

Mg および Al K 吸収端での定量 ASAXS による Al-Mg 合金の評価 Quantitative ASAXS of Al-Mg alloys at the K absorption edges of Al and Mg

奥田浩司^{1,*}, 青山恵太¹, 石川快¹, 林 杉^{1,2}

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 現, 中国科学院金属研究所

Hiroshi OKUDA^{1,*}, Keita AOYAMA¹, Kai ISHIKAWA¹ and Shan LIN^{1,2}

¹ Department of Materials Science and Engineering, Kyoto University,
Yoshida-Honmachi, Sakyo-ku Kyoto 606-8501 Japan

² Present address : Institute of Metals Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang, PRC.

1 はじめに

軽金属合金のなかでも実用上多用される Al 合金に、Al-Mg-Si 3 元素をベースとしたものが知られている。構造材料として利用される場合、析出による強化を利用して所期の強度を実現する熱処理が施される。しかし Al-Mg-Si 合金の場合、その過程は複数の準安定構造、準安定相などが関与し、その微細組織形成機構への関与の仕方も熱履歴によって異なるため、全体像の把握はまだ途上である。この合金の微細組織評価で困難な点は母相が Al であり、析出相は Mg と Si のクラスターであるため、平均電子密度が殆ど同じという X 線的には非常に判別の難しい合金であることである。そのため我々は Al よび Mg の吸収端を利用した異常分散効果による小角散乱測定を進めてきた。前課題まで Al-Mg 合金などにおいて Al, Mg の吸収端での異常分散効果が相対値としては良好な再現性で測定できることを示せた[1]。しかし、AlMgSi 合金の金属組織学的な検証で重要となるクラスターの組成変化と形状/サイズの相関、核生成密度との関係といった観点の時系列解析を実現するためには定量化をもう一段進める必要がある。今回は Al-Mg 合金を利用し、Mg の K 吸収端での異常小角散乱強度の絶対測定を試みた。

2 実験

実験は硬 X 線での定量小角散乱測定を BL10C で、TenderX 線領域での小角散乱測定を BL13A でおこなった。BL10C では主として標準試料選定のための予備測定と校正データ取得、AlMg、AlMgSi 合金試料のスクリーニング測定をおこない、BL13A では Al および Mg 吸収端での ASAXS 測定をおこなった。BL13A での ASAXS 測定には前課題で使用していた専用の小角散乱測定装置を改造し、カメラ長可変化やピンホール調整機構追加などいくつかの改造をおこなった。

3 結果および考察

図 1 に Mg 吸収端近傍のエネルギーでの Glassy Carbon の散乱強度と硬 X 線領域での同試料の散乱強度を比較したものを示す[2]。軟 X 線領域では強い吸収のため適当な透過率を示す試料厚さまで研磨する必要があるため、絶対強度校正済みの Glassy Carbon 試料で校正した Nilaco の Glassy Carbon を 2 次標準試料として利用し、これを研磨して使用した。まず 8.2keV で 2 次標準試料の供給材 (1 mm 厚) と研磨材の散乱強度を 1 次標準試料と同時に測定、校正し、2 次標準試料で厚さの異なるものは厚さのみの補正で強度が一致することを確認後、研磨試料を Tender 領域での計測に供した。図より Mg 吸収端での 2 次標準試料は Tender 領域での SAXS 測定システムでの絶対値化の校正に十分な散乱プロファイルを与えることがわかる。MgK 吸収端領域用の標準試料厚は約 20 μm 程度の厚さのものを用いた。

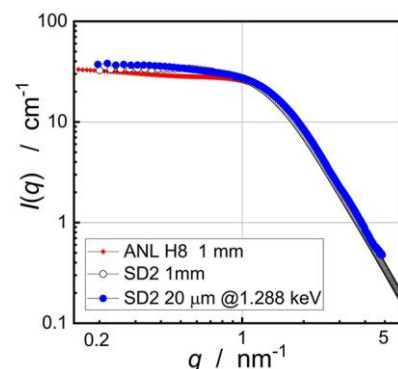


図 1 : GlassyCarbon の硬 X 線及び TenderX 線での散乱強度分布。SD2 が Nilaco から購入した試料。

Al-Mg 合金の熱処理初期には準安定相として L12 規則構造を持つ規則 GP ゾーンが形成されるとされており、その準安定相境界は実験的にはまだあいまいさを残している。Al と Al₃Mg の電子密度差は化学量論組成での単純計算でも原子あたり 1/4 電子程度しかないが、Mg 吸収端での異常小角散乱測定によ

ってコントラストを増強し、その散乱強度を Glassy Carbon により絶対強度に変換した。これにより 2 相モデルによる準安定相の境界を計算した結果を図 2 に示す[2]。ここで従来の実験では熱分析などの昇温測定による溶解現象を利用しているため、母相側の組成についての報告は多いものの、析出物側の固溶限についての実験結果はほとんど報告されていない。今回の母相および析出相側の相境界位置の評価結果は母相側での実験結果、および析出相側での熱力学的な予測結果などと良い整合性を示しており、Mg K 吸収端での定量異常小角散乱測定が実現したと結論することができる。

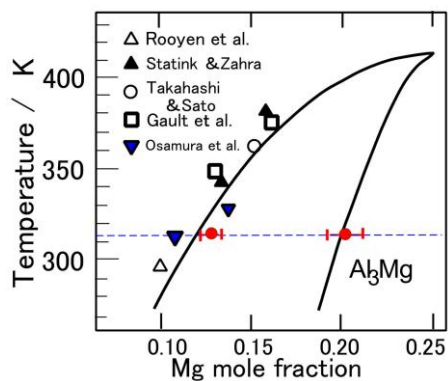


図 2 : Al-Mg 規則化 GP ゾーンに対する溶解度ギャップの報告値と今回の解析結果。エラーバーは Mg 吸収端での複数波長での解析結果の誤差。

4 まとめ

Al および Mg の K 吸収端での Al-Mg 合金の ASAXS 測定に対し、Glassy Carbon を標準試料とする強度校正をおこなった。得られた散乱強度から 2 相モデルにより Al-Mg 合金の $L1_2$ 型析出物に対する溶解度ギャップを計算した結果、従来の報告値や計算による推定値と良い対応を示すことが明らかとなった。また、BL13A のビームを利用することにより、一回の測定時間は 1 分程度でも定性的な解析には耐えることがわかり、In-situ 測定についても時間分解能の観点から、2 次元その場測定の実現可能性が示されたと考えられる。一方、In-situ 測定などでの利便性から実現を目指していた inline での I0 測定モニターは今課題の期間内では実用にはならなかった。材料開発のためのツールとするためにはこれらの改良が今後の課題である。

参考文献

- [1] H.Okuda, .R.Sakohata, S.Lin, Y.Kitajima, Y.Tamenori, Appl. Phys. Express 12,075503(2019).
 [2] K.Aoyama, H.Okuda, S.Lin,,K.Mase, Y. Kitajima, Y. Tamenori, Jpn. J. Appl. Phys (accepted,2022).
<https://doi.org/10.35848/1347-4065/ac7a7e>.