

“ミュオンスピン緩和スペクトル法の 工業的応用研究部会”

松田健二(富山大)、西村克彦(富山大)、柴柳敏哉(富山大)、
布村紀男(富山大)、松崎禎市郎(理研)、渡邊功雄(理研)、
友野 大(京都大)、里 達雄(東工大)、伊藤吾郎(茨城大)、
廣澤渉一(横浜国大)、

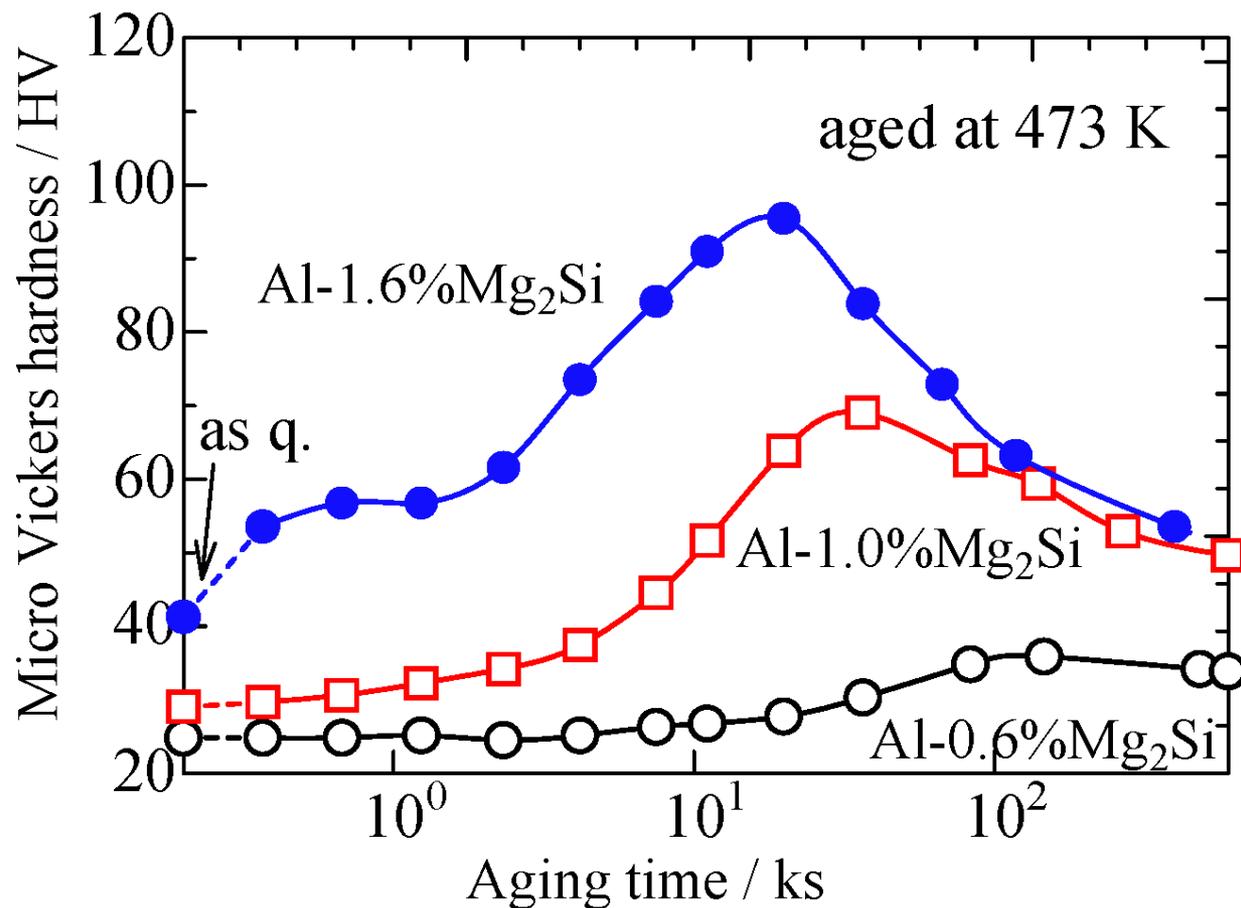
浅野峰生(UACJ)、蔵本 遼(UACJ)、櫻井健夫(神戸製鋼)、
高木英俊(三協立山)、谷畑弘之(YKKAP)、日比野旭(UACJ)、
吉田朋夫(アイシン軽金属)

目的: ミュオンスピン緩和法を応用展開して6000系アルミ合金
を中心にAl合金中での原子空孔および水素の挙動を解明して、
原子空孔及び水素挙動の検出装置としての顕在化を行う。

Al-Mg-Si合金の機械的強度

- 1) 溶質元素濃度Mg, Si
- 2) 熱処理温度
- 3) 熱処理時間

Matsuda et al., 軽金属, 47,1997, 493

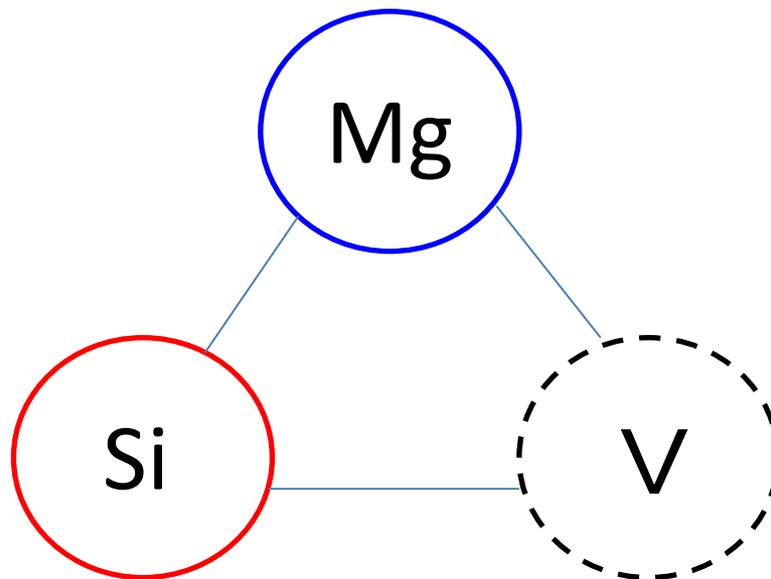


機械的強度と析出組織の関係

過飽和固溶体 (SSSS) → ナノクラスター (Mg-Si-v)
→ GPゾーン → β'' (単斜晶)
→ β' (六方晶、斜方晶) → β (正方晶)

