



# 展 TENBO 望

理工学部会 企画 \*

## パルス中性子イメージングによる 金属材料研究



岩瀬 謙二  
Iwase Kenji  
(茨城大学工学部)

### 1 はじめに

従来から金属材料内部の格子歪や集合組織を測定するために、中性子回折法が用いられてきた。原子炉を用いて波長一定の中性子線（白色中性子）を利用する角度分散型、加速器を用いて様々な波長の中性子線（パルス中性子）を利用するエネルギー分散型がある。国内外問わず、これらの手法によって構造材料や機能材料の格子歪や集合組織の測定が多数報告されている。中性子線の特徴は透過性に優れているため表面から内部に至るまでの試料全体の平均を捕えることが可能である。X線回折もまた歪測定に頻繁に利用されているが、試料の表面（深さ数十 $\mu\text{m}$ ）で散乱されるため、内部の情報を正確に得ることができない。透過性に優れた中性子線を利用した手法は、非破壊検査に適していると言える。

非破壊検査として、従来から中性子ラジオグラフィ（中性子透過法）による内部の像観察やエンジン内部の潤滑油の動きを動画として観察する等が行われてきた。近年、原子炉を利用した中性子ラジオグラフィとは異なるパルス

中性子透過法による Bragg-edge transmission 法が用いられつつある<sup>1-3)</sup>が、海外国内共に研究報告例が少なく、測定・解析技術の確立が望まれている。パルス中性子の特徴は、様々な波長を一度に測定することができるため、エネルギー依存によるスペクトルを観察することができる。Bragg-edge は、材料内の原子の並び（結晶構造）に起因している。エッジの位置は、ブラッグの式  $2d \sin \theta = \lambda$ （透過スペクトルなので散乱角  $2\theta = 180^\circ$ ）から面間隔  $d$  に由来する。

構造材料の性能劣化機構を理解するためには、引張応力や収縮応力が生じた状態のまま非破壊で測定することが必須であり、格子歪や組織の変化を捕える事が重要である。Bragg-edge transmission 法と *In-situ* 測定（その場観察）によって、格子歪の位置依存性を明確にし、材料内のどの位置から劣化が生じて、どのようにそれらの劣化が伝播していくのかを理解することを目的とする。

### 2 解析コード “RITS”

2次元位置敏感型検出器の各ピクセルで得られるブラッグエッジ透過スペクトルからバルク材料の結晶・組織構造情報を定量的に推定する

\* 中性子応用専門委員会

ために、2011年、佐藤博隆氏らによって Bragg-edge スペクトルを詳細に解析するための解析コード“RITS (Rietveld Imaging of Transmission Spectra)”が開発された<sup>4)</sup>。結晶格子歪のみならず集合組織（選択配向）や結晶子サイズの定量的なイメージングが可能になった。

### 3 実験方法

中性子透過実験は茨城県東海村原子力機構内の J-PARC・物質生命科学実験施設 (MLF) 内の BL19 “匠”<sup>5)</sup> で実施した。図 1, 2 に実験時の試料及び状況を示した。最大荷重 50 kN の引張試験機を用いて、切欠きの生じた  $\alpha$ -Fe 板

