

アルミニウムK吸収端近傍での透過 SAXS 測定の試み A trial measurements of SAXS intensity at the K absorption edge of aluminum

奥田浩司^{1,*}, 白井涼¹, 山本崇善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,*}, Ryo Shirai, Takayoshi Yamamoto and Yoshinori Kitajima²

¹Dept. Mater. Sci. Eng. Kyoto University, 606-8501 Kyoto Japan.

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

1 はじめに

小角散乱法は金属中のナノクラスター、微小析出物などを定量評価するうえで有用な手法である事から、特に時効析出型アルミニウム合金では析出量やサイズなどの評価に使われてきている。しかしその適用対象は典型的には Al-Cu、Al-Mg-Zn、Al-Zn などの比較的軽い元素が含まれる合金系に限られており、同じ時効硬化性合金であり、使用頻度も高い Al-Mg-Si 系合金では放射光ではほとんど試みられる事がなかった。その理由は、Al-Mg-Si 合金では Al 中に Mg-Si 合金析出物が形成され、さらに初期のクラスターの組成は Mg:Si がほぼ 1 : 1 になっていることが多いという、X 線小角散乱の評価にはきわめて不都合な合金であるためである。熱処理後期には Mg₂Si の組成に近い析出物が形成されるようになり、この場合には Al に対してある程度コントラストがあることから X 線小角散乱法による報告例もある。しかし組織制御の観点からは長時間熱処理後に現れる Mg₂Si の組成をもつ析出物ではなく、クラスター形成初期の 1 : 1 に近い組成を持つものや、あるいはそれ以外の Si クラスターなどの別組成を持つものの分別評価が重要であることは明らかである。

このような Al-Mg-Si 合金中の MgSi クラスターなどの初期析出物の評価を目的として Al 吸収端を利用した異常小角散乱測定の実現をめざし、まず標準試料による Al-K 吸収端近傍での小角散乱測定の実証をおこなった。

2 実験

測定は透過小角散乱測定のための回折計を作成し、BL-11A に設置しておこなった。小角散乱強度測定はフォトダイオードによる θ - 2θ 測定によりおこなった。回折計部分は低コストの試作機で始めたため、高分子窓によって上流とは真空分離されている。小角散乱強度の確認をおこなう目的で Al の吸収端近傍の波長でアルミナナノ粒子およびカーボンの散乱パターンを測定した。図 1 に本実験で用いた回折計の BL-11A での測定中の外観を示す。

3 結果および考察

アルミナナノ粒子を利用した小角散乱強度測定では典型的な粉末粒子からの散乱パターンが測定され、その散乱強度は Al の K 吸収端直下 5eV の条件では吸収端から 40 eV 離れた条件と比べて散乱強度が明瞭に減少していることが確認できた。一方、現状では上流のどこかを光源とすると考えられる可視光の迷光が一部の角度範囲で除去できておらず、パスの遮蔽などの対策を試行しているところである。また、散乱強度の規格化についても標準試料として適当なものを探索的に検討しているところである。



4 まとめ

グレーティング領域の軟 X 線による小角散乱実験を θ - 2θ 法による測定で試行した。標準試料として散乱強度が十分強いと期待されるアルミナナノ粒子、GC などの試料の散乱強度を測定した結果、強度の強い試料については PhotoDiode による回折計での測定で十分な散乱強度が得られることがわかった。現在より散乱コントラストの弱い試料に関する定量測定を進めている。

謝辞

本研究で用いた Al 合金試料は神戸製鋼所(株)より提供を受けた。

参考文献

[1] 例えば M.Murayama et al., Acta Mater. 47, 1537(1999).

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