ナノサイズで高密度のMg₂Si析出物が機械的強度を高くする。

→ 高密度にクラスターができることが重要

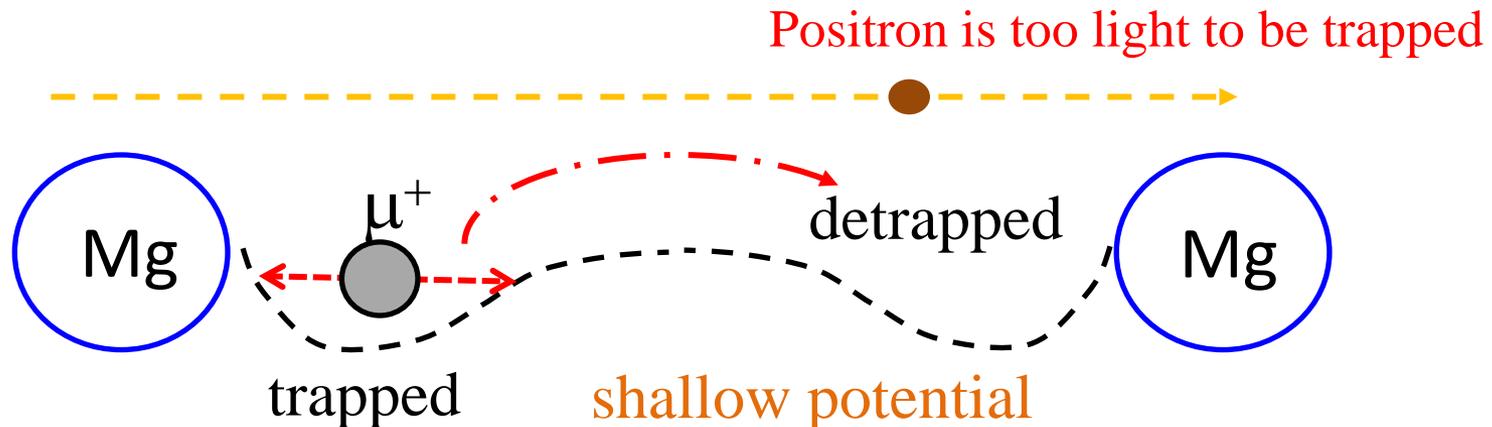


原子空孔の研究法

ミュオンสปิน緩和法と陽電子消滅法の比較

- 1) μ^+ の寿命は **2.2 μsec** (e^+ の約10000倍)
> 金属中の陽電子の平均寿命 $\sim 0.2 \text{ nsec}$
- 2) μ^+ の質量は、電子の 約 **207 倍**

陽電子と比較して、大きな質量と長い寿命により、長時間試料内に滞在し、相互作用して、多くの情報を提供する。



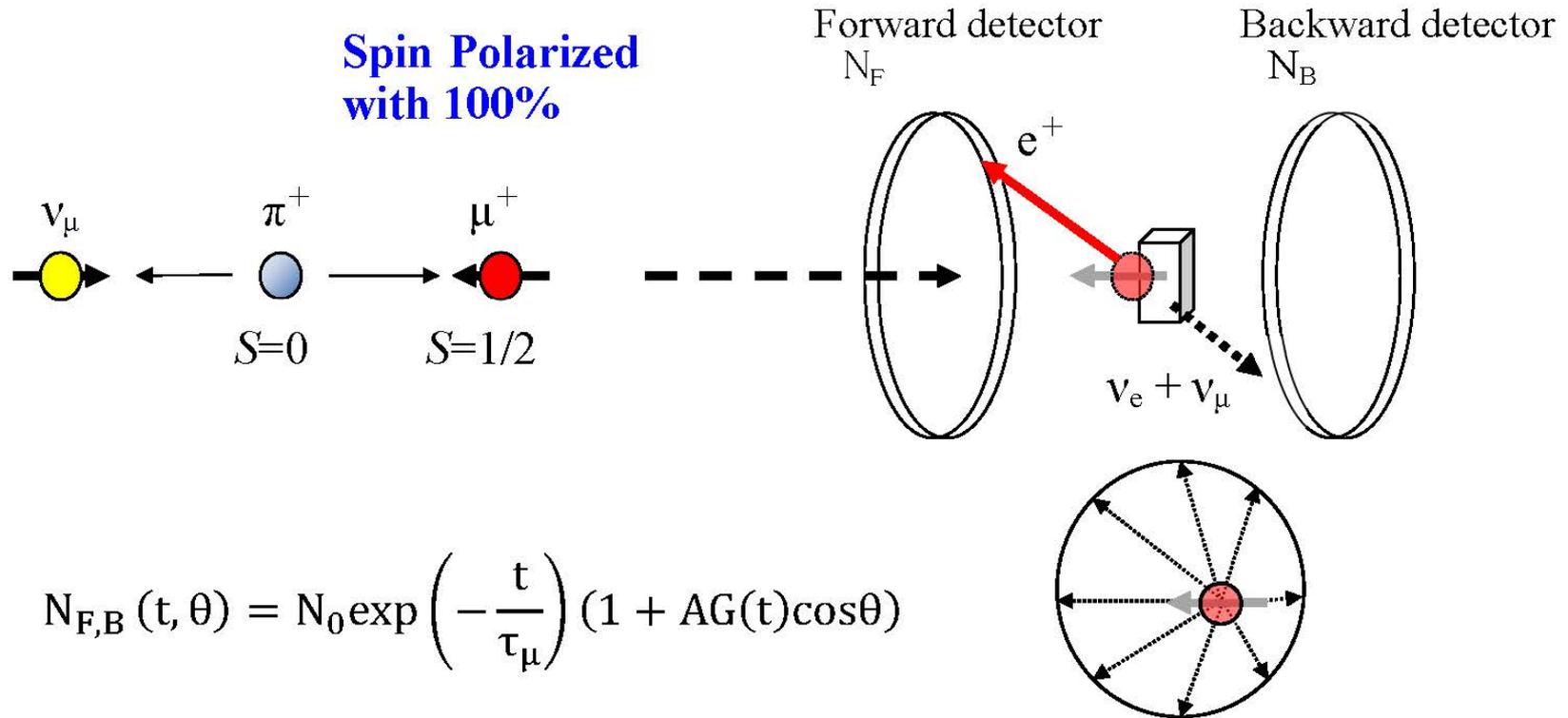
全ての試料は、最初に溶体化処理(575°C、1時間保持、氷水で急冷)された。

- 1) データ(*-AQ.)は、溶体化処理後、15分程度で250K以下に冷却された。
- 2) データ(*-...d)は、溶体化処理後、室温で自然時効が施された。
- 3) データ(*-...C)は、溶体化処理後、再び1000分間、人工時効された。

Composition	heat treatment		label name
1.07% Mg, 0.53% Si	~15 min	RT	1.6-AQ
	15~365 days	RT	1.6-15d, 1.6-163d, 1.6-1y
	1000 min	70 ~ 350 °C	1.6-70C, 1.6-100C, 1.6-150C
			1.6-200C, 1.6-350C
0.5% Mg	~10 min	RT	0.5Mg-AQ
	13 days	RT	0.5Mg-13d
	1000 min	200 °C	0.5Mg-200C
0.5%Si	~10 min	RT	0.5Si-AQ
	12 days	RT	0.5Si-12d
	1000 min	200 °C	0.5%Si-200C
0.01% trace elements	66 days	RT	base