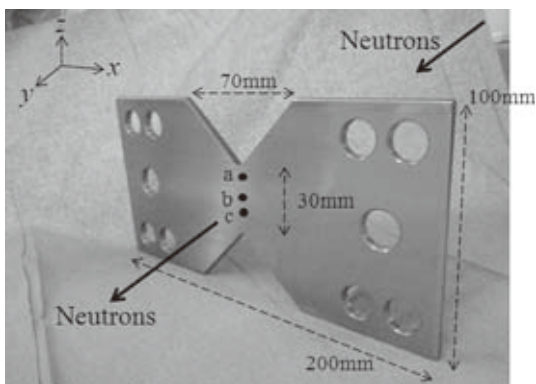


図 1 測定に用いた Fe 板試験片

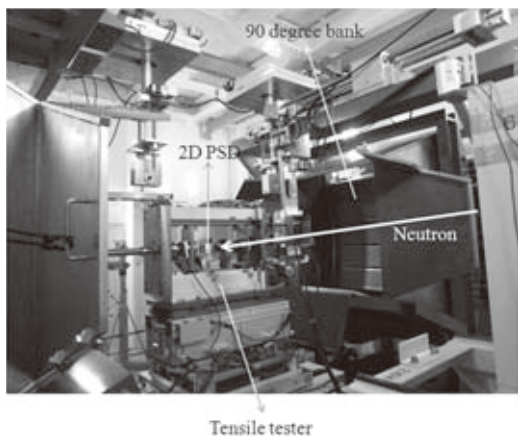


図 2 BL19 “匠”

(純度 99.99, 200×100×5 mm) の測定を行った。透過スペクトルを測定するための Li グラス型位置敏感型検出器 (2D PSD, 256 pixels, 測定領域 50×50 mm)<sup>6)</sup> は試料から後方 9 cm の位置に配置した。

### 4 透過法による格子歪測定

図 3 には歪ゲージセンサーによる荷重-伸び曲線を示した。図 1 内の a, b, c 各位置における荷重-伸び曲線を表している。切欠き部に近づくにつれて、荷重に対する伸びが著しく増加していることが分かる。切欠き部に最も近い c 地点での伸びが著しい。試料の中間に位置する b 地点では弾性領域が観察されたが、切欠き

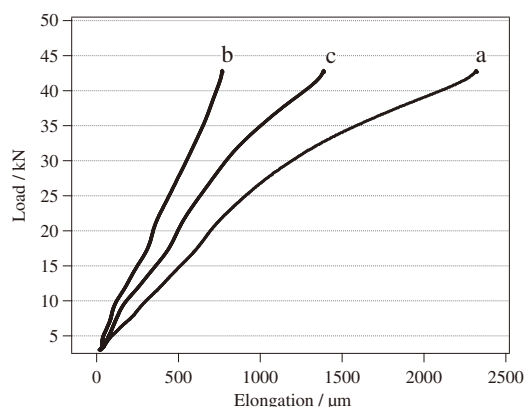


図 3 荷重-伸び曲線

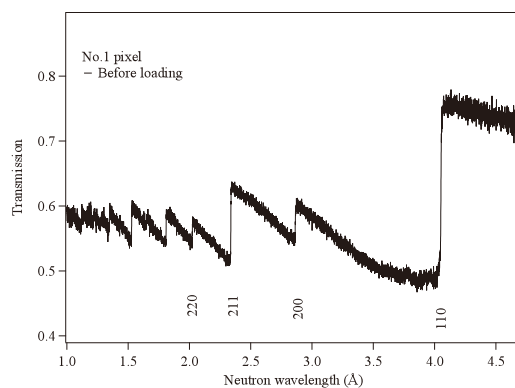


図 4  $\alpha$ -Fe (bcc 構造) の Bragg-edge spectrum

部に近い a, c 地点では塑性領域に達していることが分かる。切欠き部によって、試料が不均一に変形している。

図4は $\alpha$ -Fe試験片の透過スペクトル(Bragg-edge spectrum)である。110, 200, 211, 220 反射に由来する Bragg-edge が明瞭に観察された。各 edge の位置は、面間隔  $d$  に由来しているため、edge の位置の変化から下記の式によって格子歪を求めることが可能である。

$$2d \sin \theta = \lambda, \quad 2\theta = 180^\circ \quad (1)$$

$$\varepsilon = (d - d_0) / d \quad (2)$$

$\varepsilon$ : 格子歪,  $d_0$ : 引張試験前の面間隔値

表1 透過法によって求めた荷重増加に対する  $d_{110}$  の変化

Load/kN	$d_{110}/\text{\AA}$
0	2.02543 (5)
10	2.02505 (5)
20	2.02498 (5)
20	2.02471 (5)
27.5	2.02477 (5)
30	2.02468 (5)
32.5	2.02455 (5)
40	2.02449 (5)
40	2.02440 (5)
Unloading	2.02544 (5)

