

氏名(本籍)	倉持信一 (茨城県)
学位の種類	工学博士
学位記番号	博甲第372号
学位授与年月日	昭和61年3月25日
学位授与の要件	学位規則第5条第1項該当
審査研究科	工学研究科
学位論文題目	Nbの格子欠陥の内耗による研究
主査	筑波大学教授 工学博士 奥田重雄
副査	筑波大学教授 理学博士 鈴木哲郎
副査	筑波大学教授 工学博士 大塚和弘

## 論 文 の 要 旨

実用材料としての体心立方金属はFeが古くから知られているが、近年、Nb, Ta, W等の高融点遷移金属が高温材料あるいは超電導材料として重要視されてきている。本論文は典型的な体心立方金属であるNbについて、その機械的性質を支配する転位運動を、内耗(内部摩擦)、弾性率測定的手法を用いて解明したものであり、特に100K以下の低温で生ずる転位運動を調べ、転位のキャラクター、運動機構を明らかにした。また、Nb等のVa族金属は水素との強い親和性が知られているが、上述の測定手法を用いて低温におけるNb中の水素の挙動を解明した。

第1章は序論である。先づ、転位運動に起因する緩和型内耗ピークについての従来の研究状況を概観し、次いで試料の高純度化、低水素濃度化の重要性を指摘しつつ、本研究の目的と意義について述べている。

第2章では、本研究で用いた試料および実験装置について述べている。試料については、超高真空熱処理による高純度化の手法、Pd被覆による低水素濃度化の手法について詳述している。測定法については、内耗の定義、弾性率と共振周期との関係、静電駆動型内耗測定装置の構成、液体He中で試料を加工するための工夫等について述べている。

第3章では、高純度Nbを用いて行った内耗、弾性率の測定結果について述べている。10at. ppm程度の水素を含む酸化物被覆試料では、低温において転位の水素によるピンニング効果が著しく、ピンニングを除去するための手法が必要であることを述べ、その手法として、高振巾による転位のブレイクアウェイ、室温から液体He温度への急冷、液体He中での加工を利用した実験結果について

記している。これらの手法の中でブレイクアウェイの方法が最も有効であり、100K以下に3種類のブレイクアウェイ過程が存在すること、この内、2種類のブレイクアウェイはそれぞれ内耗ピークの $\alpha_1$ および $\alpha_2$ と対応づけられることが示された( $\alpha_1$ および $\alpha_2$ ピークは $\alpha$ ピークと称されている内耗ピークのサブピークである)。また、これらの手法によりピンニングを除去しても試料温度の上昇と共に再ピンニングを生ずるが、この過程より水素の挙動が調べられた。

Pd被覆試料については、脱水素処理(450K, 空气中焼鈍)によりほぼ完全に残留水素が除去される(残留水素濃度1 at. ppm以下)こと、およびその結果として、転位運動に起因する内耗ピーク( $\alpha$ ピーク)が大きく成長することが示された。また、内耗ピークの歪振巾依存性を調べることにより、脱水素処理直後に現われる $\alpha$ ピークは $\alpha_1$ ピーク成分のみであることが明らかにされた。脱水素処理をした試料で $\alpha_2$ ピークを生じさせるためには、加工中での水素汚染を避けることのできる液体窒素中での加工が有効であることが示され、脱水素試料の $\alpha_1$ ピークおよび $\alpha_2$ ピークについて加工度、加工温度による変化が系統的に調べられた。

第4章では、転位運動に起因する内耗ピークの理論的モデルを述べると共に、それと対比しながら実験結果の解析を行っている。転位運動の素過程としてはキンクの拡散およびキンク対形成の2種類が考えられるが、体心立方金属ではらせん転位に対するパイエルスポテンシャルが著しく異なるために、(1)非らせん転位上のキンク拡散、(2)らせん転位上のキンク拡散、(3)非らせん転位上のキンク対形成、(4)らせん転位上のキンク対形成の4種類が区別される。この内(4)の運動は室温以上で起ることが知られており、 $\gamma$ ピークと呼ばれる内耗ピークがそれに対応する。本論文では(1)~(3)の運動と内耗ピークの対応を明らかにしたものである。キンク拡散とキンク対形成を区別するには、その過程の活性化体積が良い指標となるが、酸化物被覆試料のブレイクアウェイについて解析した結果、 $\alpha_1$ が(2)、 $\alpha_2$ が(3)の運動に対応していることが明らかにされた。また、(1)の運動は液体He温度以下で起ることが推定された。一方、Pd被覆試料については、脱水素処理中に非らせん転位が酸素等の不純物原子によってピンニングされるために脱水素処理直後には $\alpha_2$ ピークが観測されないということを示している。

次に、Pd被覆試料において得られた $\alpha_1$ ピークおよび $\alpha_2$ ピークから(2)、(3)の運動に対する熱活性化パラメーターが求められた。低温での水素の運動については、その検出に転位運動を利用するのが有効であることを示し、100K以下に3種類の水素のトラッピング状態があること、および水素は液体He温度近傍でも拡散できることを示している。

第5章は本研究の総括であり、本研究の結果を要約している。

なお、附録1ではNb中の平衡水素濃度の計算、附録2ではPd被覆したNb中の水素のポテンシャルエネルギーを示している。

## 審 査 の 要 旨

転位運動の素過程を明らかにすることは、金属材料の塑性挙動の解明に対する基礎を与えるものとして重要である。著者は低温で生ずる転位運動をとりあげて研究対象とした。Nb等のVa族金属では通常、低温における水素による転位のピンニングのためこれらの研究は困難とされて来た。本研究ではブレイクアウェイ過程を解析すること、およびその後のピンニング挙動の相異から転位のキャラクターゼーション、運動機構の解明に成功した。また、転位運動を利用して低温における水素の挙動を高感度で検出できることを示しているが、この点は今後の発展が期待される。

残留水素を殆んど完全に除去した試料についての研究例は世界的にもまだ極めて少ないが、脱水素過程における非らせん転位の選択的ピンニングを明らかにし、また、液体窒素中での加工により非らせん転位の運動の観測に成功したのは本論文が初めてであり、この方面の研究への重要な寄与といえる。本研究ではこれらの手法により水素フリーの状態でのらせん転位上のキンク拡散、非らせん転位上のキンク対形成の熱活性化パラメーターを求めることに成功している。以上の点でこの論文は高く評価できる。

よって、著者は工学博士の学位を受けるに十分な資格を有するものと認める。