 <b>茨城県</b> <small>IBARAKI Prefectural Government</small>	<b>MLF Experimental Report</b>	提出日(Date of Report)
課題番号(Project No.) 2018PM0012 実験課題名(Title of experiment) iMATERIA 小角散乱による鉄鋼およびその他金属材料のナノ組織解析 実験責任者名(Name of principal investigator) 大沼正人 所属(Affiliation) 北海道大学		装置責任者(Name of responsible person) 石垣 徹 装置名(Name of Instrument : BL No.) iMATERIA 実施日(Date of Experiment)

実験目的、試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、及び結論を記述して下さい。

実験結果などの内容をわかりやすくするため、適宜図表添付して下さい。

Please report experimental aim, samples, experimental method, results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

<b>1. 実験目的(Objectives of experiment)</b>
<p>小角散乱法はナノスケール組織の定量化法として知られており、使用するビームに大きな投下力が必要とされる鉄鋼材料においては中性子小角散乱(SANS)法がかなり普及しつつある。一方で、軽金属である Al や Mg では X 線を用いた小角散乱(SAXS)法が適用可能であることもあり、利用例がすくなかった。しかし、最近の絶対強度化技術の普及により、SAXS 強度と SANS 強度の比較から nm スケールの第 2 相についても組成情報を抽出できる手法が確立し、SAXS/SANS 両手法の併用が重要になってきた。そこで、散乱長の小さな軽金属における SANS 測定の実績を iMATERIA でも確立すべく、Al 合金、Mg 合金の測定を行った。また、析出以外の応用として、日本刀の原料である玉鋼に存在する組織の検討を試みた。</p>
<b>2. 試料及び実験方法</b> Sample(s), chemical compositions and experimental procedure
<b>2.1 試料 (sample(s))</b> A2024 合金 (Al-(3.8-4.9)Cu-(1.2-1.8)Mg 合金) 0.8mm 厚を10枚重ね Mg 合金 (Mg-1.6Zn-0.5Ca-0.4Zr 合金) 1mm 厚を2枚重ね 玉鋼 1mm 厚 一部に目視可能なボイドが存在  <b>2.2 実験方法(Experimental procedure)</b> iMATERIA の小角用のセッティングで行った。

### 3. 実験結果及び考察（実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。）

Experimental results and discussion. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.

図1に測定結果を示す。金属系では多重回折による影響を防ぐため、通常  $4 \text{ \AA}$  以上の波長を解析に用いており、本系でも同様な処理を行なっている。赤線で示した Al 合金については  $q > 0.03 \text{ \AA}^{-1}$  で通常、Porod 則と呼ばれる  $q^{-4}$  に比例した強度減衰からのズレが観測され、ナノサイズの析出物の形成が確認された。サイズ決定には  $0.03 \text{ \AA}^{-1}$  以上の  $q$  領域が必要であるが、この領域は北大の小型中性子源 iANS が利用可能であるため、iMATERIA と iANS の相補利用により、フルスペック SANS と同等な測定が行えることがわかった、一方、Mg 合金については  $0.01 \text{ \AA}^{-1}$  以上の  $q$  領域で Porod 則からのずれが観測され、 $50 \text{ nm}$  以上の析出物が観測できる。この領域は北大 SAXS 装置でカバーできるものの iANS ではカバーできない領域であるため、SAXS/SANS 強度比較には iMATERIA の測定が不可欠である。

玉鋼については  $q^{-4}$  によりも大きな指数での減衰が見られ、何らかの特徴的な組織の存在も示唆されたが、試料にボイドが含まれていたこともあり、結論には至らなかった。

図2には high- $q$  側のデータも加えたが、この図の通り、各合金における主要相からの回折ピークが観測でき、wide- $q$  測定のメリットが容易に理解できる。一方で、 $4 \text{ \AA}$  以上の波長による解析では  $0.1 < q < 0.4 \text{ \AA}^{-1}$  に空白領域が存在するため、 $5 \text{ nm}$  以下の析出物の解析には iANS との併用が必要であることも明らかである。

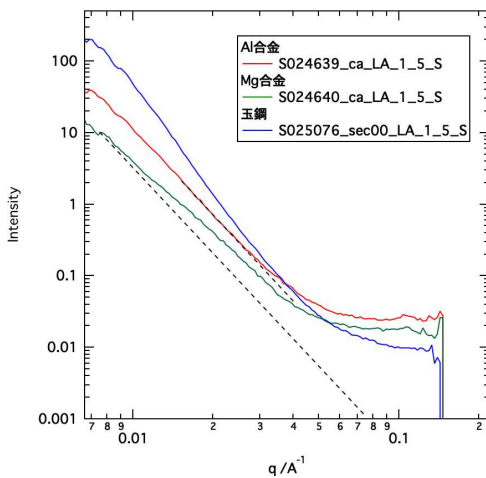


図1 Al 合金(赤)、Mg 合金(緑)、玉鋼の SANS プロファイル。点線は Porod 則を示している。

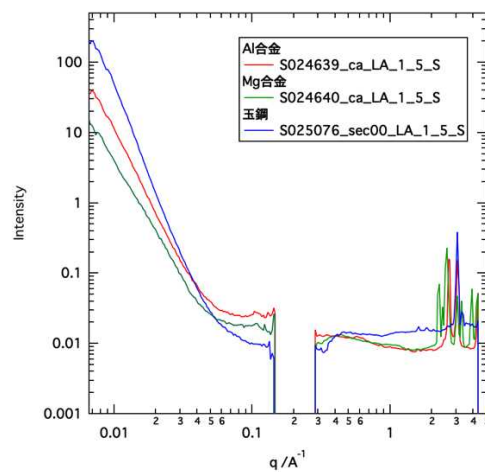


図2 同じ試料の high- $q$  側との同時プロット

### 4. 結論(Conclusions)

iMATERIA において鉄鋼材料だけでなく、軽金属系でも簡便に SANS 測定が可能であることがわかった。一方で、 $4 \text{ \AA}$  以上の波長による解析ではデータに空白領域が生じ、ナノ析出領域をトータルにカバーするためには iANS との併用が有効であることがわかった。