ミュオン спин緩和法の原理

μ^+ のスピンは、速度方向と逆向きに100%偏極している



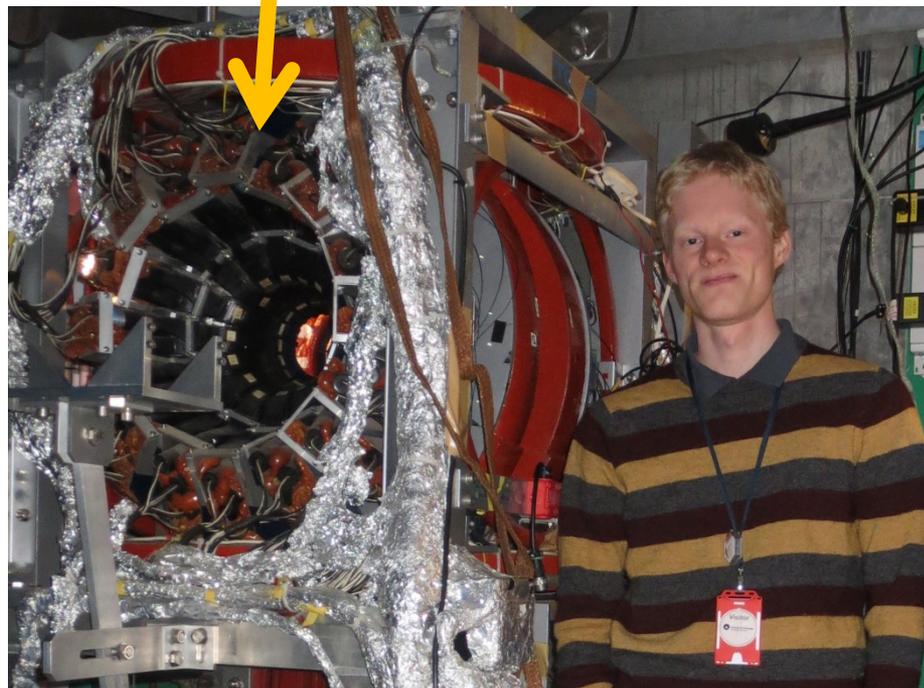
$$2AG(t) = \frac{N_F(t) - N_B}{N_F(t) + N_B}$$

μ^+ の崩壊で放出される陽電子の放射確率は、スピン方向に対して異方的である

RIKEN-RAL (Rutherford Appleton Laboratory) muon facility



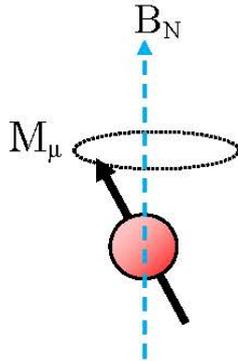
陽電子検出器



スピン緩和の原因

ミュオン磁気双極子とAl原子核磁気双極子の磁気相互作用
(MgとSiの核磁気の影響は、無視できる)

Larmor precession of muon spin



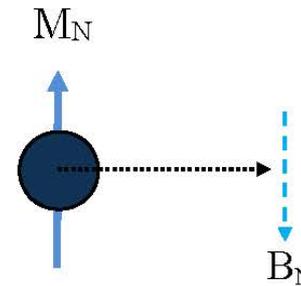
$$m_\mu = 1.8835 \times 10^{-28} \text{ kg} \sim 200 m_e$$

$$M_\mu = 4.4904 \times 10^{-26} \text{ J/T}$$

$$\tau_\mu \times \frac{M_\mu}{h} = 149 \text{ /T}$$

$$\frac{M_\mu \cdot B_N}{h} \sim 0.3 \text{ MHz} = \mathbf{0.3 / \mu\text{sec}}$$

Magnetic dipole field produce by ^{27}Al nuclear magnetic moment



^{27}Al : natural abundance $\sim 100\%$

$$M_N(^{27}\text{Al}, I = 5/2) = 1.84 \times 10^{-26} \text{ J/T}$$

$$B_N = \frac{\mu_0}{4\pi} \left(-\frac{M_N}{r^3} + \frac{3(M_N \cdot r)r}{r^5} \right)$$

$$\rightarrow \frac{-\mu_0 M_N}{4\pi r^3} \quad \text{at } \theta = \frac{\pi}{2}$$

$$\sim \mathbf{2.0 \text{ mT}} \text{ for } r = 1 \text{ \AA}$$

核スピンの作る磁場による緩和

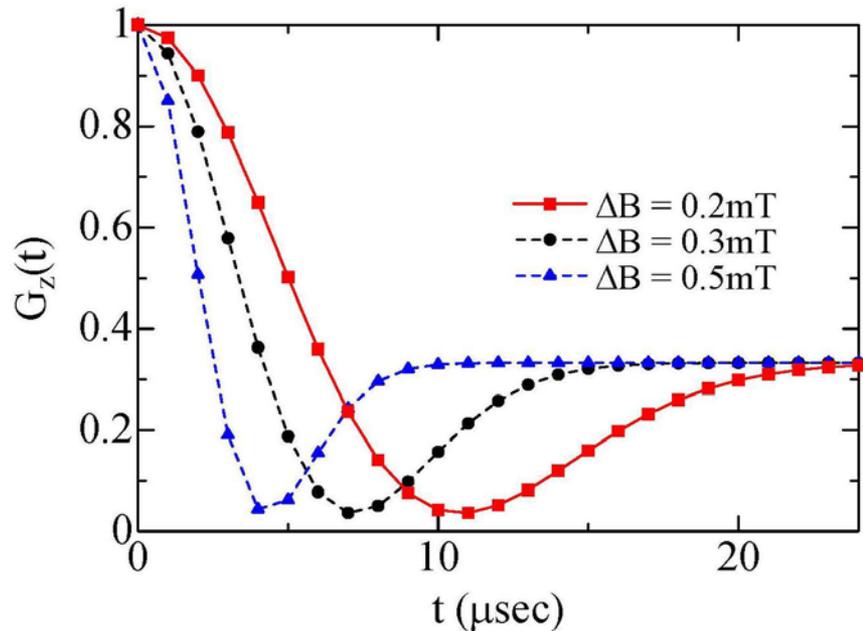
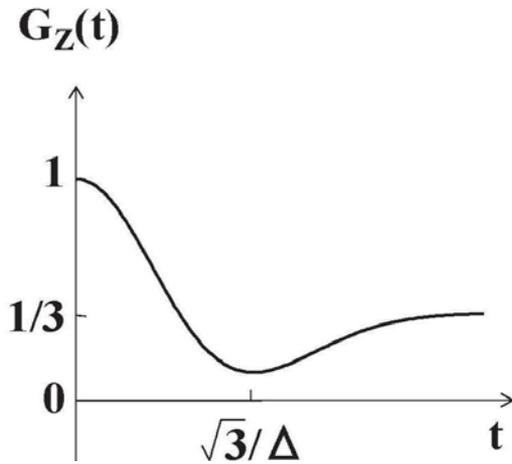
ミュオンが停まっている各場所のランダム磁場

