

新技術

放射光 SAXS による金属材料中析出物の粒径評価

① 概要

金属材料の強化機構の一つに析出強化があります。析出強化は、ナノスケールの析出物により材料特性を向上させる手法です。材料特性は析出物の粒径や粒径分布に大きく依存するため、これらを適切に評価することが重要となります。

析出物評価には透過型電子顕微鏡 (TEM) が広く用いられ、直接観察が可能ですが、観察領域は数十 nm～数 μm 程度の局所に限られます。

いっぽう、小角 X 線散乱 (SAXS) は、試料中のナノスケール構造によって生じる X 線散乱を測定し、その散乱プロファイル解析することで、析出物や空孔などのサイズや分布を評価する手法です。散乱プロファイルの横軸には散乱ベクトル q が用いられ、一般に低 q 側ほど大きな構造、高 q 側ほど小さな構造に対応します。今回紹介する放射光 SAXS では、広い q 範囲の散乱データを良好な S/N 比で測定できることが特徴となります。また、SAXS は μm ～mm オーダーの広い X 線照射領域の平均情報となるため、析出物の平均粒径や粒径分布といった統計的な評価ができます。

② 特徴

放射光 SAXS は高輝度 X 線を利用することで、短時間で高品質な散乱データを取得できるため、微弱な散乱も捉えやすく、対象物の粒径分布を高精度に評価できます。さらに、広い q 範囲を測定できるため、数 nm 程度の微細構造から数百 nm オーダー比較的大きな構造まで、幅広いサイズ領域の評価が可能です。

③ 事例紹介

時効処理温度の異なるコルソン系銅合金を対象に、放射光 SAXS による評価を行いました。測定結果を図 1 に示します。比較のため、ラボ SAXS で取得した結果も併せて示しますが、放射光

SAXS ではより広い q 範囲の散乱情報を取得できることに加え、とくに高 q 側においても良好な S/N 比のデータが得られているとわかります。

放射光 SAXS の結果、500℃ 材では散乱が高 q 側に現れており、微細な析出物が形成されていることが示唆されます。いっぽう、700℃ 材では 500℃ 材に比べて散乱プロファイルが低 q 側へ移動しており、析出物の粗大化が示唆され、また、700℃ 材では低 q 領域から高 q 領域にわたり広く散乱が観測されており、幅広いサイズの析出物が存在することが示唆されます。

得られたプロファイルに対するフィッティング解析の結果を図 2 に示します。ここでは、TEM 観察結果も併用した解析例を示します。

500℃ 材では、TEM 観察において顕著な異方性が認められなかったことから、球モデルを用いたフィッティングを行いました。フィッティングの結果、粒径 2～4 nm 付近にピークを有する比較的狭い粒径分布が得られ、微細な析出物が形成されていることが示されました。

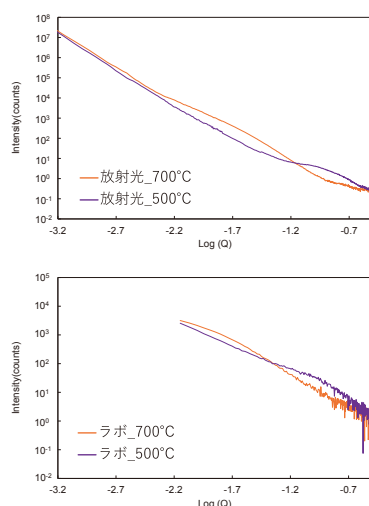
いっぽう、700℃ 材では、TEM 観察結果から得られた析出物形状 (円盤状) をモデルとしたフィッティングを行いました。その結果、析出物は直径約 43 nm、厚み約 13 nm 程度の円盤状粒子として評価され、500℃ 材よりも大きく成長していることが確認されました。

④ おわりに

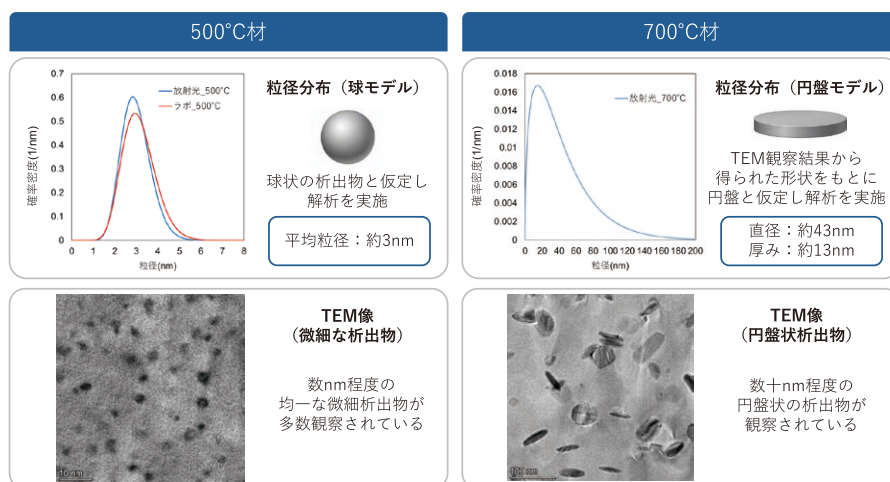
SAXS は、ナノスケール析出物の平均粒径および粒径分布といった統計的な評価ができる有効な手法です。さらに、TEM などの直接観察手法と組み合わせることで、粒子形状を含めたより詳細な構造評価が可能となります。

本事例では、放射光 SAXS を利用することによりラボ SAXS の範囲では評価できない粗大な円盤状析出物まで評価できることを示しました。当社では、評価対象となるサイズ領域や必要な解析精度に応じて、ラボ SAXS および放射光 SAXS を使い分け、お客様の要望に合わせた最適な評価手法を提案いたします。

■ 図 1 散乱プロファイル
(時効処理温度の比較)
(上: 放射光 SAXS、下: ラボ SAXS)



■ 図 2 析出物の解析結果と TEM 写真
(左: 時効処理温度 500℃、右: 時効処理温度 700℃)



※粒径分布は析出物サイズの存在確率密度を示し、ピーク位置は代表サイズ、ピーク幅はサイズのバラつきを表す