放射光Ｘ線回折測定に関する研究支援

志田 賢二

応用分析技術系

1　はじめに

Ｘ線回折法は金属や無機材料の合成やその特性に関する研究において日常的に用いられる分析手法の一つである。本学においても工学部付属工学研究機器センターにて３台の装置が共同利用に供されている他に、学科共通装置としても複数の装置が研究に利用されている。本報告ではＸ線回折装置を利用するユーザーの要望から、放射光施設にて放射光Ｘ線回折測定をおこなった研究支援事例を報告する。

2　概要

2.1　経緯

高圧ねじり（HPT）加工を施したディスク状の Zr-Co-Ni 合金や Zr-Co-Pd 合金試料（φ6mm）について中心部から円周方向にかけての加工ひずみ分布について、Ｘ線回折法を用いて、ピーク位置や半値幅から規則度、結晶子サイズ、局所的なひずみ分布など精密な微細構造解析を行いたいとの相談を受けた。学科および、工学研究機器センター所有のＸ線回折装置による予備測定を試みたが、従来の X 線管球を用いた回折装置では輝度や回折強度が低く、さらに局所領域の計測も不可であり、正確な構造解析が実施できない状況であった。

筆者の大型放射光施設 Spring-8 を利用した材料構造解析の経験から、本案件は高強度で種々の波長（エネルギー）のＸ線を取り出すことが可能である放射光Ｘ線回折測定が適していると考えられた。担当教員へ提案および条件等の精査をし、佐賀県立九州シンクロトロン光研究センターへ施設利用申請の結果、採択となった。

2.2　佐賀県立九州シンクロトロン光研究センター（SAGA-LS）

2006 年に供用を開始した放射光施設で、県有ビームラインは課題申請により広く一般に開放されている。SAGA-LS の加速器は、1.4 GeV の電子蓄積リングと 255 MeV の電子リニアックから構成されている。リニアックより 255 ＭｅＶで蓄積リングへ入射された電子を約 300 mA まで蓄積し、リング内で 255 MeV から 1.4 ＧｅＶまで加速。そして、1.4 ＧｅＶ電子の進行方向を偏光電磁石で曲げた時に放射されるシンクロトロン光が各種の実験に用いられている。

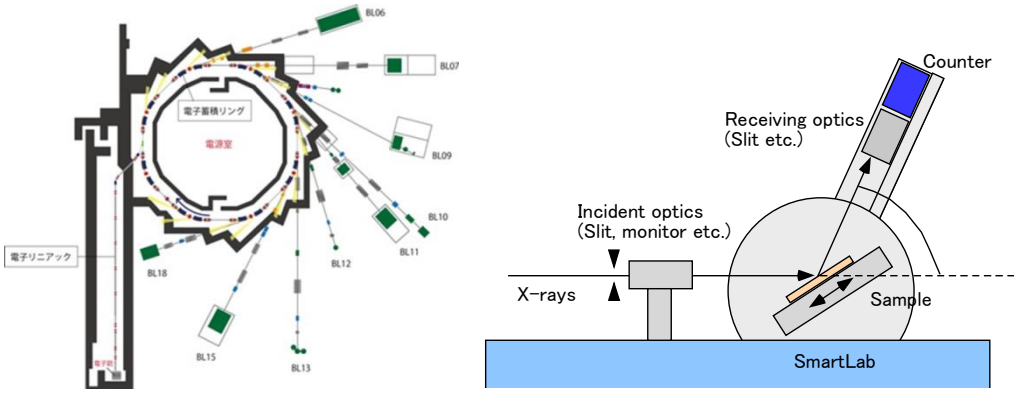


図 1　SAGA-LS ビームラインおよび多軸回折計概要（BL15）

測定は BL15 に設置されている多軸回折計 SmartLab を用いて行う（図１、２）。試料台に試料を設置し、θ-2θ 測定を行う。試料台は X-Y 並進ステージとして、試料中心部からおよそ 1ｍｍずつ X 線の照射位置を変えて順次測定を行った。試料からの蛍光 X 線をなくしてバックグラウンドを低減するため、X 線のエネルギーは 7.6keV とした。BL 担当者の説明の後にユーザー自ら操作し測定を行った。

