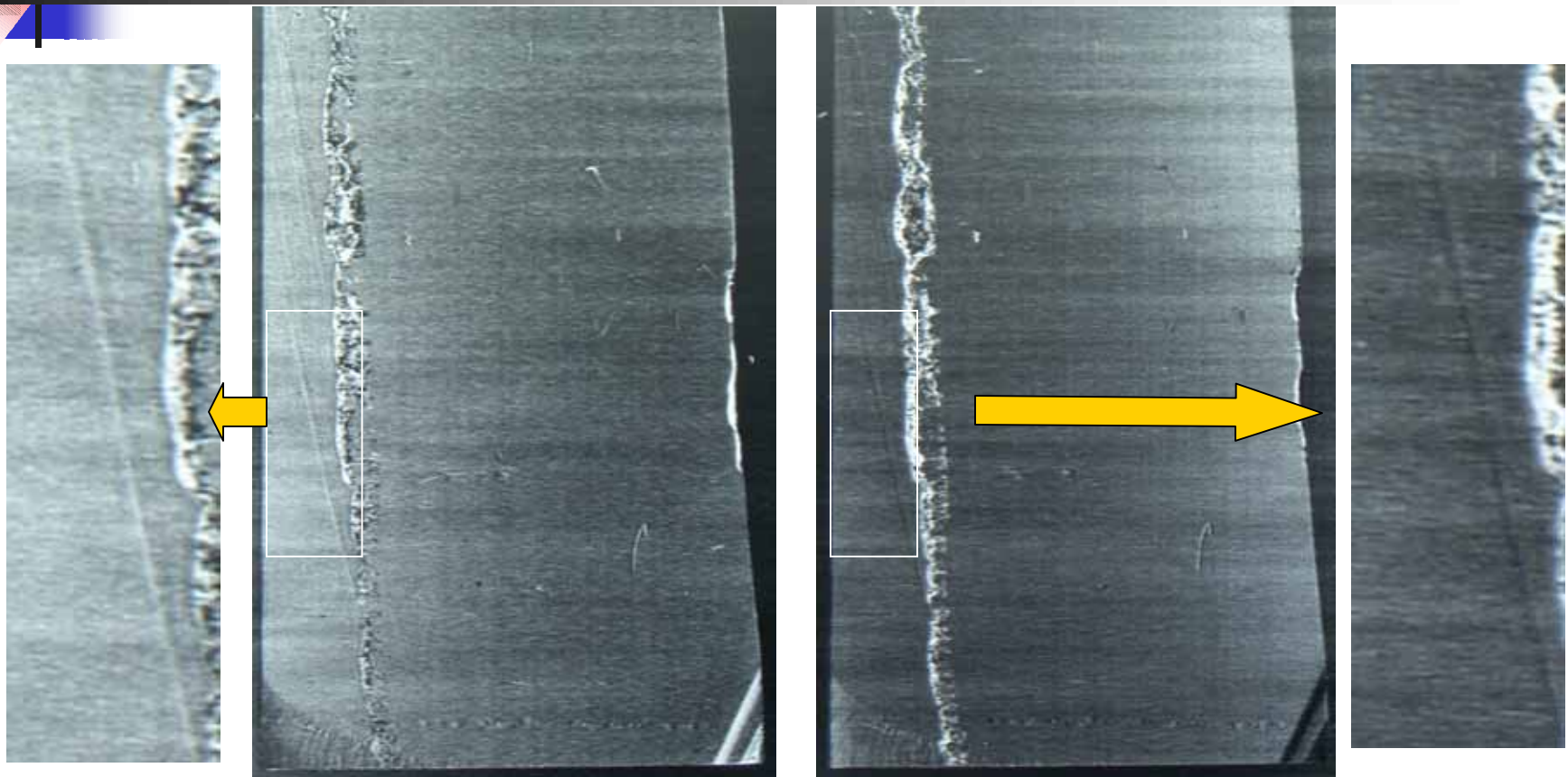


実験結果

ロッキングカーブ (コントラストの反転)



