

Al-K 吸収端における CCD を用いた小角散乱測定 A preliminary SAXS measurements at the K absorption edge of Al with CCD

奥田浩司^{1,*}, 北島義典²

¹京都大学工学研究科, 〒606-8501 京都市左京区吉田本町

²放射光科学研究施設, 〒305-0801 つくば市大穂 1-1

Hiroshi Okuda^{1,*} and Yoshinori Kitajima²

¹Kyoto University, Sakyo-ku Kyoto, 606-8501, Japan

²Photon Factory, 1-1 Oho, Tsukuba, 305-0801, Japan

1 はじめに

実用上重要な軽金属合金である Al 合金の中でも、中強度時効硬化性合金として Al-Mg-Si 合金や Al-Mg 合金が古くから知られている。これらの析出強化挙動については TEM などの組織観察による評価、近年では APFIM、トモグラフィック AP などの微小領域分析法が使われているが、多くの時効硬化性合金の析出過程で析出量などの定量評価法として用いられる小角散乱法が適用されることはほとんどなかった。これは例えば Al-Mg-Si 合金では Al の母相中に Mg と Si の合金クラスターが形成されることから、Al とクラスターの間ほとんど電子濃度差がないという事情のためである。通常電子密度差が小さい析出物の評価では異常分散効果を利用した共鳴(異常)小角散乱法が利用されるが、Al の K 吸収端は軟 X 線領域にあるため、通常の検出器やカメラを用いることができない。我々は PF に真空・低エネルギー対応 Pilatus が導入される以前にイメージプレートを使った Si-K 吸収端での異常小角散乱測定をおこなった[1]。

Al 合金に関する前課題では軟 X 線用 PhotoDiode を用いた小角散乱用回折計を作成し、Al-K 吸収端での小角散乱測定を実現し、散乱強度の強いアルミナ粒子の散乱では散乱プロファイルを得ることができた。しかし、真空中での測定中の検出器温度変化によるドリフトや迷光など、弱い強度での測定の安定性に課題が残っていた。これらの問題を解決するひとつの方法として 2 次元検出器 (CCD) を用いた散乱測定を試みた。現段階では CCD による 2 次元強度測定と標準試料による散乱強度測定が完了したところである。

2 実験

実験は図 1 に示す縮小ファイバーオプティクスをもつ CCD システムを軟 X 線用に準備し、小角散乱測定用の試料チャンバーに直付けする形で測定をおこなった。軟 X 線領域の測定では散乱ベクトルが本申請で興味の対象となっているナノクラスターの評

価に必要な領域までの十分な角度範囲とダイナミックレンジを確保できるかが重要なポイントであった。

測定は BL11A を使い、標準試料としてベヘン酸銀とアルミナ、GlassyCarbon の測定を試みた。

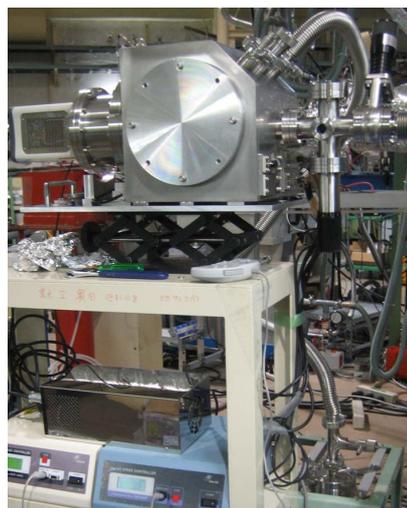


図 1 : 本測定で用いた小角散乱測定システム。

3 結果および考察

図 2 にベヘン酸銀の回折パターン測定例を示す。図より強度として 3 桁弱程度のダイナミックレンジを持ち、5 μm 厚のカプトンに塗布したベヘン酸銀の 5 次ピークまでとカプトンの 1 次のピークが認められる。したがって本測定から作成した小角散乱カメラ・検出器はナノクラスターからの小角散乱測定に十分な装置であることが証明できた。一方、異常散乱を利用した精密測定には絶対強度の校正をするための軟 X 線用の散乱強度基準が必要となる[2]が、この点については現時点では透過能と試料の安定性の観点からいくつかの候補材を比較検討している段階である。

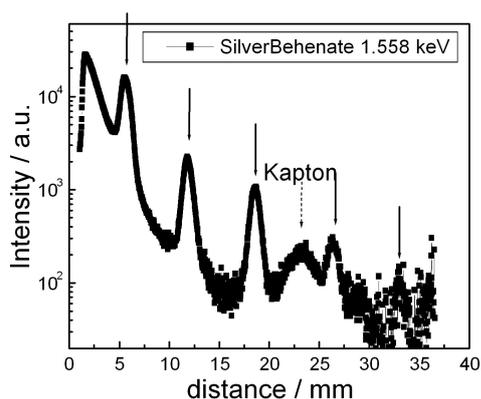


図 2 : ベヘン酸銀の Al の K 吸収端直下での小角散乱パターン。微小析出物を評価するのに十分な高角領域までをカバーしている。

4 まとめ

1.5keV 領域での蛍光体による CCD を用いた小角散乱測定に成功し、良好な小角散乱プロファイルを得ることができた。今後絶対強度化や実合金への適用などの応用に向けて測定系の調整と試料加工法のつめを進めてゆく予定である。

謝辞

本研究は科研費基盤研究(B) 25286085 の助成を受けた。

参考文献

- [1] H.Okuda, M.Kato, S.Ochiai and Y.Kitajima: 'Anomalous Grazing-incidence Small-angle Scattering of capped Ge nanodots at the Si K Absorption Edge' Applied Physics Express 2 (2009) 126501.
- [2] H.Okuda, T.Yamamoto, K. Takeshita, M.Hirai, K. Senoo, H.Ogawa, Y.Kitajima, ' Normalization of grazing-incidence small angle scattering of phospholipid alloy systems at the K absorption edge of phosphorous : A standard sample approach', Japan. J. Appl. Phys. 53, (2014) 05FH02

* okuda.hiroshi.5a@kyoto-u.ac.jp