

LBE（鉛ビスマス共晶合金）の結晶構造解析

Crystal Structure Analysis on LBE (Lead-Bismuth Eutectic)

大平 直也¹⁾ 田端 千紘²⁾ 樹神 克明²⁾
Naoya ODAIRA Chihiro TABATA Katsuaki KODAMA

¹⁾京都大学 ²⁾原子力機構

（概要）

LBE（鉛ビスマス共晶合金）は、凝固後、相変態によって膨張する性質をもつ。よって LBE が容器や配管内で凝固すると、それらを変形させる可能性がある。本研究では、中性子回折を用いて LBE の結晶構造解析を行い、時間経過による結晶構造の変化を明らかにする。

キーワード：LBE、結晶構造解析、経時変化

1. 目的

LBE（鉛ビスマス共晶合金）は、凝固後に常温で保持することで百時間以上かけて相変態が起こり、それに伴い徐々に膨張していく性質をもつ。LBE は凝固時に合金相である ϵ 相と α -Bi 相に分離し、密度が低い α -Bi 相の割合が増えることで膨張する。申請者は J-PARC BL-22 RADEN を用いて容器内部にある LBE のひずみを評価する実験・研究を実施した。解析には、文献にあった少し組成が異なる ϵ 相の結晶構造情報を用いていたが、微小な面間隔の差からひずみ分布を算出しているため、本研究に即した LBE の結晶構造解析を精度良く行い、得られたデータを用いて再計算をする必要がある。また、不定比合金相である ϵ 相は相変態により格子面間隔および格子定数が変化していく可能性があるため、結晶構造の経時変化も同時に得たいと考えた。

2. 方法

本研究では、室温下における単純な中性子回折でバルク体 LBE の結晶構造解析を行う。高精度に面間隔および格子定数を得るため、事前に用意した安定化試料に対しては 1 試料につき 6 時間程度の中性子回折実験を行った。また、30 時間程度経過した試料であれば比較的ゆっくりと相変態が進むが、初期の経時変化は比較的早い。そこで、その場で LBE を加熱・凝固させて試料を作成した。この試料に対して 2 時間ごとに測定を終了し、初期の時間経過を明らかにした。得られたデータに対してリートベルト解析を行い、時間経過に対する LBE の結晶構造の変化を明らかにした。

3. 結果及び考察

図 1 に ϵ 相に対する格子定数の変化を示す。図 1 左図は a/b 軸の変化、右図は c 軸の変化を示している。図からわかるようにどちらも時間経過に応じて格子定数が小さく変化していることがわかる。また、これまでの研究から予想していた通り[1]、100 時間程度を経過した試料ではほとんど変化が見られない。一方で、 a/b 軸は初期の変化量が小さく、 c 軸は凝固直後から変化し、最終的には 0.2%程度の縮小がみられる。この結果から、合金相 ϵ 相は c 軸方向に縮み α -Bi 相を形成するプロセスが優勢だと考えられる。次に図 2 に α -Bi 相の結晶構造の経時変化を示す。図 1 と同様に、左図が a/b 軸の変化を

示しており、右図は c 軸の変化を示す。 α -Bi 相は変化しないか、変化しても ϵ 相よりも変化が小さいと予想していたが、それとは異なった結果が得られた。また、 ϵ 相は空間群 $P63/m$ で示される六方晶に分類され、 α -Bi 相は空間群 $R-3m$ で示される三斜晶であるため結晶構造としては異なるが、 α -Bi 相と ϵ 相は非常に近い c 軸の変化を示している。現状ではこの現象に対する回答は得られていないが、相変態と関係しているのは間違いないと思われる。

4. 引用(参照)文献等

[1] Naoya Odaira, Characterization of mechanical strain induced by lead-bismuth eutectic (LBE) freezing in stainless steel cup, Heliyon, 6, 2, e03429 (2020)

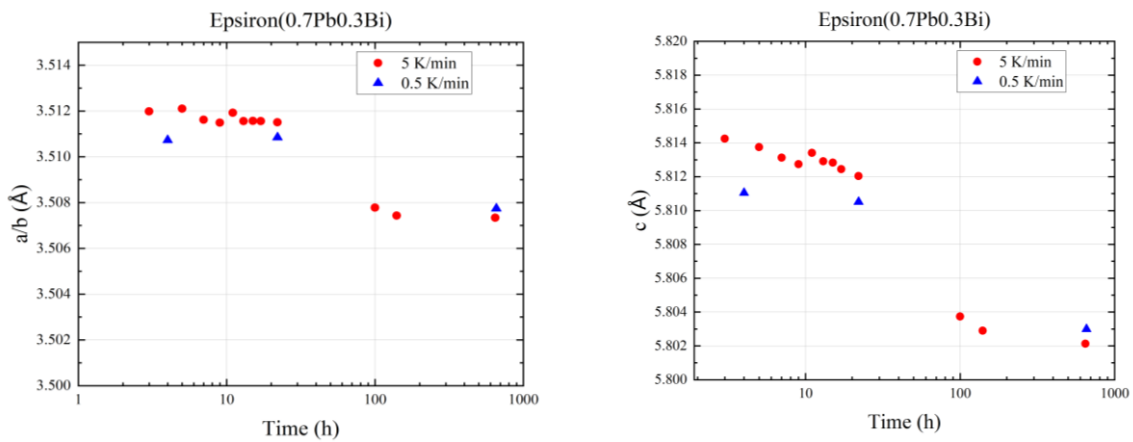


図1 ϵ 相に対する a/b 軸(左図)、 c 軸(右図) 格子定数の経時変化

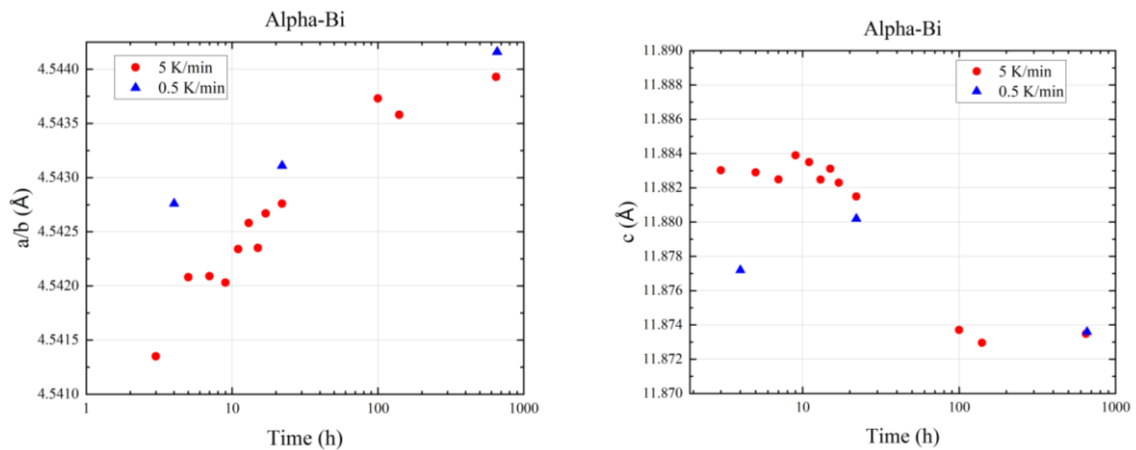


図2 α -Bi 相に対する a/b 軸(左図)、 c 軸(右図) 格子定数の経時変化