実験結果(水素化物なし) 屈折コントラストの確認



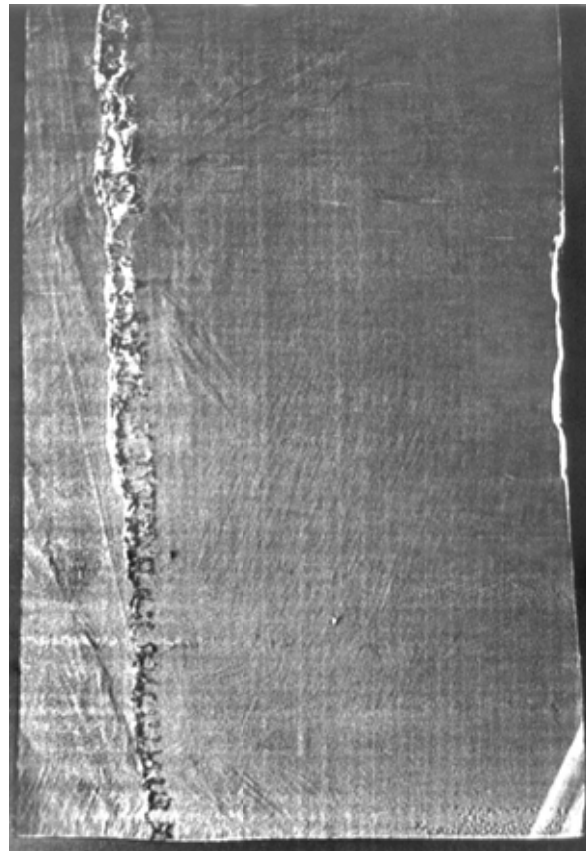
底角側

1 mm

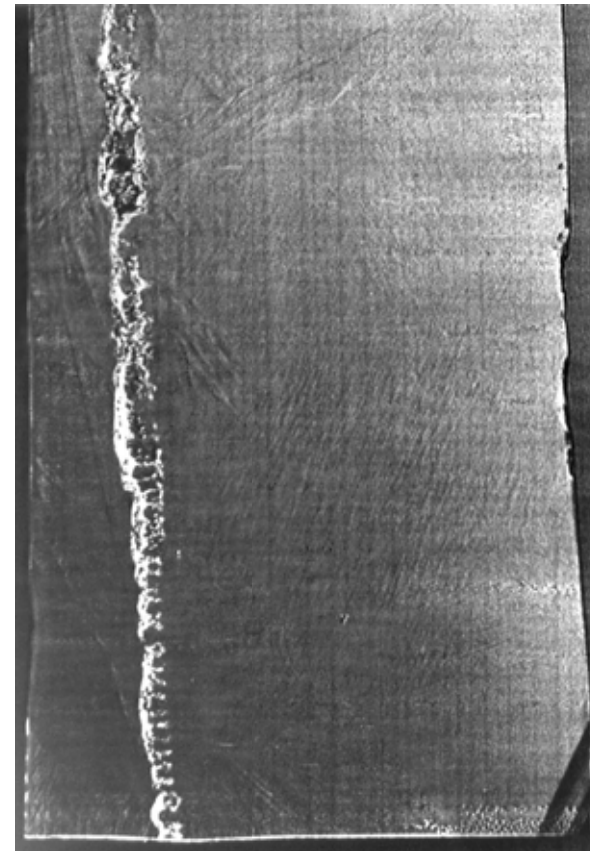
高角側

実験結果(水素化物あり)

