

「何ができる?どこがすごい?」～各装置の紹介～

## 工学材料回折装置 匠

ステファヌス・ハルヨ\* 相澤 一也\*

## 1. 匠で何ができる?

匠は、材料科学および工学における実用材等の内部応力、組織等に係る様々な課題を解決するための装置である。本装置は、入射中性子ビームに対して、左右90°に一畳程度の面積を持つ検出器バンクを配置した中性子回折装置であり、応力等に起因する原子間距離スケールの微小な変化を測定できる。

匠は本特集で紹介されている多くの装置と同様に飛行時間型中性子回折装置であり、それに起因する特徴を有している。即ち、中性子源からの白色パルス中性子を試料に入射させ、その回折を特定位置に固定された検出器で測定するため、パルス中性子発生時刻をゼロとし、検出器に到達するまでの経過時間を測定すれば中性子の波長が判る。従って、ブラッグ則を満足する複数の格子面から回折された中性子回折パターンを同時に測定できる。

匠は、通常運転モードでは0.05 nm から0.3 nm までの面間隔範囲を同時に測定可能であるので、鉄鋼材料の場合15～20個の回折ピークが同時に観察できる。セラミックスやその他材料において長周期構造(大きな面間隔)の測定が必要な場合は、最大0.5 nm までの測定が可能な運転モードも選択可能である。但しこの場合、入射強度は通常運転に比べて半分となる(本特集記事 i-MATERIA 参照)。

以上の特徴から匠は、応力測定他に、相変態、集合組織測定、変形に伴う構造異方性等の研究を行うために非常に有力な装置である。

匠は試料周りに広い空間と大型試料ステージを完備しており、半径1 m 程度および1 t までの大型試料および試料環境装置を搭載することが可能である。また、小型試料の応力測定や集合組織測定用の試料回転用オイラークレドールの整備を今年度行う予定である。

匠で最も多用される測定モードは、試料の応力・ひずみマッピング測定である。このマッピング測定の位置分解能を規定するゲージ体積は、 $w_{inc} \times w_{scat} \times h$  で定義される。ここで、

$w_{inc}$  は、入射中性子ビーム幅、 $w_{scat}$  は、反射中性子ビーム幅、 $h$  は、中性子ビーム高さであり、入射中性子ビーム用のスリット、反射中性子ビーム用のラジアルコリメータを用いて調整される。 $w_{inc}$  および  $h$  は可変であるが、現在のところ  $w_{scat}$  は、2 mm 固定である。今後、5 mm 幅等のラジアルコリメータを整備していく。

試料環境装置としては、変形挙動その場観察用の50 kN 引張、20 kN 圧縮が可能な試験機を完備している。近い将来、試験機に高温炉を付加して高温変形その場観察を可能にする予定である。また、ユーザーによる特殊環境装置の持ち込みも可能である。持ち込み機器は、安全審査に合格すれば使用できるので事前に装置担当者に相談下さい。さらに、今後ユーザーの希望を集約し、共通特殊環境装置を整備することも予定している。

## 2. 匠はどこがすごい?

応力測定のためには、試料のゲージ体積を定義した上で、少なくとも直交する2方向のひずみ成分を同時に測定する必要がある。この目的で匠には、検出器バンクを散乱角が+90°および-90°に設置してある。散乱角が90°に検出器を設置する回折装置は、通常、高い分解能を達成できない。これに対し、匠では、光学系の最適化と高分解能検出器を採用することにより、高分解能化を図っている。

匠は、2009年12月から供用を開始した。装置調整ビームタイム、および供用ビームタイムにおいて得られた基礎データを以下に示す。図1は、高分解能モードでの $\gamma$ 鉄試料の測定例である。単結晶試料や十分に焼鈍した試料を使わなくても、この図から分解能0.23%を達成していることが判る。これは、匠が国内外の残留応力専用装置の中で最高分解能を実現していることに相当する。従って、測定されるひずみ精度も世界トップクラスである。また、複数の回折ピークが同時に得られ、それぞれのピークが同じ条件で測定されるため得られる情報が多く、様々な環境下でのその場測定を行う場合に極めて有利である。更に、上述の通り検出器バンクを散乱

\* 日本原子力研究開発機構 J-PARC センター物質・生命科学ディビジョン中性子利用セクション; 研究員(〒319-1106 茨城県那珂郡東海村白方白根 2-4)

Engineering Materials Diffractometer "TAKUMI"; Stefanus Harjo, Kazuya Aizawa (J-PARC Center, Japan Atomic Energy Agency, Tokai, Ibaraki)

Keywords: *neutron diffraction, engineering diffraction, stress measurement, in situ measurement, materials engineering*

