

(様式 2)

議事録番号

提出 2012 年 9 月 4 日

会合議事録

研究会名： 不規則系物質先端科学研究会

日 時： 2012 年 8 月 26 日(日)

場 所： 大阪大学吹田キャンパス R4棟(材料開発・物性記念館)2階 研修室

出席者：(議事録記載者に下線)

乾雅祝(広大)、大場洋次郎(京大)、大政義典(広工大)、奥田浩司(京大)、小野寺陽平(京大)、尾原幸治(JASRI)、梶原行夫(広大)、片山芳則(JAEA)、木村耕治(京大)、杉山正明(京大)、巽修平(川崎重工)、細川伸也(熊大)、松田和博(京大)、松永将弥(旭硝子)

計 14 名

議題：「X線異常散乱法、X線小角散乱法の不規則系への適用」

X線異常散乱法、X線小角散乱法の不規則系物質への適用について、各 2 名の講演を元にして、技術的な課題や、その科学について議論を行った。詳細は、後述の各アブストラクト参照。また SPring-8 から依頼された「動向調査」についてはも意見交換を行った。詳細は、別紙参照。

議事内容：

-16:00 梶原 行夫 (広大) はじめに

16:00-16:25 尾原 幸治 (JASRI) SPring-8 におけるX線異常散乱測定

16:25-16:50 細川 伸也 (熊大) 半導体および金属ガラスのX線異常散乱の現状と問題点

16:50-17:15 梶原 行夫 (広大) 2元合金液体のゆらぎ：X線小角散乱測定

17:15-17:40 奥田 浩司 (京大院工)
BL04B2 での高エネルギーX線小角散乱による金属材料組織評価のねらい

17:40-18:10 SPring-8「動向調査」のための意見交換



SPring-8 における X 線異常散乱測定

JASRI/SPring-8 尾原幸治

X 線異常散乱(AXS)法は注目する原子とそれ以外の原子の構造相関を吸収端近傍の異常散乱項の差を用いて直接抽出できることから、この実験環境が整備されることにより多元系成分をもつランダム系物質の構造研究のブレークスルーになると考えられる。昨年度は、BL02B1 の多軸回折計に二つの受光スリットと Ge 半導体検出器(SSD)を搭載した回折計を立ち上げた。そして、ステップスキャン法で測定した散乱 X 線を Multi Chanel Analyzer (MCA)を用いてエネルギー選別し、AXS 解析に必要な散乱成分だけを取り出すシステムを構築した。このシステムを用いて、DVD-RAM に利用されている高速相変化材料 $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ (GST)のアモルファス相について、Sb 原子およびTe 原子の差分構造因子 $\Delta S(Q)$ を抽出した。このデータは、第一原理分子動力学計算(DFMD)シミュレーションと逆モンテカルロシミュレーション(RMC)の組み合わせにより、高エネルギーX線回折データのみを再現するモデルの構造精密化を可能とした。その結果、これまで明らかにされていなかった Sb の役割を明らかにすることに成功した[1]。

発表では上述の AXS 法を利用した研究内容に加え、AXS 法を金属ガラスの構造解析に適用した例についても紹介する。

[1] K. Ohara *et al.*, *Adv. Funct. Mater.* **22** (2012) 2251.

半導体および金属ガラスの X 線異常散乱の現状と問題点

熊本大院自然 細川伸也

多元系の非結晶物質の原子配列を明らかにしようとするれば、それぞれの元素の散乱断面積にコントラストが出るように、さまざまな種類の回折実験を、できるだけ多く、精度よく行う必要があることに、議論の余地はない。X 線異常散乱は1つの有望な手法で、1980 年頃から放射光の発展とともに進化してきた[1]はずであったが、ここ 10 年ほどは目立った成果が得られていない。

講演では、大型放射光施設 ESRF を用いて、半導体および金属ガラスを対象として行ってきた X 線異常散乱実験およびその結果を用いた逆モンテカルロ解析の現状を概説する[2]。特に、高強度の大型放射光に合った実験手法の改善の結果とその限界を明らかにする。最後に、SPring-8 のアンジュレータビームラインを用いた X 線異常散乱実験の将来的な発展の可能性と問題点について、1ポテンシャル・ユーザーの立場から述べたい。

[1] Y. Waseda, *Anomalous X-Ray Scattering for Materials Characterization* (Springer-Verlag, Heidelberg, 2002).

