

# アルミニウム K 吸収端の異常分散を利用した異常小角散乱の試み Anomalous small-angle scattering measurements for Al-Mg-Si alloys

奥田浩司<sup>1,\*</sup>, 白井涼<sup>1</sup>, 西澤勇希<sup>1</sup>, 北島義典<sup>2</sup>

<sup>1</sup> 京都大学工学研究科, 〒606-8501 京都市左京区吉田本町

<sup>2</sup> 放射光科学研究施設, 〒305-0801 つくば市大穂 1-1

Hiroshi Okuda<sup>1,\*</sup>, Ryo Shirai<sup>1</sup>, Yuki Nishizawa<sup>1</sup> and Yoshinori Kitajima<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Dept. Mater. Sci. Eng. Kyoto University, 606-8501 Kyoto Japan.

<sup>2</sup> Photon 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ことから、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 系合金ではほとんど試みられる事がなかった。AlMgSi 合金においては熱処理初期に形成されるクラスター組成は Mg と Si がほぼ 1:1 の割合となっていると報告されており[1]原理的に Al の母相と電子密度のコントラストはつかない。さらに高温あるいは長時間の熱処理によって初めて Mg:Si の濃度比が 2:1 となり、この段階ではじめて通常の X 線散乱測定で観察することが可能になってくる。しかし、この段階でもコントラストは高いとは言えず、もともと Mg と Si の濃度が低い(析出物体積率が低い)こともあいまって後期においても X 線小角散乱での評価はあまり行なわれていなかった。

本課題では Al の K 吸収端での小角散乱を実現し、異常小角散乱の定量測定を可能にして In-situ 測定への基盤を作ることを目的として軟 X 線での小角散乱測定の測定法の実験手法確立と、通常 X 線での AlMgSi 系合金析出物の計測限界の確認を並行しておこなってきた。

前年度は BL11A での Al の K 吸収端での軟 X 線測定の実現を目指した真空回折装置を設計製作し、小角散乱測定の実現を実証した。本年度は試験測定で見つかった実験上の問題点を修正し、異常小角散乱の定量化を進めた。

## 2 実験

測定には前年度作成の真空対応の軟 X 線用 Photodiode を搭載した回折計を BL11A に設置して用いた。前年度測定データの定量化で問題となった点のうち、迷光などについては可視光の混入を防ぐパスやスリットの導入によりほぼ解決ができたが、暗電流の時間変化などの安定性に関してはまだ満足できるレベルには達しておらず、改良を進めているところである。

測定は引き続き Al の K 吸収端においておこない、標準アルミナパウダーを用いた Al 吸収端での散乱強度の変化(相対強度による異常分散効果の確認)および、散乱強度の絶対値化のための強度標準試料の作成評価をおこなった。

## 3 結果および考察

図 1 は 6000 系アルミニウム合金での異常小角散乱でのコントラスト変化の概要を示している。特に

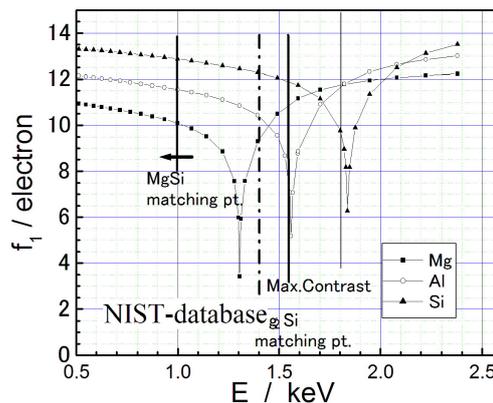


図 1 : 6000系アルミニウム合金の析出物のコントラストのエネルギー依存性。

本申請では MaxContrast として示している Al の K 吸収端直下での異常小角散乱強度の測定の確立を目指している。まず、標準試料であるアルミナ試料についておこなった Al の K 吸収端近傍での散乱強度を図 2 に示す。前年度迷光などの影響で全領域でのプロファイルの取得が困難であったが、本年度はほぼ粒子散乱をそのまま表す散乱パターンがえられており、また散乱強度についても異常分散効果から予想される強度比にほぼ対応する散乱強度の相対シフトが観察された。

一方、定量化のための標準試料作成については Al の吸収端で十分な透過率を持つ均一な薄膜の作成にまだ課題を残しており、十分な絶対値精度を持つま

ではいたっていない。軟 X 線であるが、やや高エネルギー側では別課題において試みていた P 吸収端近傍(2.1keV)領域での絶対値化のための標準試料はある程度めどが立っており[2]、その方法の延長としての標準試料作成と、別系統試料からのアプローチ、両面での検討を進めている。

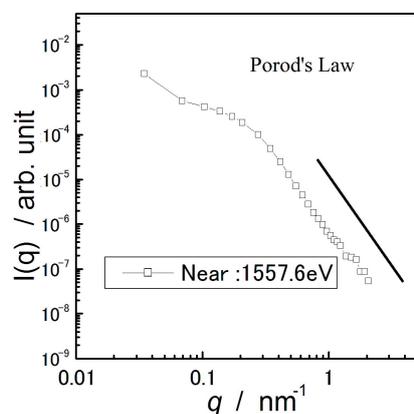


図 2 : アルミナ粒子による Al-K 吸収端での小角散乱強度測定の結果 (BL11A)

#### 4 まとめ

6000系アルミニウム合金の評価を目的とした Al の K 吸収端を用いた異常小角散乱測定の定量化を進めた。コントラストの強いアルミナ粉末についてはプロファイルや異常分散効果による相対強度変化が計算値とほぼ対応することなどを示すことができた。さらに高い S/N 実現が 6000系合金の実試料測定では必要とされるため、11A の改造後の実フラックス増加に期待している。

#### 謝辞

本課題の中で軟 X 線のその場測定を目指した装置設計・試料作成は科研費基盤研究 25286085 による補助を受けた。

#### 参考文献

- [1] M.Murayama et al., Acta Mater. 47,1537(1999)等.
- [2] H.Okuda et al., JJAP,53, 05FH02 (2014)
- [3] H.Okuda et al., Abstract, TMS2014, SanDiego, Feb.17-20, 2014.

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