2009年4月16日受理

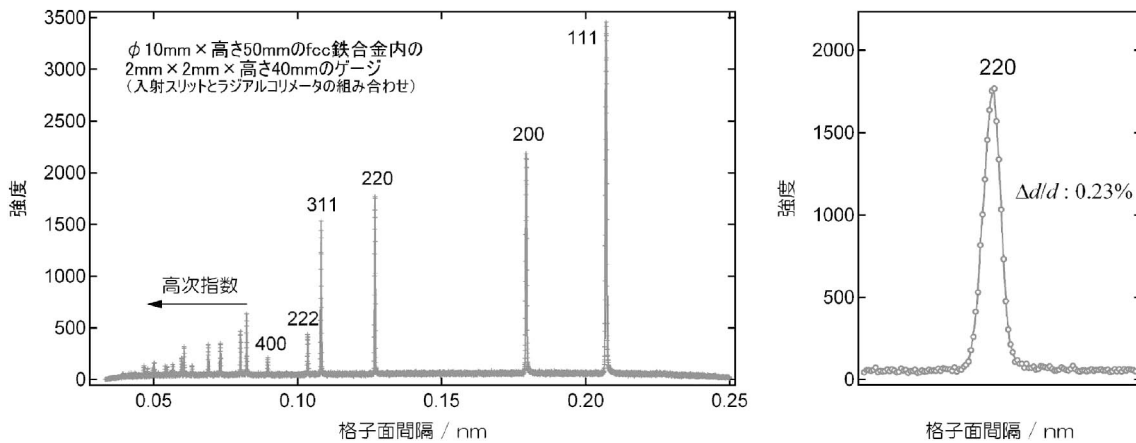


図1  $\gamma$ 鉄試料の中性子回折パターン。

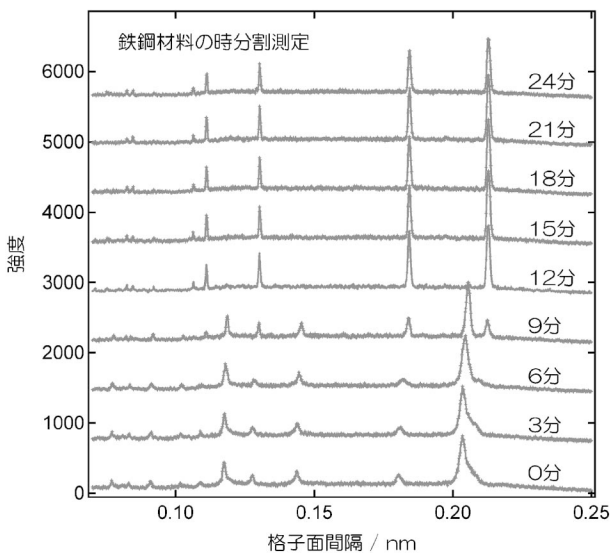


図2 室温から900°Cまで加熱した鉄鋼の時分割測定 (0分:室温, 10分以降:900°Cで保持). 室温では主にbcc構造をしているが, 昇温中にbccとfccの混合組織となり, 900°Cではfcc単相となっている。

角が+90°および-90°に設置してあるため, 変形中のその場測定を行う場合, 変形方向とその垂直方向の情報を同時に測定可能である。

これらに加え, 本特集で再三指摘されている通り, 高強度中性子源 J-PARC に設置されているため, 短時間の測定が実現でき, 中性子源が 1 MW に達成した場合には, 一つのパルス(40 msec)でも回折パターンが測定可能と考えられる。

MLF の中性子実験装置は, 従来中性子散乱実験で良く用いられていた積算型のヒストグラム方式ではなく, イベント式のデータ集積方法を用いている。この方式は, 検出器で検知された中性子一個一個に対して, パルス情報, 時間, 位置情報等のデータを保存する方式である。この方式は, 過渡現象等の時分割測定やその場測定に非常に有効である。例として, 図2に鉄鋼を室温から900°Cに加熱した時のデータを示す。この図は, 加熱から測定終了まで連続して取得されたデータを3分間隔のヒストグラムデータに加工してプロット

したものである。ここに示したデータは, 試料サイズが 5 mm × 5 mm × 10 mm, 中性子源が 20 kW 運転(最終計画出力 1 MW)で, 検出器が最終計画の60%まで設置された2009年2月時点でのものである。このように, 装置性能の極一部のみの使用に留まる現時点でも時分割測定が実用できることが判る。J-PARC の加速器が 25 Hz で運転するため, イベントデータから加工できる最短の時間間隔は 40 msec である。また, このデータ集積方法は引張圧縮疲労試験において引張あるいは圧縮時のみを分割して観察する場合にも非常に有効である。

