

小型加速器中性子源 RANS を使用した鋼材特性の分析技術開発 ―ものづくり現場で中性子線を使った材料分析が可能に―



徐 平光*^{1,2} Xu Pingguang



箱山 智之^{*2,3} Hakoyama Tomoyuki



高村 正人*2 Takamura Masato



大竹 淑恵*2 Otake Yoshie



岩本ちひろ*2 Iwamoto Chihiro



鈴木 裕士*1,2 Suzuki Hiroshi

1 はじめに

近年,地球温暖化対策として二酸化炭素 (CO₂) 排出量の削減が求められ、自動車等の輸送機器は、 その軽量化による燃費向上が急務となっている。軽 量化のためには、部材として使われている鋼板の板 厚を小さくすることが有効である。そのため、薄く ても高い強度を維持できる高張力鋼板が注目されて いるが、一般的には鋼の強度が高くなるにつれて成 形性は低下し、部品成形のためのプレス加工が難し くなる¹⁻³⁾。これらのことから、強度と成形性を両 立した材料の開発が重要な課題となっている。オー ステナイト組織はこれを可能にする鉄鋼材料組織の 一つであり、この相分率を正しく把握して制御する ことが、新たな高張力鋼板の開発に重要である。相 分率の測定には,鉄鋼材料に対する透過性に優れた 「中性子回折法」が有効だが、ビーム強度の弱い小 型中性子源では実施が大変難しいと考えられてき た。

また、自動車部材として広く利用されている鉄鋼

材料は,複数の小さな結晶粒が集まってできた多結 晶と呼ばれる状態にあり,これらの結晶粒はそれぞ れ異なる方向を向いている。材料製造の過程で圧延 したり,加熱したりすることで,結晶粒の向きがあ る程度揃った(偏った)状態になる。この結晶粒の 向きの偏りは集合組織と呼ばれ,その偏りのしかた や度合いによって強度や成形性等の材料特性が変わ る。破断まで優れた伸び特性(高延性)を持たせた 高強度の鋼板の開発には,その集合組織の状態を正 しく把握して制御することは重要である⁴⁰。

相分率と集合組織の定量測定には,量子ビームに よる回折測定が広く用いられている⁶⁸⁾。しかし, 一般的によく用いられる X線回折法や電子線後方 散乱回折法では,鋼材に対する透過性は低く,鋼板 のごく表面層の相分率と集合組織しか測定できな い。したがって,これらの手法は,強度や加工性と いったマクロな特性の評価と最適化研究には必ずし も適しているとは言えない⁶⁹⁾。これに対して,透 過能に優れた中性子回折法は,鉄鋼材料内部の結晶 情報をバルク平均で得られる特徴を持つことから,



図1 理研小型中性子源システム RANS の全体写真(上) と基本構造(下)

陽子線加速器

陽子線加速器によって陽子を加速し、ターゲットステーション内のベリ リウム (Be) 薄膜に衝突させて核反応を起こし、中性子を発生させる

相分率と集合組織を測定する上で有力な手段として 考えられる^{4,5,9,11)}。

しかし,現状では中性子回折測定が可能な中性子 源は,研究用原子炉や大型加速器施設等の大型実験 施設に限られ,これらは共用施設のため利用者が頻 繁に測定する機会を得ることは困難である¹⁰⁻¹²。そ こで,理化学研究所では,大学や企業の研究室,工場等 の現場で手軽に使える小型中性子源^{12,13}として,「理 研小型加速器中性子源 RANS(ランズ)」(図1)を構 築し,その利用技術の研究開発を進めてきた¹³⁻¹⁶。

大型実験施設と比べるとビーム強度の低い小型加 速器中性子源では、中性子回折法による相分率測定 と集合組織測定は現実ではあり得ないと考えられて きた。しかし、小型加速器中性子源によって鋼板の 相分率測定と集合組織測定が可能になれば、企業や 大学等の研究室レベルの中性子利用により、新しい 材料開発や鋼材の品質管理等の手法が大きく進歩す ると期待できる。そこで、筆者らは、RANS 中性子回 折を用いた相分率測定¹⁷⁾と集合組織測定^{131,18)}の実 現を目指した。