回折ピークの低角側と高角側



低角側



高角側

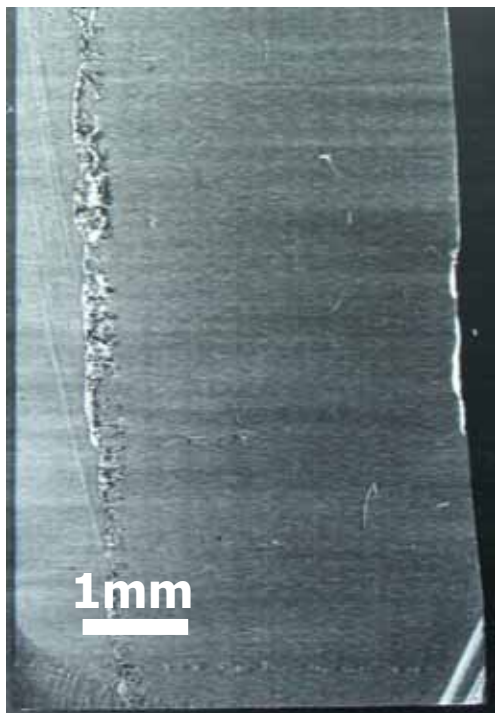
1 mm



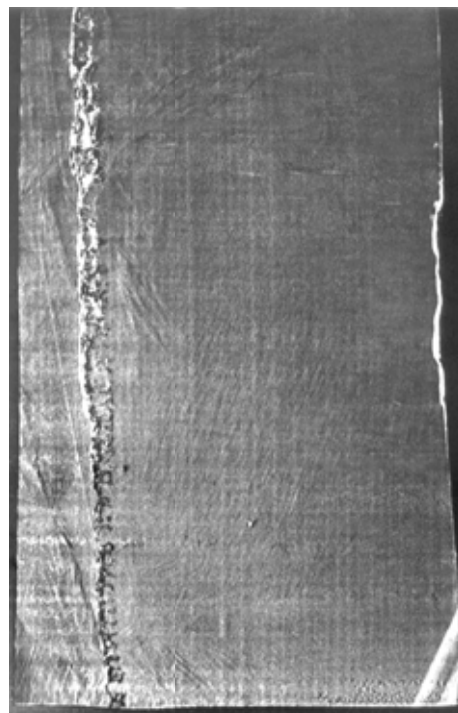
実験結果

水素焼鈍前後の試料(低角側)

屈折コントラスト写真

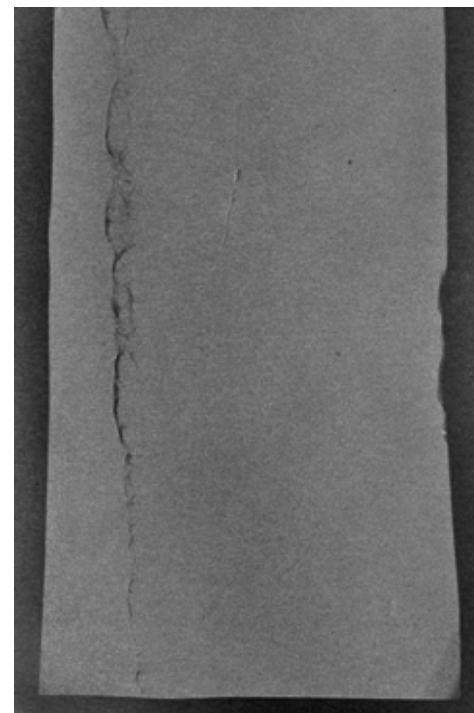


水素焼鈍前



水素焼鈍後

吸収コントラスト写真



水素焼鈍後



内 容

- ① はじめに
- ② 伝播による方法
(Refraction-enhanced imaging法)
チタンへの応用と問題点
- ③ アナライザーによる方法
(Diffraction-enhanced imaging法)
水素ガス中で焼鈍したチタン
電解チャージしたチタン(断面観察)
水素の拡散係数
- ④ まとめ



実験方法(拡散係数の決定)

断面観察用電解チャージ試料

チタン多結晶 (99.99 at%)

