

【ノート】

【令和2年度 先端技術等調査研究事業】

機能材料中の軽元素化合物がもたらす材料特性向上・劣化に関する研究

伊藤 桂介, 浦 啓祐, 曾根 宏, 今野 政憲^{*1}

材料開発・分析技術部

(*1現 食品バイオ技術部)

機能材料の表面や内部に存在する酸化物・窒化物・炭化物などの軽元素化合物は、材料性能に多大な影響を与える。しかし、分析対象が軽元素であること、微量含有であることから適用可能な分析手法が限られることが多く、しばしば製品の性能・歩留まり向上を目指すうえで障害となっている。そこで本研究では、産業的に重要な機能材料を対象として、軽元素化合物に適した測定ノウハウを蓄積することを目指した。

キーワード：軽元素, 金属粉末, 放射光, XAFS

1 緒言

機能材料の内部や表面には、保管時の腐食や製造工程でのコンタミネーションに由来する軽元素化合物(酸化物, 窒化物, 炭化物等)が存在する。これらの化合物は母体材料と全く異なる物性をもち、しばしば製品特性に予期せぬ影響を及ぼす。特に近年需要の増す粉末や薄膜等の高度電子材料製品においては、微量の含有であっても大きな性能向上・劣化を引き起こされるため、これら軽元素化合物の把握と対策が重要なテーマとなっている。

2 金属粉末表面の軽元素化合物

軽元素化合物の存在が大きく影響する材料として、金属粉末が挙げられる。これら金属粉末の表面には酸化物や水酸化物等から構成される被膜層が存在し、粉末焼結や焼成のプロセスに大きな影響を及ぼす。とくに、近年注目される電子ビームやレーザーを用いた金属粉末積層造形においては、これらの被膜層が最終造形物の強度やプロセスの再現性に多大な影響を及ぼすことが認識されつつあり、粉末管理及び表面改質技術の開拓が急務となっている。

しかし、その組成は母材金属の元素種や製造プロセスなどに依存した多種多様な化学状態が候補となるため、正確な分析が非常に難しい。現状で最も一般的な実験手法はX線光電子分光法であるが、本質的でない表面汚染に影響されうること、エッチングに伴う酸化数変化が懸念されることから、異なる分析手法の開拓は重要である。その中でもX線吸収微細構造(XAFS)分析は、

注目元素の電子状態だけでなく周辺環境も得ることが可能であるため、非常に効果的な分析手法となることが期待される。

そこで本研究では、金属粉末の表面に存在する軽元素化合物の分析手段を探るため、あいちシンクロtron光センター(あいちSR)の放射光源を利用し、チタン合金粉末のXAFS測定を実施した。

3 あいちシンクロtron光センターにおけるXAFS分析

3.1 あいちSR

あいちSRは愛知県瀬戸市に立地し、周長72m、電子エネルギー1.2GeVの蓄積リングを有している。国内に存在する放射光施設の中でも産業利用に力を入れていることが特徴であり、2019年度では利用者のうち6割程度が産業界ユーザーとなっている¹⁾。

3.2 XAFS分析

XAFS分析は、X線の吸収端近傍に現れる微細な構造から、任意の元素に関する電子状態や化学状態を抽出する実験手法である。高強度のX線が必要となるため、現状では放射光源を用いた測定が一般的である。産業利用の観点からは、測定可能な試料形態(固体か液体か、結晶か非晶質か、など)が幅広いこと、検出系が比較的単純なため、試料環境制御などの自由度が高いことなどの利点があり、広く活用されている手法である。

3.3 ビームライン等選定と試料準備

本研究では、TiAl及びTi-6Al-4Vの2種のチタン合金粉末を測定試料とした。目的とする元素によって必要なX線エネルギーが異なるため、O K-edge, Al K-edge, Ti L-edgeの測定を念頭に置き、ビームラインBL1N2を利用した軟X線領域のXAFS分析を行うこととした。検出法は全電子収量法(TEY)及び部分蛍光収量法(PFY)を併用した。チャージアップ防止のため、インジウムシートに貼り付けたものを測定試料とした。