仮定: ガウス分布

$$G_z(t) = 1/3 + (2/3)(1 - \Delta^2 t^2) \exp(-\Delta^2 t^2/2)$$

久保-鳥谷部関数

Δ : 磁場分布の半値幅
と γ_μ の積

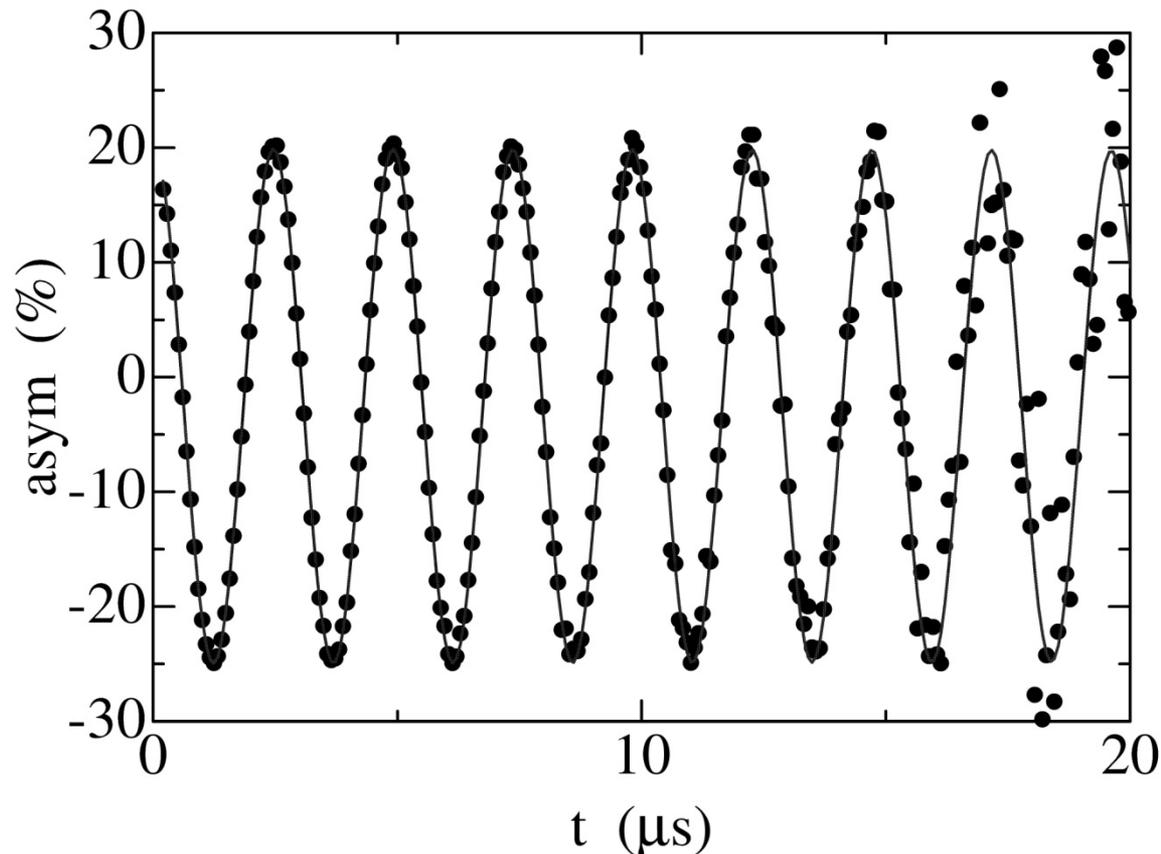


ミュオン спин 回転 スペクトル @ 外部磁場 = 3mT

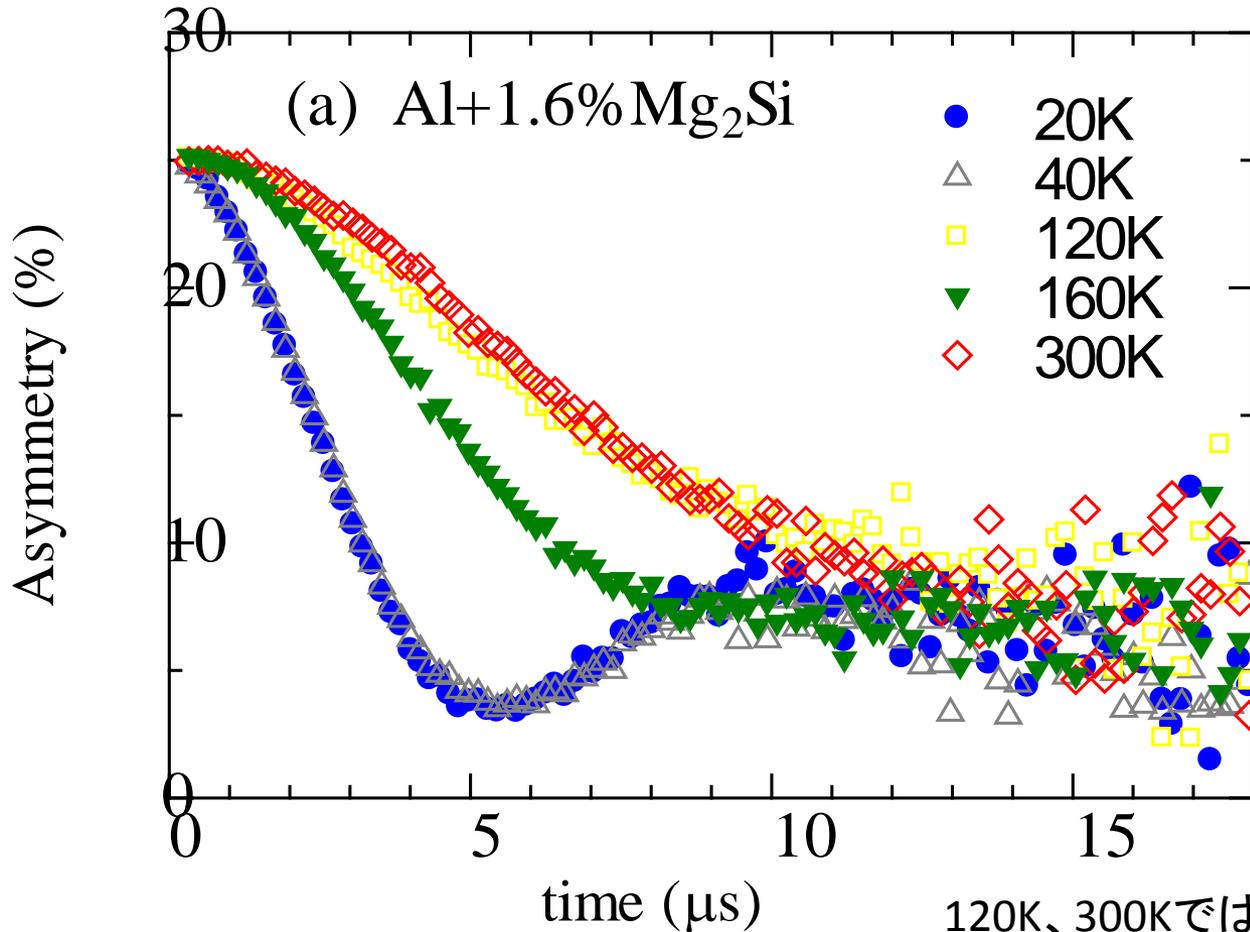
試料: Al

測定温度: 200K

外部磁場: 縦磁場 3mT (-> 0.4MHzのミュオン スピン 歳差運動)