1.0 x 5 x 20 mm

真空焼鈍

800°C, 10^{-5} Pa

電解チャージ

5 mA/mm², 31, 63, 98°C, 6, 18, 48h

断面観察のため整形

1.0 x 1.0 x 5 mm

実験結果

電解チャージした試料の断面

チャージ前



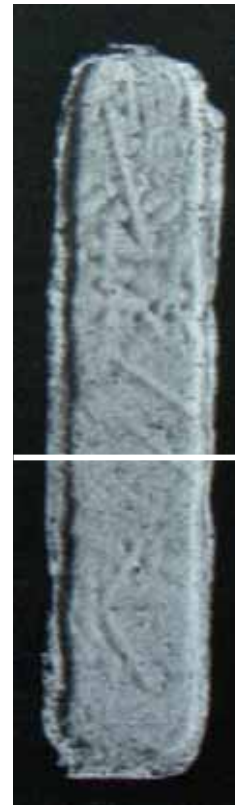
低角側



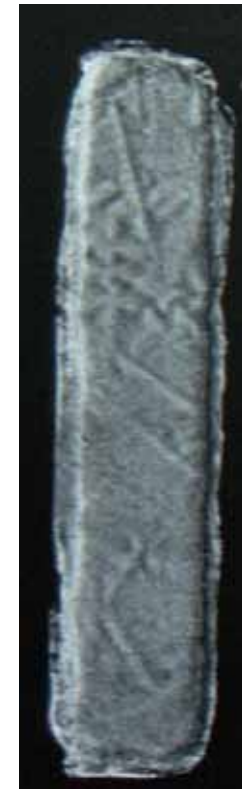
高角側

1mm

チャージ後 (98°C, 48h)