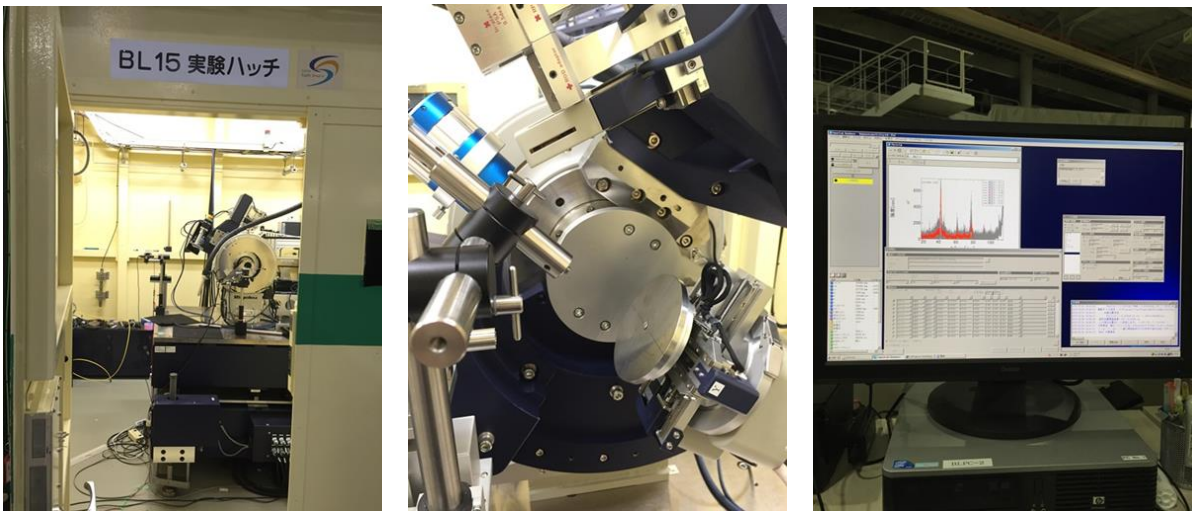


図２　　SAGA-LS　BL15　実験装置

放射光Ｘ線回折測定結果、学内のＸ線回折装置では測定ができなかった回折パターンを得る事ができた。詳細な結果については割愛するが、金属間化合物の HPT 加工による規則度、結晶子サイズ、局所的なひずみ分布など精密な微細構造を明らかにすることが可能となり、下記 2 題の研究発表につながった。

本研究支援に関する研究発表

（１）：シンクロトロンと TEM による強加工 Zr50Co39Ni11 合金の微細構造解析

熊本大工　〇坂上拓哉，熊本大院　松田光弘，熊本大工　志田賢二，熊本大院　高島和希

九州シンクロトロン光研究センター　隅谷和嗣, Univ. of Vienna:　Michael Kerber, Thomas Waitz

（日本金属学会春期講演大会、平成 28 年 3 月）

（２）：HPT 加工を施した B2 型 ZrCo 合金と Zr50Co39Ni11 合金の微細構造解析

熊本大院〇松田光弘，熊本大工　志田賢二，九州シンクロトロン光研究センター　隅谷和嗣

Univ. of Vienna:　C.Ebner, A.Panigrahi, M.Kerber, C.Rentenberger, T.Waitz

（日本金属学会春期講演大会、平成 28 年 3 月）

3　まとめ

学内共同機器では分析できない試料について、佐賀県立シンクロトロン光研究センターでの放射光Ｘ線回折測定を提案・実施した。学内で分析ができない場合にはどう対応すべきか。ただ「出来ない」と回答するのではなく他機関の施設利用を含めて検討すべきであると実感した事例であった。今後も自己研鑽に努め、一方で他大学、研究機関との交流・連携を密にして研究支援レベルの向上を目指したい。