Al-1.6%Mg₂Si急冷試料のゼロ磁場 ミュオンスピン緩和スペクトル@20K~300K



20K、40Kでは、ミュオンはあるサイトに捕獲されている。

120Kと160Kで、捕獲率が逆転している

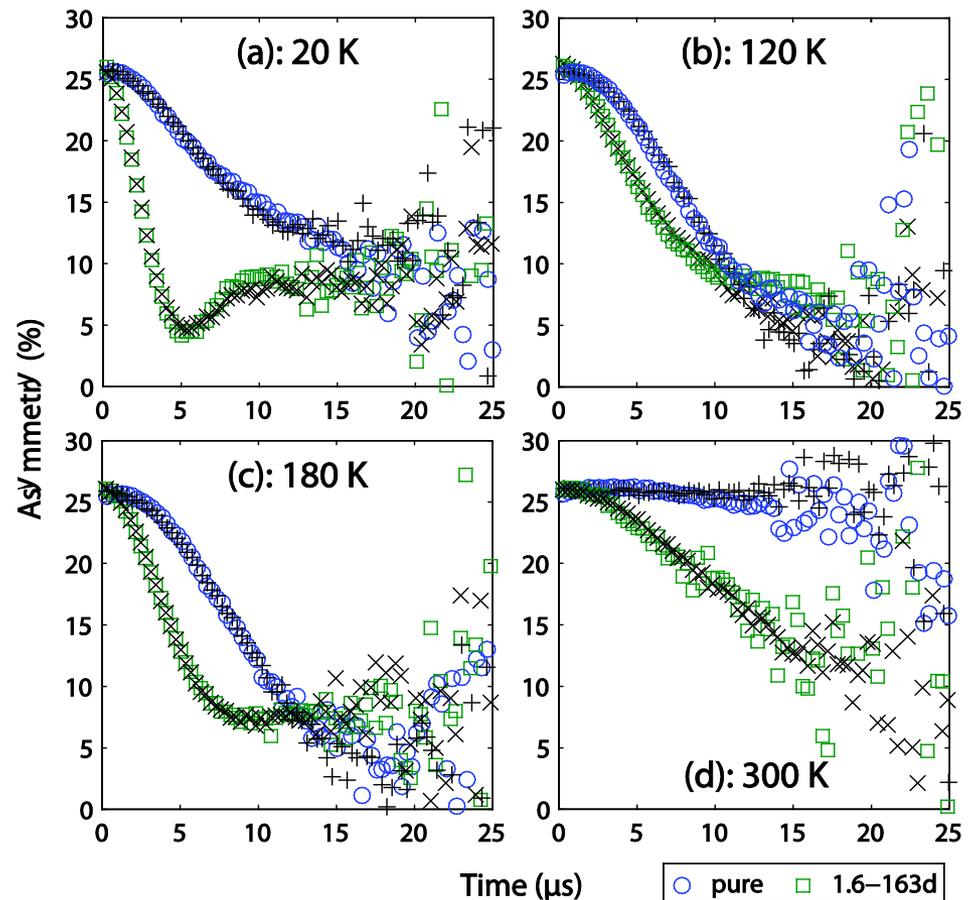
120K、300Kでは、ミュオンは捕獲と拡散繰り返している。

スペクトル解析: モンテ・カルロ・シミュレーション

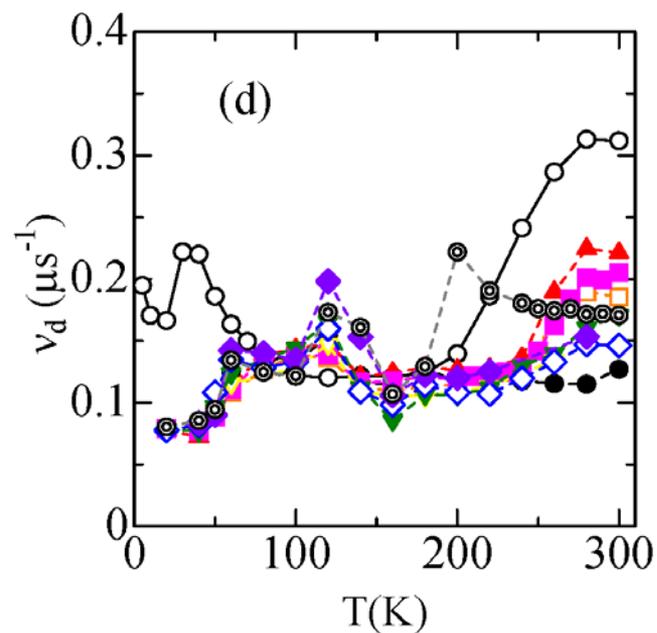
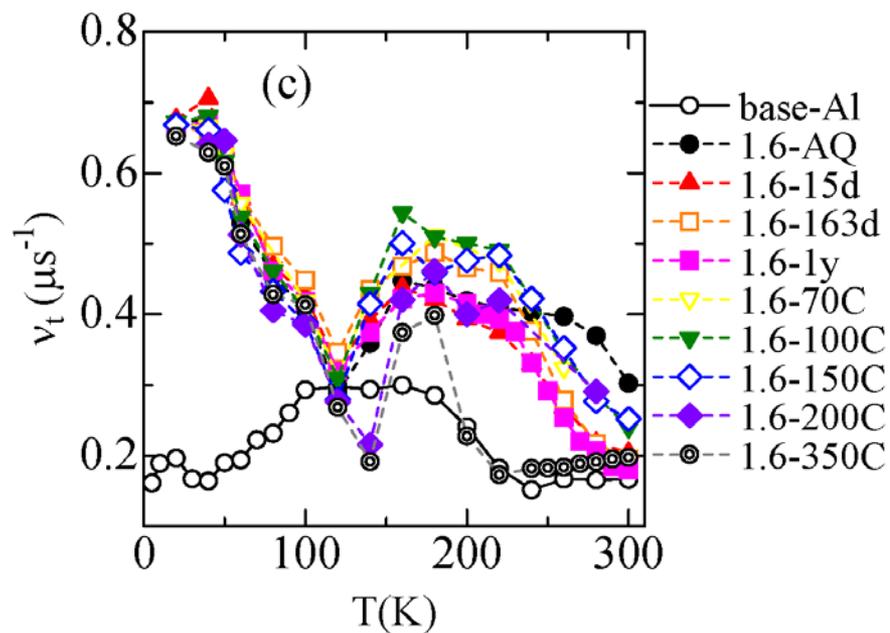
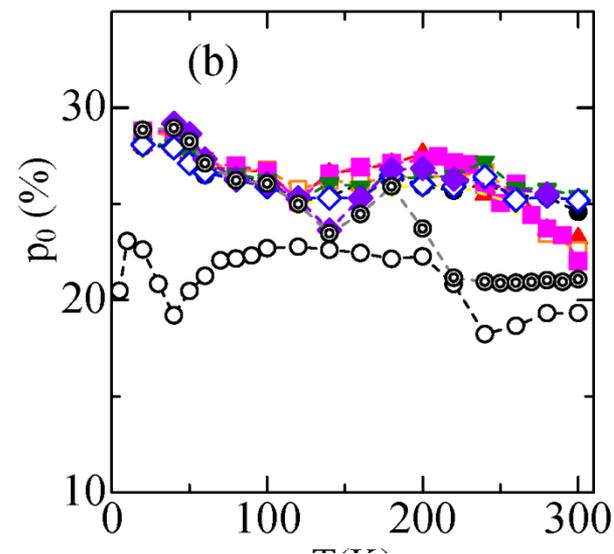
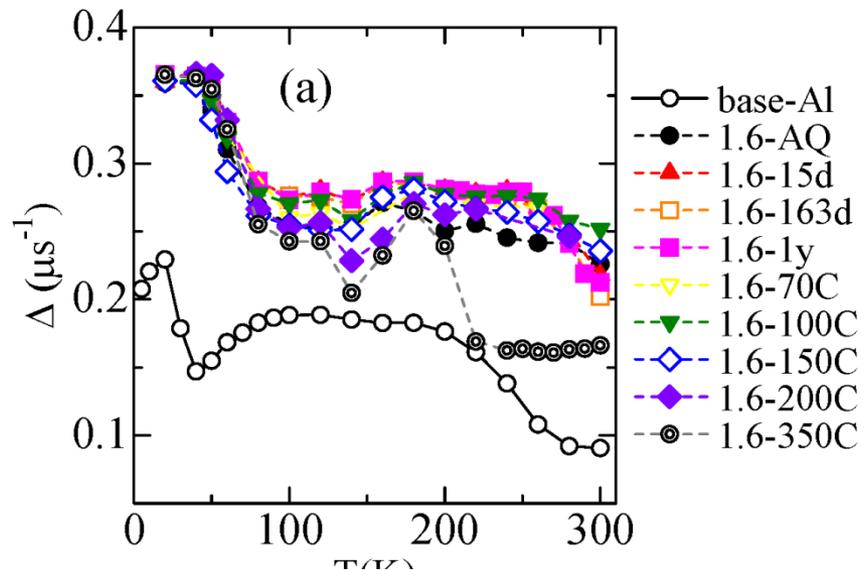
- Muons are simulated one by one with a Monte Carlo algorithm, in close connection to the experiment.
- Four fitting parameters are used (same as in Hatano et al. (1984)):