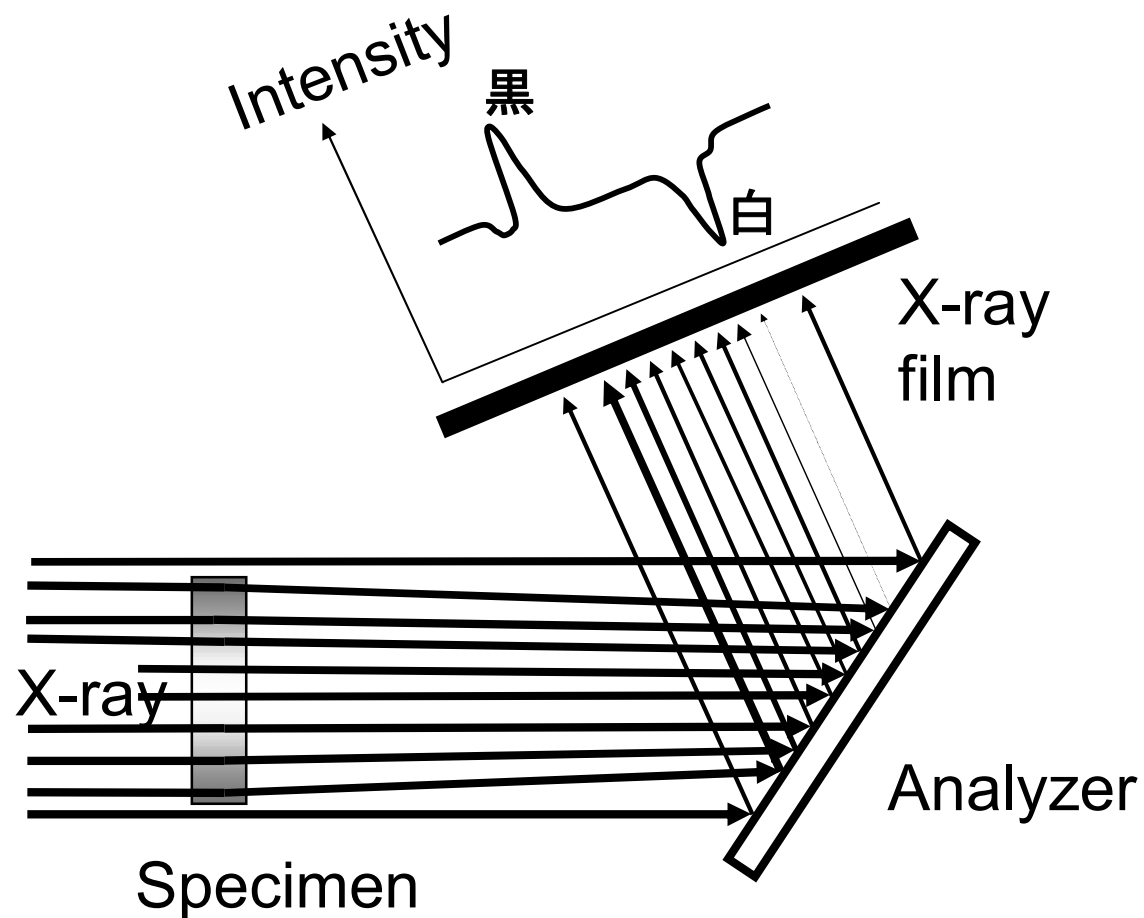
低角側



高角側

実験結果の解釈

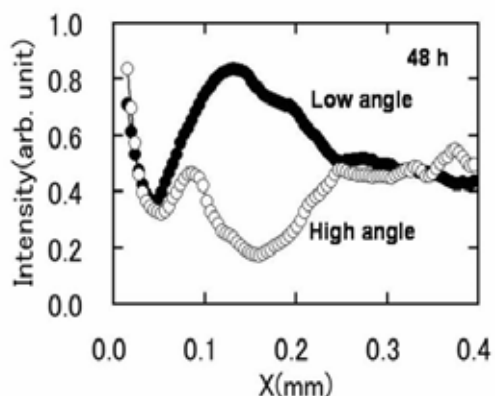
白黒コントラストの発生理由



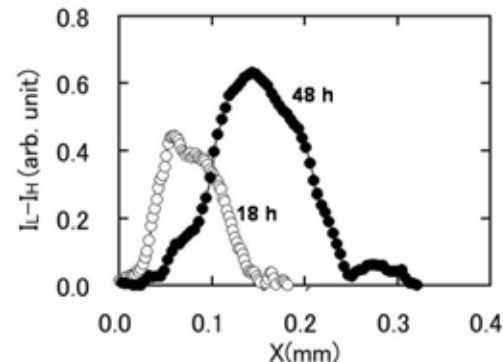
水素化物層のコントラストの解析

水素の拡散係数の決定

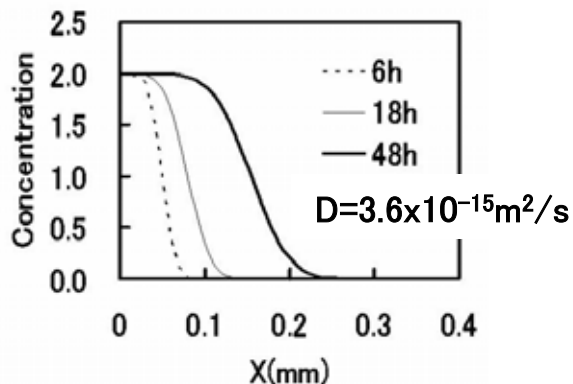
コントラストの測定



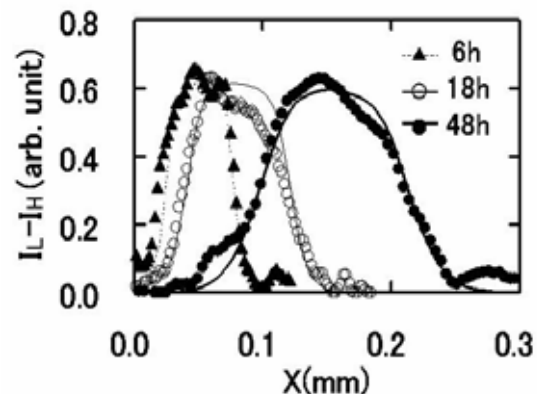
屈折コントラストの強度



水素の拡散

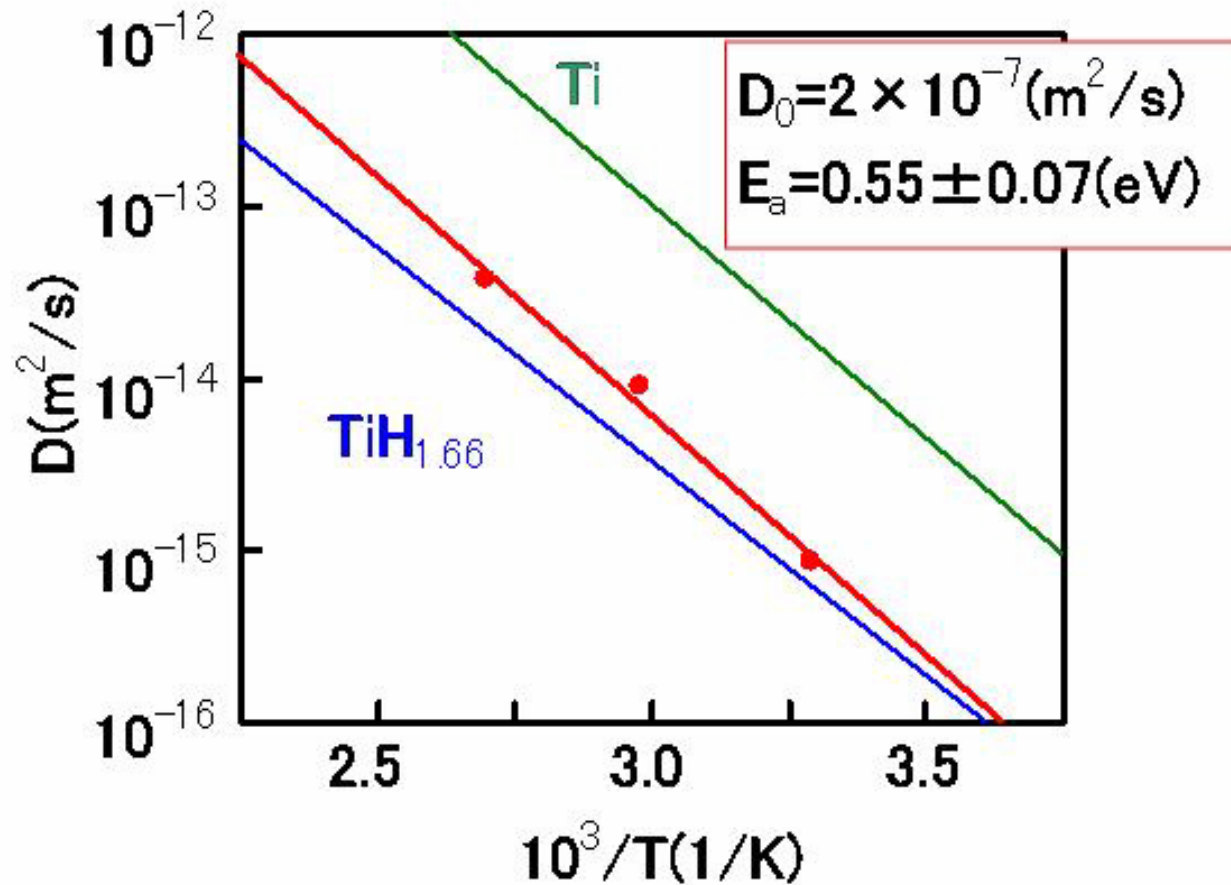


シミュレーションと実験結果の対応



結果

チタン水素化物中の水素の拡散係数





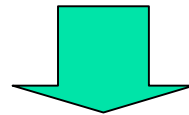
まとめ

- チタン中の水素化物

X線屈折コントラスト法(DEI法,
REI法)で観察可能

- 電解チャージ時間, 温度の差

水素化物の形成層の厚さの差



水素の拡散係数の決定

$$D(T)=2 \times 10^{-7} \exp(0.55 \text{ eV}/kT) \text{ m}^2/\text{s}$$



謝 辞

金沢大学医学部

岡本博之

長崎大学教育学部

古谷吉男

新居浜工業高等専門学校

川崎宏一

SPring-8

梶原堅太郎

KEK-PF

平野馨一