2 RANS 中性子回折による相分率測定^{17,18)}

RANS では、飛行時間型中性子回折と呼ばれる回

折手法を用いている。この手法では、様々な波長を 有する複数の中性子線はそれぞれ異なる飛行速度を 持つため、中性子が発生してから試料に当たり、検 出器にたどり着くまでの時間を計測することで、異 なる波長の中性子線を見分けることができるという 原理を利用している。中性子線が試料に当たると、 その物質の結晶の向きによって決まる特定の方向に 特定の波長の中性子線が、結晶方位分布に応じた強 度で跳ね返ってくるため、それらの試料方位に依存 する回折パターンを解析することで、試料の結晶構 造やその方位の偏り(集合組織)を知ることができ る。

ここでは、測定試料にフェライトとオーステナイ トの2相から成る複相鋼を用いた。回折測定では、 結晶構造によって得られる回折パターンが決まるた め、本試料では2種類の相に由来する回折線が同時 に得られる。これらの回折強度の比較により、オー ステナイト相分率を求めることができる。この測定 を実現するために、効果的な遮へいの配置により バックグラウンド・ノイズを低減し、出力の小さい 小型中性子源でも複数の回折ピークを識別できるよ うにした。また、小型装置の強みである利便性を最 大限に生かすため、設置した回折計を小型化し、各 装置や試料へのアクセス性を確保した。更に試料の 全方向測定ができるように、 試料を2軸周りに回転 させながら回折線を測定する方式(図2)を取り入 れた。回折パターンの取得には、³He ガスによる位 置敏感型検出器 (Position Sensitive Detector, PSD) を用いた。

これらにより、試料の全方位の回折パターンを5時間



図 2 RANS 中性子回折による相分率測定の様子 試料を 2 軸周りに回転させながら全方向の回折パターンが取得できる



図3 RANSの回折測定で得られた複相鋼のオーステナイト とフェライトの回折ピーク

リートベルト法(回折パターンから結晶構造を精密に同定する手法)により、測定結果(○)を理論的な回折パターン(青線)に照らし合わせて求められるフェライト相(黄線)とオーステナイト相(緑線)の回折強度比から、サンプル内のフェライト/オーステナイトの割合を決める¹⁷⁾

で測定することが可能となり,図3に示すように, オーステナイトとフェライトの両回折ピークを同時 に得ることに成功した。以上の手法で得られたオー ステナイト相分率は13.1%であり,これは,同一 サンプルを大型実験施設で測定した結果(13.9%) と1%以内の差で一致した。このことから,小型中 性子源による回折測定の有用性が示された。

3 RANS 中性子回折による集合組織測定¹⁸⁾

RANS による集合組織の測定に際しては,図2のような回折計に設置された100mm×600mmの面積を有する中性子検出器(PSD)の有感領域を分割することで,16個の異なる方向に回折する回折線の同時検出を可能にした(図4)。それぞれ検出器領域に検出されたバナジウム合金の16個の非干渉性散乱パターンとそのバックグラウンド散乱パターンは共に大きく異なっていることから,これらの検出器領域分割の必要性と合理性が確認できた。

筆者らは、自動車用鋼板としてよく利用される炭 素量が10 ppm以下の極低炭素鋼(Interstitial Free(IF) 鋼)による一辺が15 mmの立方体形状の試料を用 意した。試料を回転させる回数をできる限り少なく することで、測定時間を大幅に短縮した。また、強 度の低いビームによる統計精度の低い回折パターン を有効に活用するために解析条件を最適化したこと で、小型加速器中性子源を用いた鉄鋼材料の集合組



