

X線小角散乱法による Al-Zn-Mg 合金中の微細析出物の解析

有賀康博¹ 稲葉雅之² 森下浩平³ 松本克史¹ 奥田浩司⁴¹株式会社神戸製鋼所 材料研究所 材質制御研究室 (実験責任者)²株式会社コベルコ科研 技術本部 エレクトロニクス事業部 物理解析部 表面・構造解析室³京都大学 産学官連携センター⁴京都大学 国際融合創造センター

1. 目的

アルミニウム合金の材料特性を支配する金属学的な支配因子は、ナノレベル以下の集合体や金属間化合物である。その分散状態（サイズ分布と体積分率）を正確に評価でき、処理条件との相関を明らかにして特性発現メカニズムを解明することができれば、生産プロセスの改善、材料特性の改善や新材料の開発につながる。しかし、ナノオーダーのサイズと体積分率を同時に評価するという事は、マイクロ評価とマクロ評価という相反する面があるため非常に困難であり、かつそれらは熱処理中にもミリ秒単位で大きく分散状態を変えるため、製造条件～分散状態～材料特性の相関について正確に把握できているとはいいがたい。特に、ナノクラスターなどは、強度特性に大きく影響を及ぼすことは知られているが、そのサイズが微細ゆえに TEM を用いた直接観察ができず、分散状態と材料特性の相関については未知の部分が多い。そこで、実験室型装置では不可能である低 q 側の散乱曲線を短時間で精度よく取得し、材料特性に大きく影響する半径 10nm 以下の化合物のサイズ分布、体積分率、数密度の定量的解析を行うため、小角散乱測定を行った。

2. 試料

Al-10mass%Zn-1.0mass%Mg の合金について、まず 823K、1 時間の溶体化処理を行い、水冷した。続いて、443K で 10 分、2 時間、72 時間それぞれ時効処理を行った。これら 4 種の材料を研磨により 50 ミクロン程度まで薄膜化したものを測定試料とした。

3. 実験方法および結果

X線小角散乱測定は BL40B2 にて行った。入射 X 線波長 $\lambda=1.5\text{\AA}$ 、カメラ長 $L=1.0\text{m}$ (真空パス使用)、検出器はダイナミックレンジを重視してリガク製 R-AXIS IV を使用した。

各試料より得られた散乱強度プロファイルを示す。試料によるプロファイルの違いが明確に捉えられており、今回対象とする材料系の解析に十分な q レンジと強度レンジが確保できていることがわかる。時効処理を行っていない As-supplied 材において、最も高 q 側に明瞭なピークが発現し、時効時間が長いほどピーク位置が低 q 側にシフトしている。プロファイルの解析により得られた Gunier 半径は、As-supplied 材が 1.4nm、10 分時効材が 2.1nm、2 時間時効材が 3.7nm、72 時間時効材が 9.1nm であり、他の評価手法では困難な定量的な平均サイズを得ることができた。特に、TEM では観察不可能な As-supplied 材や、サイズ分布の広がり大きい長時間時効材において、定量値が得られたことの意義が大きい。今後、体積分率の導出など、さらに詳細の解析を進めて、強度をはじめとする材料特性との関係を明確化する。

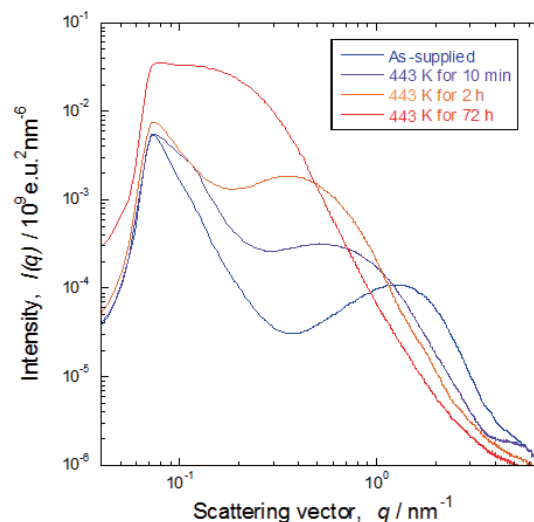


Fig.1 各試料の散乱強度プロファイル