- Dipolar width Δ
- Trapping rate v_t
- Detrapping rate v_d
- Fraction of initially trapped muons p_0

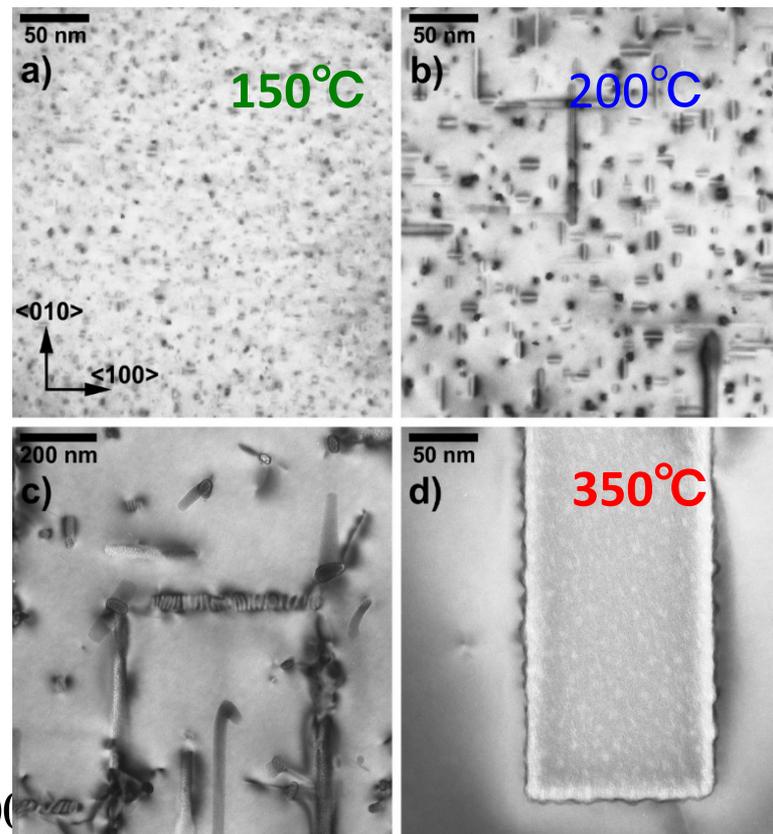
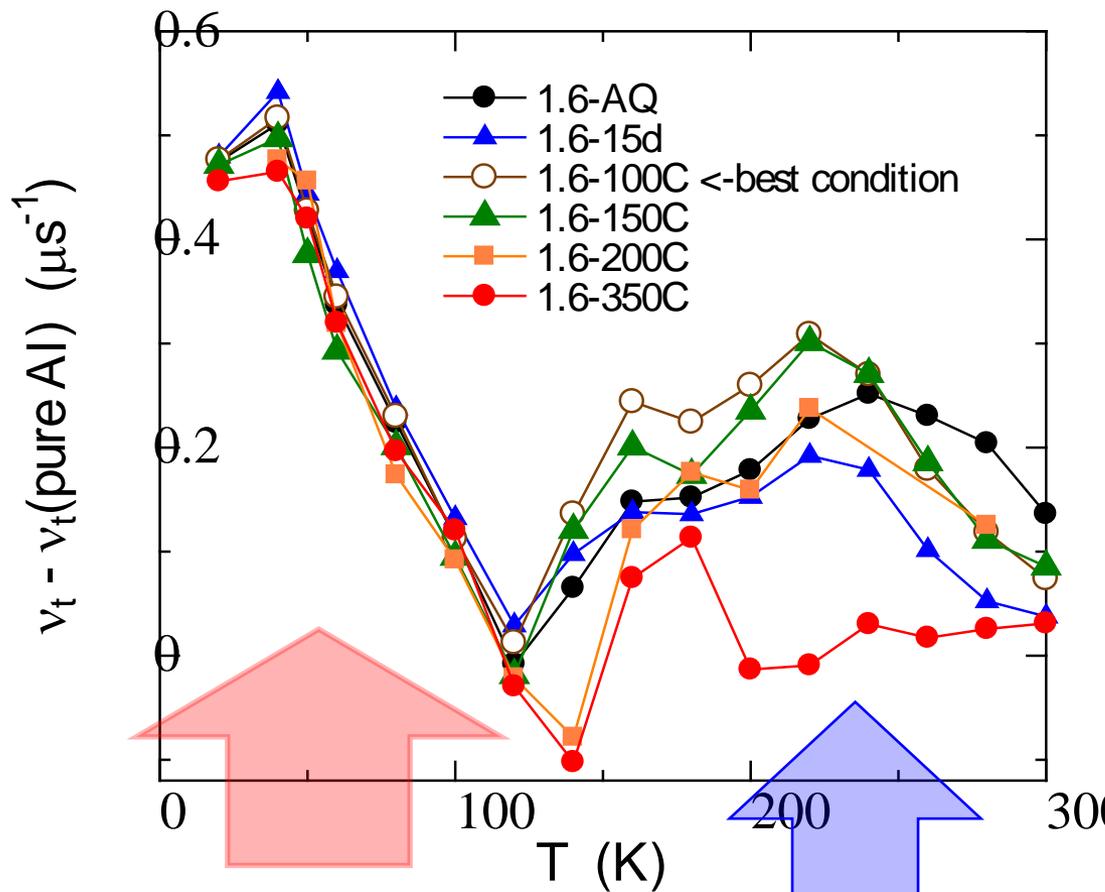
- Example of experimental and simulated relaxation functions:
(black crosses are simulated)



