

Mg のK吸収端を利用した Al-Mg 2元系合金析出物の評価 Anomalous SAXS measurements of Al-Mg alloys at the K absorption edge of Mg

奥田浩司^{1*}, 浴畑嶺、北島義典²

¹京都大学大学院工学研究科 〒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*} Rei Sakohata 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

テンダー-X線と呼ばれる1~3 keV領域での小角散乱測定は、BL15A2が稼動を始めたことから2.1 keVより高エネルギー側ではピクセル検出器の利用が始まっており、特に深さ分解能を要求するGISAXS測定などで成果が出始めている。一方、このエネルギー領域の低い側、すなわちSiK吸収端よりも低エネルギーの領域は15A2では到達できず、さらにAlのK吸収端近傍より低エネルギー側になると利用できるピクセル検出器が存在しなくなるという課題がいまだに残っている。このテンダー領域の低エネルギー側は、共鳴散乱測定という観点からはAl、MgなどのK吸収端などが存在しており、透過ならびにGIの配置での小角散乱測定は軽金属合金の組織評価という観点からも望まれている。

われわれはこれまでAlの吸収端での異常小角散乱測定をPhotoDiodeを検出器とした回折計、さらに蛍光体+FOP+CCDの構成による2次元測定によって進めてきており、Alの吸収端については昨年実現のめどがたった[1]。一方で、軽金属材料の評価という観点では従来コントラストの弱さから検証が進んでいない合金系としてはAl-MgおよびAl-Mg-Si合金が挙げられる。今回はAl合金におけるAl-K吸収端での異常小角散乱につづき、Al-Mg合金を利用したMgのK吸収端での異常小角散乱測定を試みた。MgのK吸収端ではエネルギーがさらに低くなることから透過小角散乱強度測定を安定して行える試料が準備できるかという点がまず大きな課題となると予想された。今回の検討ではまずMgのK吸収端エネルギーで妥当な小角散乱強度プロファイルが取得できるか、さらにそのエネルギーでのf_{Mg}の変化に対応する小角散乱強度の変化が認められるか、という点についての検討をおこなった。

2 実験

実験はBL11Aを用い、Al-K吸収端での実験に用いた試料チャンバーならびに検出器を設置した。エネルギーはMgのK吸収端直下から約50 eV程度まで低エネルギー側の領域を利用し、小角散乱強度の取得を試みた。試料としては標準試料としての

ベヘン酸銀などの角度標準試料とMgOナノ粉末試料、ならびにAl-Mg合金薄膜試料を用いた。

Al-Mg合金は過飽和固溶体の低温熱処理により、L12規則構造をもつGPゾーンが形成されるという報告がなされているが、類似構造を形成することが知られているAlLi合金と比べると明確な組織形態が報告されていない。そこで過飽和固溶体を313 Kで熱処理した試料の小角散乱強度測定を試みた。

3 結果および考察

図1はAl-14.5mass%Mgの試料を313Kで24時間熱処理した後研磨により薄膜化した試料の透過小角散乱像である。BL11Aのビームサイズは小角散乱測定としては比較的大きなビームになるため、厳密にはスミアリングの補正が必要となるが、図1の散乱強度分布では比較的高角に強度が出ているため、大幅な散乱プロファイルへの影響は認められていない。2次元データの取得の大きなメリットとして、析出物では弾性的な異方性や界面エネルギーの面指数依存性のため、析出物形状や析出物の空間配列が結晶方位に依存する異方的組織が形成される場合がある。その場合結晶方位に依存した組織を観察するには2

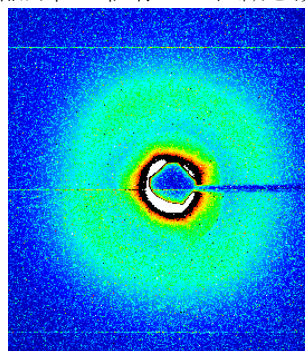


図1 Al-Mg合金の2次元小角散乱像。ほぼ等方的な散乱強度分布であること、わずかに粒子間干渉に四回対称の弱い変調があることが認められる。

次元検出器の使用が必須となる。本報告の範囲では初期は等方的な散乱パターンが得られ、具体的には散乱プロファイルの高角側において Porod 則の成立が確認されているため、測定範囲内で最長熱処理時間である 1 週間では粒子間干渉項に弱い異方性が認められた。この異方性は析出強化型の合金では熱処理後期に析出物間の弾性相互作用によって顕在化することが知られており、本合金系でもより長時間の熱処理ではさらに明確に現れるようになると考えられ、解析上散乱強度分布の異方性が明確にわかる 2 次元測定は重要なツールである。

得られた散乱強度について動径平均化により 1 次元の散乱強度として計算し、強度の入射エネルギー依存性を図 2 に示す。データの特徴として

- 1) 散乱強度はエネルギーの変化により、析出構造起因ではない低角領域での単調変化を除き、ほぼ上下に平行移動しており、コントラスト変化による強度変化を示している。
- 2) 高角側は明瞭な界面を持つ場合の特徴である Porod 則を示しており、析出物として母相と明確な界面を形成している。
- 3) 散乱強度の変化として実効的に有効な桁数はほぼ 2 桁程度である。

という点が挙げられる。ここで 1) は Al-Mg のコントラストに起因する異常小角散乱強度成分が得られており、2) はそれが組成の緩やかな変調ではなく、明確な界面を持った析出物構造となっていることを示している。

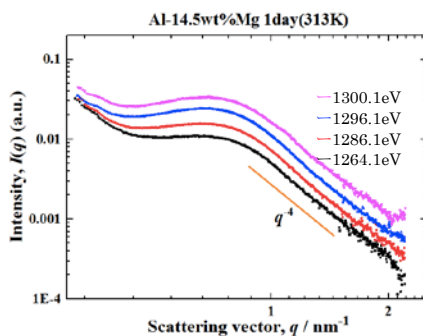


図 2 1 次元化した散乱強度分布の異常分散効果による散乱強度変化。Mg の K 吸収端に近いほど散乱コントラストの増加による強度上昇が認められる。

3) の点については CCD 系の検出器による弱い散漫散乱強度測定ではダイナミックレンジを広く取ることが困難であることが大きな問題であるが、光源強度が強くなれば測定系としてはあと 1 桁程度の改

善は期待できると考えられ、将来的に挿入光源などの利用ができれば可能であろうと考えられる。一方、2 次元検出器による散漫散乱の高 S/N 測定において現在硬い X 線では必須となっているピクセル検出器については、現行機種では 2 keV 以下での利用はできず、また 2 keV 付近でも回路設定の条件から本来のノイズぎりぎりの弱い散乱強度の測定という観点では硬 X 線領域のようなパフォーマンスを実現できないという課題がある。現状としては Al や Mg の吸収端での ASAXS 測定としては CCD がほぼ唯一の Solution であるため、この観点から CCD による ASAXS の定量化についての基礎検討をさらに進めてゆく予定である。

4 まとめ

軟 X 線 (Tender X-rays) 領域での 2 次元異常小角散乱測定を Al の K 吸収端から Mg の K 吸収端へ拡張し、従来の X 線散乱では評価の困難であった AlMg 合金の GP ゾーン形成初期の評価に適用した。Mg 吸収端での異常分散効果による相対的強度変化をほぼ定量的に得ることまでは成功したが、現状では絶対強度化については今後の課題として残されている。

謝辞

本成果は科研費基盤研究 25286085 の助成により実現した測定手法を用いておこなった。

参考文献

[1] H.Okuda, R.Sakohata, Y.Kitajima J.Appl. Crystallogr. 49(2016)1803.

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