4 実験結果

図1に、Ti L-edge付近のXAFSスペクトルを示す。TEYスペクトル(上段)に注目すると、Ti L-edge及びO K-edgeによるピークが明瞭に観測されており、表面酸化物層を反映したデータが得られていることがわかる。しかし、TiのEXAFS振動と思われるスペクトルのうねりとTi, O以外の微量元素の吸収が存在し、スペクトルの切り分けは困難となっている。PFYスペクトル(下段)については、蛍光取得帯域の設定が難しいこと、マシンタイムの都合上積算時間が取れなかったことから、S/Nが十分でないデータとなった。

図2は、Al K-edge付近のXAFSスペクトルである。TEY(上段)、PFY(下段)の両検出法にて、良好なスペクトルを取得することができた。両者ではAl濃度が異なるため、PFYでの自己吸収に注意する必要があるが、TiAlとTi-6Al-4Vのスペクトルを比較すると、EXAFS振動の強度及び位相の両者に違いが存在しており、化学状態の違いが示唆される。

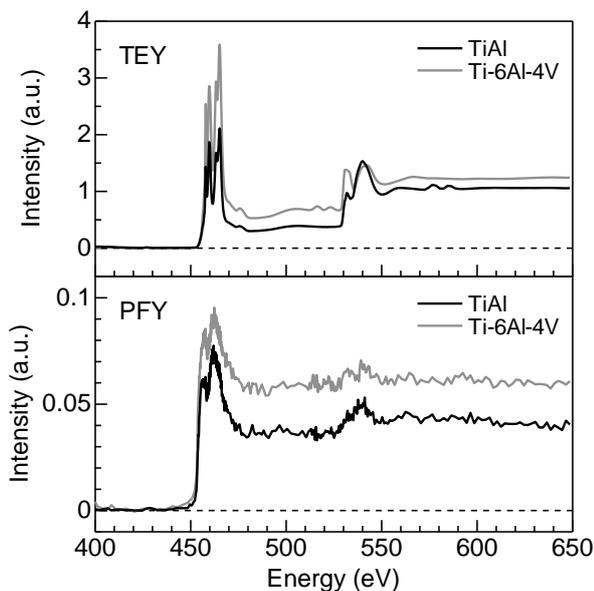


図1 Ti-Al 及び Ti-6Al-4V 粉末の Ti L-edge XAFS スペクトル

いが示唆される。また、それぞれの合金におけるTEYとPFYのスペクトル形状の違いから、ごく表層部と比較的内部的な情報を比較できる可能性がある。

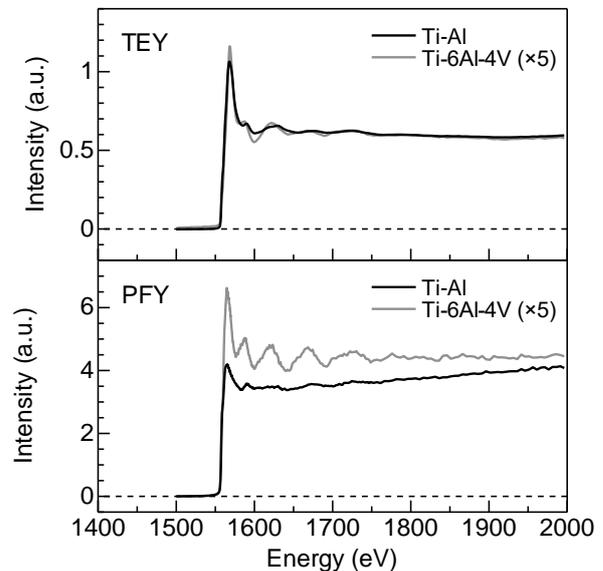


図2 Ti-Al 及び Ti-6Al-4V 粉末の Al K-edge XAFS スペクトル

5 結言

金属粉末を対象として、あいちSRにおける軟X線XAFS分析を行い、表面に存在する軽元素化合物の分析に有効であることが示唆される結果を得た。今後、詳細な解析を実施するとともに、今後、異なる合金種や製法の粉末について分析を行っていきたい。

謝辞

本事業を進めるにあたり多大なご協力を頂きました、東北大学金属材料研究所 千葉晶彦教授、青柳健大助教、柳原圭司研究員、あいちシンクロトロン光センター 塚田千恵産業利用コーディネータ、あいち産業科学技術総合センター 杉山信之研究員に深く御礼申し上げます。

参考文献

- 1) 鈴木 宏正:“あいちシンクロトロン光センターの概要と産業利用”, 軽金属, Vol.70, No.10, pp.483-489, 2020.