Fitting results of Δ , P_0 , v_t and v_d with Al-1.6%Mg₂Si samples



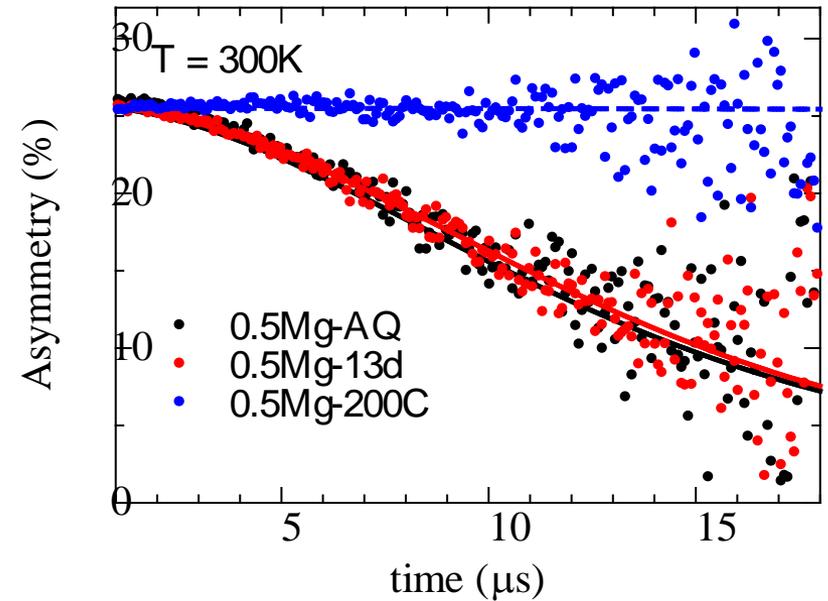
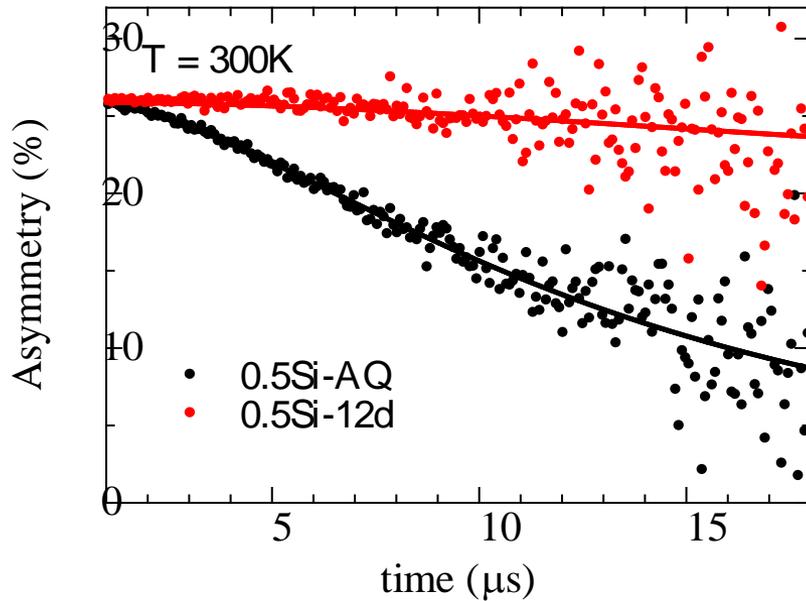
(Observed v_t - baseAl v_t) -> 溶質元素に起因するミュオン捕獲



溶解しているMgが作る浅いポテンシャルによる捕獲

クラスター, etcに起因する捕獲

熱処理効果: Al+0.5%SiとAl+0.5%Mgの緩和スペクトル 測定温度は300K

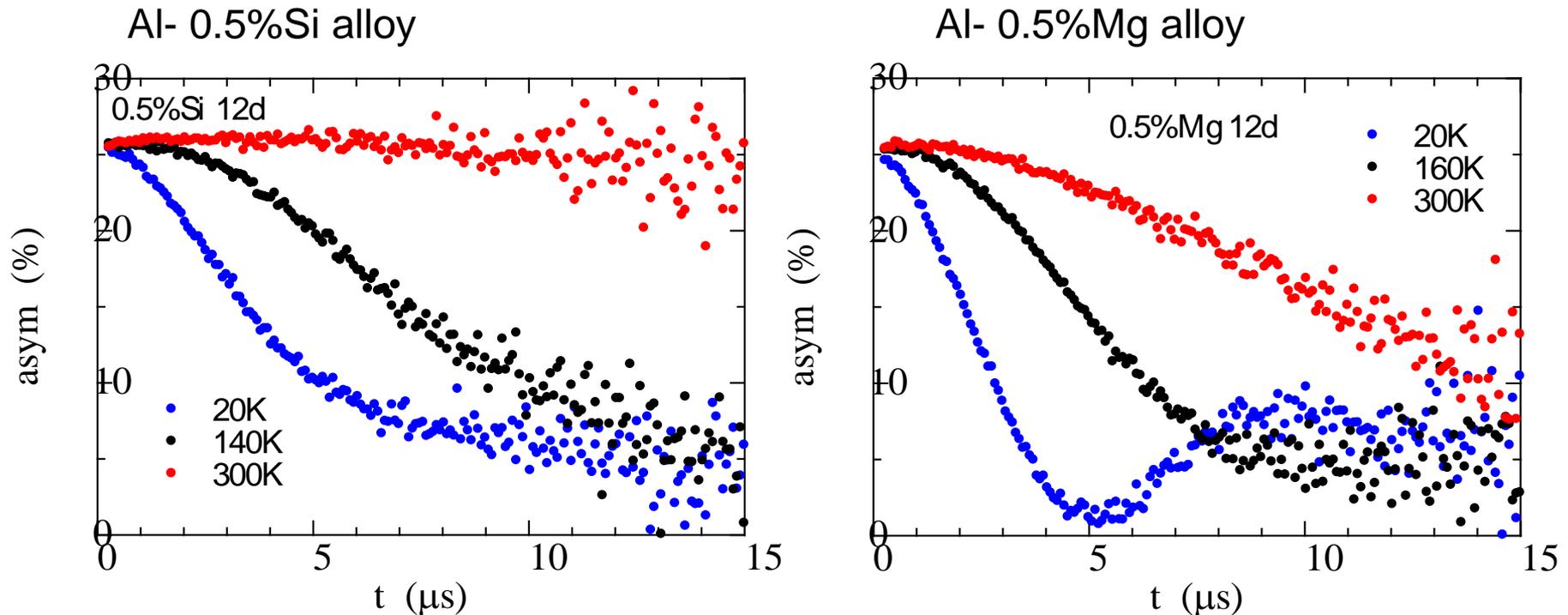


0.5%Siでは、自然時効が観測された

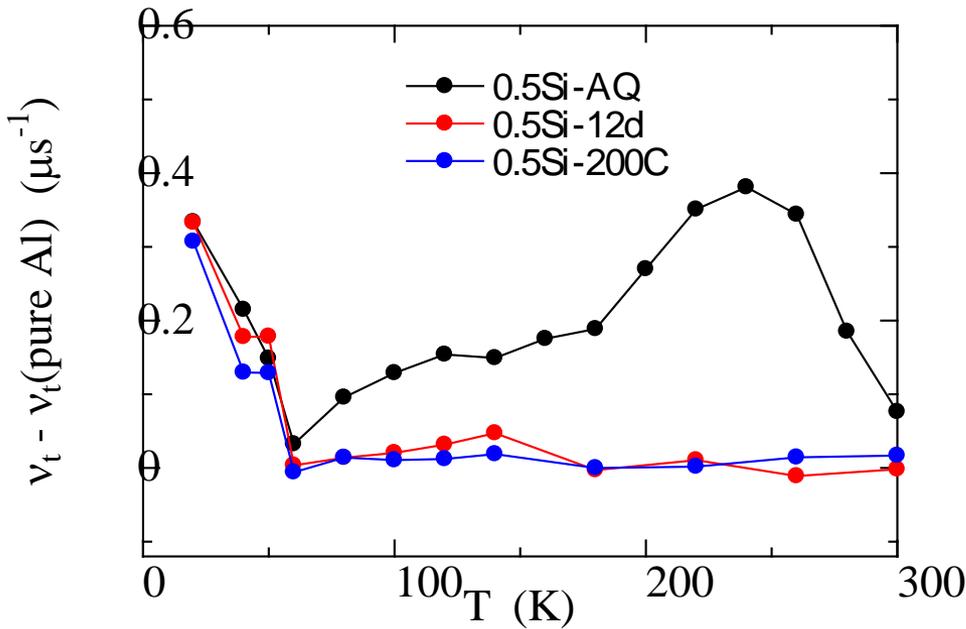
0.5%Mgでは、自然時効は不明確であり、人工時効が観測された

自然時効効果:

Al+0.5%SiとAl+0.5%Mgの緩和スペクトルの変化

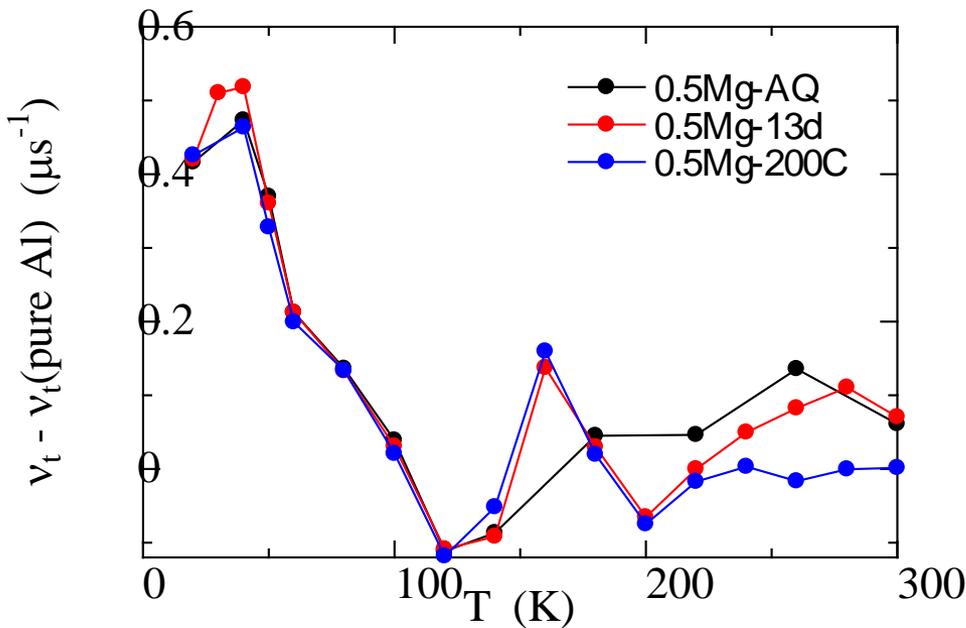


- **20K**: ミュオンは、Al-0.5%Mgではトラップされるが、Al-0.5%Siではあまりトラップされない
- **300K**: Al-0.5%Si を12日間自然時効すると、ミュオンをほとんどトラップしない。純粋なAlと同じようになる



Al-0.5%Si

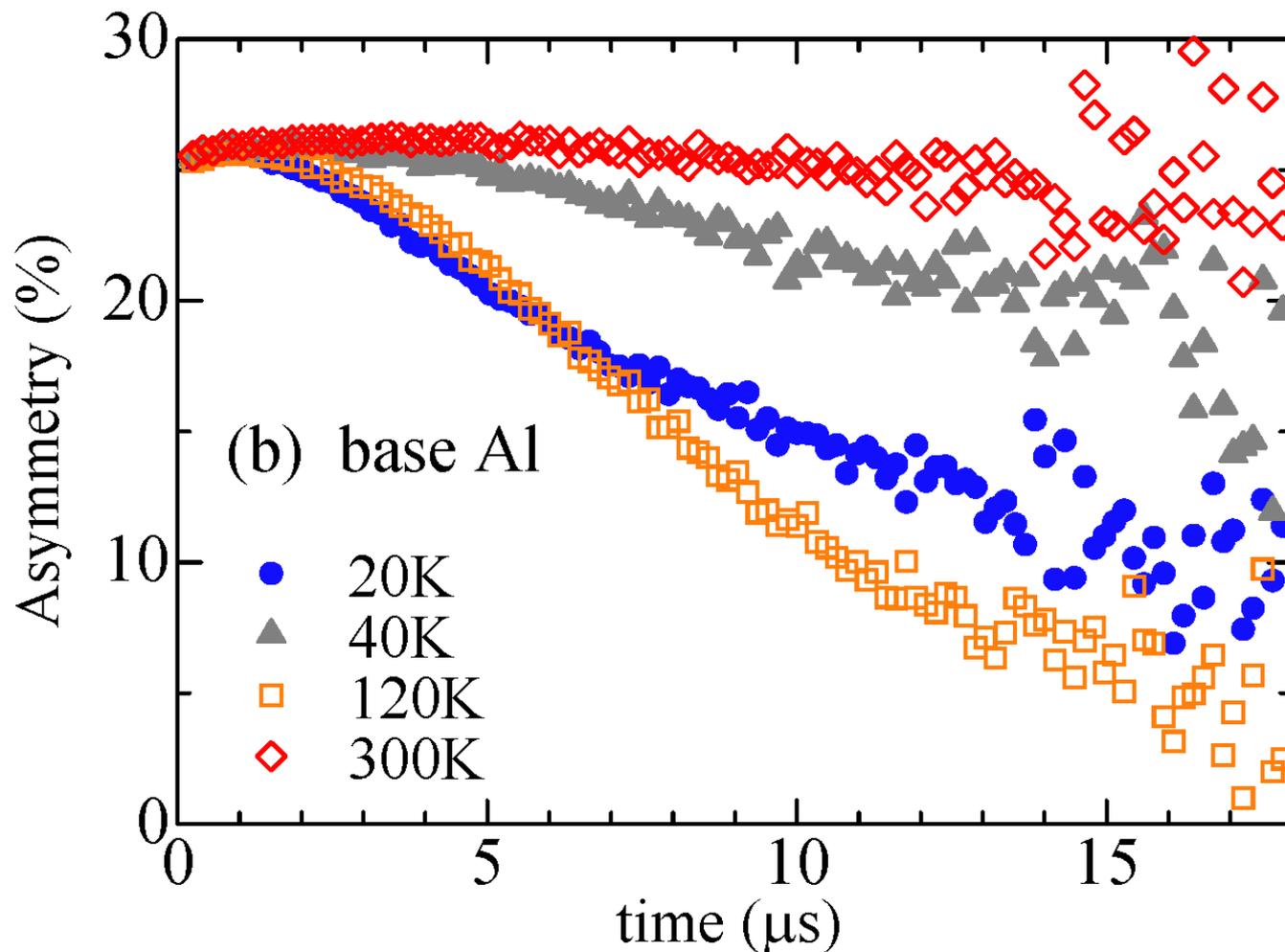
急冷試料では、Siによるミュオン捕獲サイトがたくさんある。12日間自然時効するとなくなる



Al-0.5%Mg

溶解しているMgが作る浅いポテンシャルによる捕獲.

99.99%純度のアルミの緩和スペクトル



緩和率は複雑に温度変化する。ppm濃度の不純物によるスピン緩和が起こる

まとめ

- 1) 120K以下の捕獲率の温度変化は、溶解しているMgに依存する。
- 2) Al-1.6%Mg₂Si 試料では、200K付近の捕獲率は、100 °Cで人工時効した試料で最大である。この熱処理条件で、Mg-Si-Vクラスター密度が高いと思われる。
- 3) Al-0.5%Si 試料では、急冷試料でSi-Vクラスター密度が高いが、12日間自然時効すると、Si-Vクラスターが少なくなる。