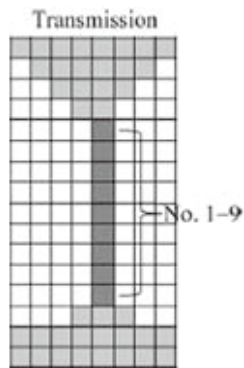
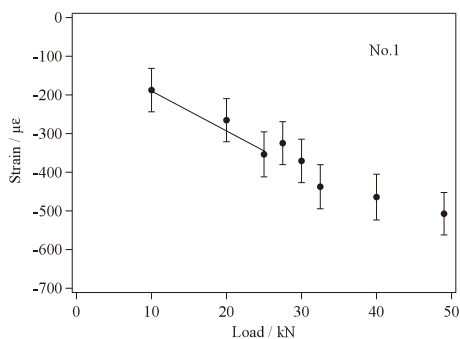
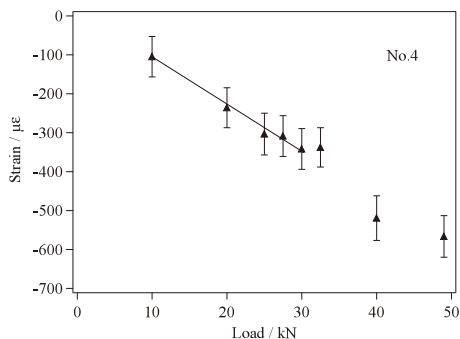


図5 切欠き部付近の2次元位置敏感型検出器のピクセルマップ

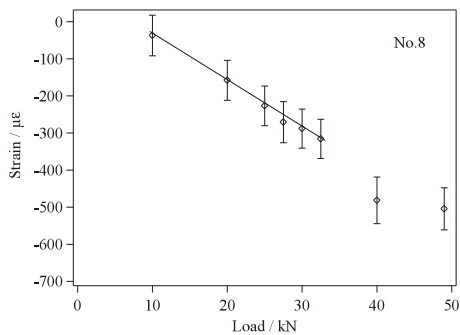
表1には、1ピクセル分の Bragg-edge スペクトルから得られた荷重増加に伴う  $d_{110}$  の変化を示した。荷重増加とともに  $d$  値が減少していく様子が明らかである。引張荷重の増加によって、試験片の厚み方向には、圧縮変形が生じる。Bragg-edge スペクトルは、試料の厚み方向に関



(a)



(b)



(c)

図6 No.1, 4, 8 ピクセルの 110 格子歪変化

する情報を表している。1ピクセル分のデータを用いて格子歪の変化を捉えることが可能である。

図5は切欠き付近の検出器ピクセル配置を示した。上下のグレー部ピクセルは切欠きによって試料がない部分である。ピクセルの大きさは約3×3 mmである。切欠き部中央付近のNo.1～9のピクセルのうち、No.1, 4, 8の格子歪変化(110反射)を図6に示した。No.1のピクセル中心は、切欠き部先端から約1.5 mm, No.4のピクセルは約10.5 mm, No.8のピクセルは約22.5 mmに位置する。引張荷重の増加とともに、 $d$ 値は減少する。切欠き部に最も近いNo.1のピクセルでは、荷重が25 kNまで弾性変形、30 kN以上で塑性変形を示している。同様に、No.4では30 kNまで弾性変形、32.5 kN以上で塑性変形、No.8は32.5 kNまで弾性変形、40 kN以上で塑性変形していると考えられる。パルス中性子イメージングでは、材料内の弾性変形領域と塑性変形領域を同時に捉えることが可能である。特に荷重が25～32.5 kNの間では、測定領域内の結晶格子が複雑に圧縮・

膨張していることが考えられる。このように、測定位置によって格子歪変化が明らかに異なることが分かる。

図7には引張荷重増加に伴う材料内部の格子歪分布を示した。30 kNを越えると切欠き付近の格子歪が著しく増加し、試験片の中央部に向かって広がっていくのが明瞭である。40 kN以上では、上下の切欠き付近から試料中央部に至るまで、圧縮歪が形成している。