既設, 工学回折装置との比較例を表1に示す。

### 3. 匠を活用するために

匠に関する性能および応用の可能性については文献(1)を, 工学回折については文献(2)-(5)をご覧いただきたい。匠の利用を検討する場合は, 次のウェブページおよび文献(6)と(7)をご覧いただきたい。また, 中性子回折実験を計画する場合は, 各元素の中性子散乱長, 吸収係数等の情報を(8)から得ることができる。さらに実際の測定に関わる申請等の情報は

利用について: <http://j-parc.jp/MatLife/ja/applying/index.html>

公募(2009年の場合)について: <http://j-parc.jp/MatLife/ja/applying/koubo2009.html>

課題申請について: <https://gamusha1.j-parc.jp/j-pas/auth/menu.jsp>

を参考にされたい。また本特集記事「どのように使う」に詳しく回折されている。

国内では, 試料の内部応力測定が可能な中性子工学回折装置として, JRR-3 に設置された RESA, RESA-II(担当: JAEA 鈴木裕士)がある。また, 時分割測定が可能な J-PARC 中性子実験装置として, iMATERIA(担当: 茨城大石垣 徹), SuperHRPD(担当: KEK 神山 崇)および NOVA(担当: KEK 大友季哉)がある。J-PARC 装置についてはいずれも本特集に解説されており, それらを参考に実験目的に最適な回折装置を選択されたい。

表1 匠は何かができる？ どこがすごい？

	JRR-3 RESA	J-PARC 匠
測定対象 測定領域	弾性散乱 0.1 nm < d < 0.25 nm (1~2 本ピークまで同時測定)	弾性散乱 0.05 nm < d < 0.5 nm (全ピークの同時測定)
中性子波長(またはエネルギー)及びフラックス	0.16 nm < λ < 0.21 nm の中性子を単色化して使用	0.07 nm < λ < 0.35 nm (0.07 < λ < 0.7 nm) の白色パルス中性子を使用
得られる情報	格子ひずみ, 転位密度やセルサイズ等の微小組織, 平均結晶構造, 集合組織 1方向のみ	同左 2直交方向の同時測定
対象研究分野	金属材料, セラミックス材料, ガラス材料等	金属材料, セラミックス材料, ガラス材料等
試料サイズ	最大 直径 1 m 程度	最大 直径 1 m 程度
特殊環境	10 kN 引張試験機, オイラークレドル, 低温引張試験機, ラジアルコリメータ 0.5 mm, 1 mm, 2 mm, 3 mm	50 kN 引張・20 kN 圧縮試験機, ラジアルコリメータ 2 mm (今後更に整備する)
測定時間	Fe, 2×2×2 mm ゲージ, 30 mm パスでの測定時間: 20分	Fe, 2×2×2 mm ゲージ, 30 mm パスでの測定時間: 3分 (1 MW 時)
装置特徴	原子炉連続中性子源 角度分散型 ヒストグラム式データ集積	加速器パルス中性子源 飛行時間型 イベント式データ集積 最高分解能は0.2%以下
装置運用状況	年間100日 一般利用可能	年間110日 (2009年度計画) 一般利用可能
J-PARC 関連装置		iMATERIA, SuperHRPD, NOVA

## 文 献

- 場回折実験による強度と変形機構の解析が日本語で紹介されている。
- (1) ステファヌス ハルヨ: 日本結晶学会誌, **50**(2008), 40: 工学材料回折装置の概要と可能性が日本語で紹介されている。
  - (2) 鈴木裕士, 菅蒲敬久: ふえらむ, **11**(2006), 701: 中性子および放射光による残留応力測定とその相補利用が日本語で紹介されている。
  - (3) 友田 陽, 徐 平光: ふえらむ, **12**(2007), 15: 中性子その場回折実験による鉄鋼の相変態解析が日本語で紹介されている。
  - (4) 友田 陽, 鈴木徹也: ふえらむ, **12**(2007), 71: 中性子その場回折実験による強度と変形機構の解析が日本語で紹介されている。
  - (5) S. Harjo, 友田 陽: 熱処理, **40**(2000), 97: 中性子回折による応力測定が日本語で紹介されている。
  - (6) 神山 崇, 池田裕二郎: 日本結晶学会誌, **50**(2008), 61: J-PARC の MLF 利用者支援体制に関することが日本語で紹介されている。
  - (7) S. Harjo, 神山 崇: ふえらむ, **11**(2006), 567: 中性子ビーム利用の基礎と J-PARC が日本語で紹介されている。
  - (8) NIST ホームページ <http://www.ncnr.nist.gov/resources/n-lengths/>: 各元素の散乱長, 吸収係数等がリストアップされている。