[2] S. Hosokawa, W.-C. Pilgrim, J.-F. Béjar, and S. Kohara, *Eur. Phys. J. Special Topics* **208**, 291 (2012).

2元合金液体のゆらぎ：X線小角散乱測定

広大院総合科 梶原行夫

「熱平衡液体」はマクロには均質であるが、マイクロ～メゾスコピックには通常思われているよりはるかに不均質である。我々は液体のこの不均質性＝ゆらぎが液体を理解する上で重要と考え、ゆらぎに着目した研究を続けている。これまで①Se-Te系、の液体－液体相転移に伴う微少な密度ゆらぎの観測などに成功している[1]。

今回注目するのは2元合金系である。2元状態図は冶金学としては確立したものかも知れないが、我々は液体のゆらぎについては未解明の部分が多いと考えている。またそこから得られる知見は、融体からガラスや合金を作成する際の指針として重要になるのではないかと期待している。上述の①は2元合金系のなかでは、全率固溶に属するタイプの系であった。今回他の特徴的な系として②(融解曲線が上に凸で、)2相分離を示す Bi-Ga 系、③共晶を示す Pb-Sn 系、にX線小角散乱測定を行ったので、その結果を報告して議論を行う。

[1] Y. Kajihara et al, J. Phys. : Conf. Ser. 215 (2010) 012078

BL04B2 での高エネルギー X 線小角散乱による金属材料組織評価のねらい

京都大学工学研究科材料工学

奥田 浩司

金属材料の組織評価は材料特性と内部組織の関係を理解し、組織の形成原理や制御のための知見を得る上で重要である。我々は小角散乱法によるナノ組織の評価を中心に多元合金中の析出過程について異常分散を利用した異常小角散乱法 (ASAXS) ならびに小角中角同時測定法 (SWAXS) をツールとして、アルミニウム基あるいは鉄や銅基多結晶金属合金や、Zr 基の金属ガラスなどの相分解過程を調べている。これらの測定は主として異常分散の利用が容易に実現できる BL40B2 を用いて進めてきたが、いくつかの課題では異常小角散乱だけでは結論を出すことが実験的に困難である問題が出てきている。ひとつは金属ガラス中の密度揺らぎと歪の問題であり、異常分散に適した試料厚さでは歪の状態がバルクとは異なってしまうこと、応力負荷において薄膜に圧縮負荷をかけることができないことから応力変調実験の設計が困難であり、透過能の高い高エネルギー X 線での小角散乱実験が必須であると考えられた。この点を解決する上で BL04 の 100keV で通常の (やや甘い) 小角散乱領域が十分な精度で測定可能であるかどうかを検証する事は、中性子に遜色ない透過能での小角散乱測定を可能にするという意味で重要である。2012A 期のビームタイムでの実験により、Glassy Carbon の典型的な小角散乱プロファイルを取得することが確認された。なお、金属ガラスについては中性子はバルク材を簡単に透過するが、Zr の異なる散乱断面積をもつ安定核種の多さから密度揺らぎのような議論が困難であるのが現状である。もうひとつの狙いは BL04 としてはやや低エネルギーになるが、38 keV 領域での実時間小角散乱測定の実現である。これは通常波長の小角散乱法では高時間分解能二次元検出器ではカバーできない散乱ベクトル領域を同時に実時間で捉えることによって、通常の小角散乱ビームラインでは実現できない試料厚さ、散乱ベクトル範囲をカバーすることで始めて可能になる相変態過程を追うことを目的とする。現在この方向では Mg-Y-Zn の長周期規則構造 (LPSO) 形成と分解過程の実時間測定に向けた取りくみを進めている。BL04B2 のビーム特性 (高調波) のため、フィルターなどいくつかの独特な検証を同時に進める必要があり、まだ定量性に関する検討には種々の課題が残っている段階である。しかし、高エネルギー小角散乱は材料組織の研究と言う観点からは通常のエネルギー領域では評価の難しいバルク材料の In-situ, In-Process における組織評価では有効な手法になると期待している。