

Ru-Mo-W 単結晶線材の Dewetting マイクロ引き下げ法における偏析挙動 および電気抵抗率の組成依存性

Ru-Mo-W single crystal wire segregation behaviour grown by the Dewetting
micro-pulling-down method and relationship between resistivity and composition

東北大工¹, 東北大金研², C&A³, 東北大 NICHe⁴, [○](M2) 米村虎太郎^{1,2}, 村上力輝斗²,
糸井椎香³, 鎌田圭^{3,4}, 堀合毅彦^{2,4}, 花田貴², 山路晃広^{2,4}, 吉野将生^{2,4}, 佐藤浩樹^{2,4},
大橋雄二^{2,4}, 黒澤俊介^{2,4}, 横田有為^{2,4}, 吉川彰^{2,3,4}

Grad. Sch. Eng., Tohoku Univ.¹, IMR, Tohoku Univ.², C&A Corp.³, NICHe, Tohoku Univ.⁴,

[○]Kotaro Yonemura^{1,2}, Rikito Murakami², Shiika Itoi³, Kei Kamada^{3,4}, Takahiko Horiai^{2,4}, Takashi

Hanada², Akihiro Yamaji^{2,4}, Masao Yoshino^{2,4}, Hiroki Sato^{2,4}, Yuji Ohashi^{2,4}, Shunsuke Kurosawa^{2,4},

Yuui Yokota^{2,4}, Akira Yoshikawa^{2,3,4}

E-mail: kotaro.yonemura.q1@dc.tohoku.ac.jp

【背景】

本研究グループが開発した新規 Ru-Mo-W 合金 (Ruscaloy) 単結晶線材は、1600°C、3000 h 以上の真空中加熱への耐久性を有し[1]、有機 EL 薄膜製造に利用される真空蒸着法の運転効率を高める材料として期待されている。一方、Ruscaloy 線材の製造に用いられる単結晶育成法の Dewetting μ -PD 法では、マクロ偏析が生じることで電気抵抗率が変動する。そのため Ruscaloy の製造品質の安定化のために、組成変化の挙動と結晶育成条件を明らかにすることが求められている。Dewetting μ -PD 法におけるマクロ偏析の実効偏析係数 (k_{eff}) は、引下速度によって k_0 から 1 まで変化する可能性が指摘されている。そこで本研究では、第一に引下速度と k_{eff} の関係を定量化し、Dewetting μ -PD 法を用いた Ruscaloy の偏析挙動を解明すること、第二に Ru-Mo-W 三元系における組成と電気抵抗率の関係を定量化し、組成変化が電気抵抗率に及ぼす効果を明らかにすることを目的とした。

【実験方法】

純度 99.9%以上の Ru, W, Mo 原料からアーク溶解法にて作製したインゴットを用いて、異なる組成を持つ複数の多結晶ロッド試料 (2 x 2 x 20 mm) を作製し、四端子法により室温での電気抵抗率を測定した。また Dewetting μ -PD method により ϕ 0.8mm の Ru₆₀Mo₁₅W₂₅ 合金の単結晶線材を引き下げ速度 10, 30, 100, 160 mm/min にて作製し、走査電子顕微鏡 (SEM)、電子線後方散乱回折 (EBSD) による組織観察、ICP 質量分析法、波長分散型 X 線分光法 (WDX) による組成分析を行った。

【結果】

引下速度 10, 30, 100, 160 mm/min で育成した線材の長さはそれぞれ 6.79, 6.22, 8.04, 11.34 m であった。Fig.1 に作製した多結晶試験片の電気抵抗率の測定結果から得られた電気抵抗率等高線と各線材の結晶化率に応じた組成変化を示す。当三元系の電気抵抗率は W, Mo の組成増加に伴い単調に増大した。また、線材の組成は育成の経過に応じて Mo, W が減少し、減少量は引下速度の高速化に伴って低減した。30 mm/min 以上の引下速度で育成した線材の組成変化は、抵抗率等高線上での抵抗率変動が $\pm 1\%$ 以下となる組成範囲に収まった。Fig.2 にそれぞれの引下速度における k_{eff} を示す。引下速度の高速化に伴って k_{eff} が 1 に近づいた。電気抵抗率の組成依存性と k_{eff} の引下速度依存性を明らかにした。

[1] R. Murakami, A. Yoshikawa et al., Int. J. Refract. Met. Hard Mater. 114(2023)106235.

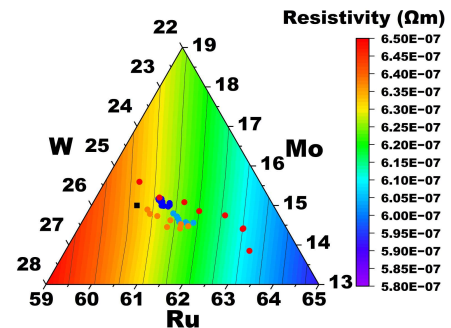


Fig.1: Resistivity map of Ru-Mo-W ternary system and composition of Ru₆₀Mo₁₅W₂₅ single crystals

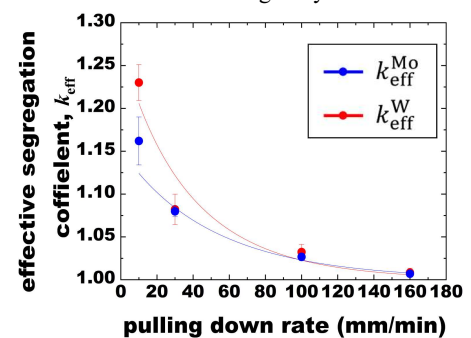


Fig.2: Relationship between k_{eff} and Pulling down rate of grown crystals