## 5 今後の展望

中性子透過法を用いて引張試験中の試験片内部の格子歪分布を明瞭に捉えることができた。このような格子分布を可視化する際、回折法では複数回の測定が必要であった。透過法では1回の測定で格子歪分布を明瞭することが可能であるため、例えば溶接材内部の溶接部・熱影響部(HAZ)・母材の相境界及び亀裂の発生個所の可視化が可能となる。

今回の研究結果から格子歪分布の可視化に対して、中性子透過法が有効であることが得られ

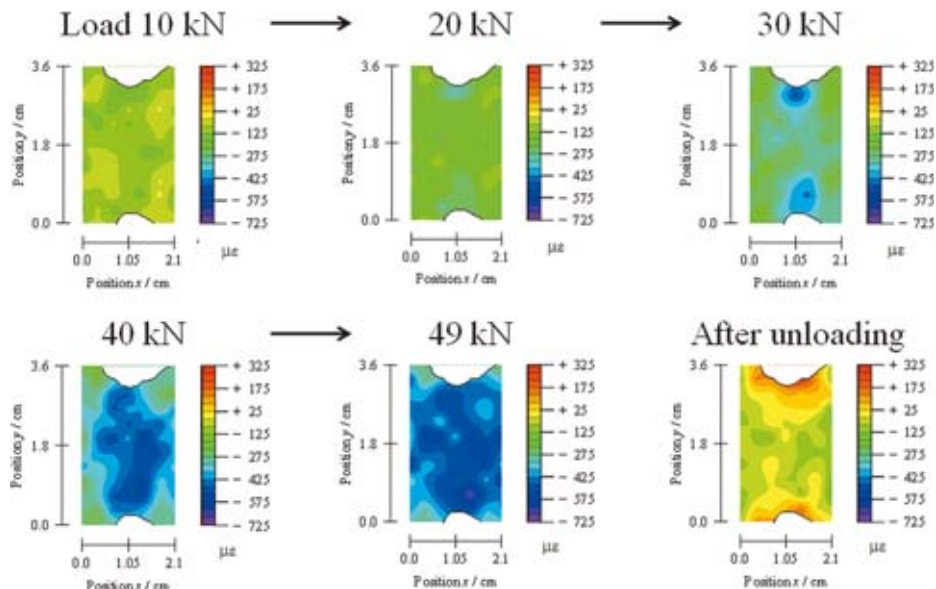


図7 試験内の格子歪分布の変化

た。精度に関しては、測定原理を考慮すると回折法より劣る。検出器の測定面積にもよるが、透過法では1回の測定で広範囲かつ各ピクセルごとにデータを測定できるという特徴は魅力的である。今後は、回折法と透過法の長所を組み合わせることによって、詳細な材料解析に発展させたいと考えている。例えば、透過法で相分布や溶接部位、HAZ部位の位置を可視化し、詳細に調べる領域を断定する。その後、回折法でピンポイントに高精度で測定することによって実験の効率化及び現象の理解・理論の構築に役立つと考えられる。今回は純鉄を用いて実験を行い透過法の有効性が得られた。今後はTRIP鋼<sup>\*1</sup>や溶接材等の実用に近い材料に挑戦して

---

<sup>\*1</sup> Transformation Induced Plasticity Steel。プレス成形後その変形部分が急激に硬化する鋼板。

いきたいと考えている。また、解析コードの改良を進め、実験により得られたスペクトルから、集合組織に関する情報を正確に抽出し、原子レベルからミクロの領域に至る結果を総合的に判断して材料評価に繋げたいと考えている。

#### 参考文献

- 1) Iwase, K., *et al.*, *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. A*, **605**, 1–4 (2009)
- 2) Iwase, K., *et al.*, *Metallurgical and Materials Transactions A*, **42**, 2296–2300 (2011)
- 3) Santisteban, J.R., *et al.*, *Appl. Phys. A*, **74**, S1433–S1436 (2002)
- 4) Sato, H., *et al.*, *Mater. Trans.*, **52**, 1294–1302 (2011)
- 5) Moriai, A., *et al.*, *Physica B*, **385–386**, 1043–1045 (2006)
- 6) Mizukami, K., *et al.*, *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. A*, **529**, 310–312 (2004)