図 4 RANS 回折計における 16 分割した中性子検出器と回折 パターン

16分割した中性子検出器の一つひとつのパネルから検出される回折パターンは、集合組織の影響を受けて異なる強度の回折パターンを示す

小型中性子源 RANS で測定した鉄鋼材料の極点図(a)は、J-PARC MLF に設置されて工学材料回折装置「匠」で測定した極点図(b)とよく一致 した。ここでは、110と 200 は中性子回折パターンの回折面指数を表す¹⁸⁰

織測定に世界で初めて成功した。

今回の結果は、大強度陽子加速器施設(J-PARC) の物質・生命科学実験施設(MLF)に設置された 工学材料回折装置「匠」で測定した結果¹⁰⁾とほぼ 一致しており、中性子ビーム強度が3桁違う大型実 験施設の約0.5時間の測定結果と比較して、小型加 速器中性子源の約5.0時間の測定で、同等の精度で 集合組織測定が可能であることが示された(図5)。

今後,中性子ビーム強度の増強,中性子検出器の 有感領域面積の拡大,試料サイズの最適化等を行う ことで,測定効率が向上し,更に短時間での高精度 測定が実現する見込みである。

4 今後の展望

これらの開発成果により,ものづくり現場の研究 室や工場レベルで鉄鋼材料の相分率や集合組織の測 定を行うことも夢ではないことが示された。また RANSにおいて,本稿で示した飛行時間法による回 折測定にとどまらず,残留応力測定を視野に入れた 角度分散法による回折測定にも挑戦している²⁰⁾。 ビーム強度がより強い大型実験施設との相補利用に よって,小型加速器中性子源を利用した実験室レベ ルでの日常的な研究開発^{17,18,20)}と,大型中性子実験 施設を利用した先端研究開発^{21,22)}を組み合わせた新 たな研究開発サイクルが構築され,イノベーション 創出を実現する革新的な材料開発・製品開発につな がることが期待される²³⁾。

これらの研究に関しては、元理化学研究所の池田 義雅博士、東京都市大学の熊谷正芳博士、J-PARC センターの Stefanus HARJO 博士、総合科学研究機構 の伊藤崇芳博士と阿部淳博士、米国ロス・アラモス 国立研究所の Sven C. VOGEL 博士等からのご支援 やご助言を受けました。ここに感謝を申し上げます。 また、この一連の研究は、日本学術振興会科学研究 費補助金基盤研究(B)(No.25289265, No.17H03161, No.18H01757)の助成を受けて実施しました。

参考文献

 Takamura, M., et al., Key Eng. Mater., 554-557, 1331-1337. (2013)

- Hama, T., and Takuda, H., Int. J. Plasticity, 27, 1072-1092 (2011)
- 3) 小峯隼人,他,塑性と加工,57 (660),60-65 (2016)
- 4) Xu, P.G., et al., Mater. Trans., 49, 2033-2039 (2008)
- 5) Xu, P. G., et al., Mater. Trans., 53, 1831-1836 (2012)
- 6) 鈴木徹也, 徐平光, 塑性と加工, 54 (625), 18-22 (2013)
- 7) Liss, K. D., Metals, 7, 266 (2017)
- 8) Liss, K. D., Quantum Beam Sci., 1, 1-1 (2017)
- Wenk, H. R., and Van Houtte, P., *Rep. Prog. Phys.*, 67, 1367-1428 (2004)
- (約平光,他,加工と熱処理による優先方位制御: 軽金属学会研究部会報告書,67,1-6 (2016)
- 11) Onuki, Y., et al., J. Appl. Crystal., 49, 1579-1584 (2016)
- 12) Anderson, I.S., et al., Phys. Rep., 654, 1-58 (2016)
- 13) Takamura M., et al., J. Physics: Conf. Series, 734, 032047 (2016)
- 14) Ikeda, Y., et al., Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A, 833, 61-67 (2016)
- 15) Otake, Y., *Applications of Laser-Driven Particle Acceleration*, Ch.19, 291-314 (2018)
- 16) Otake, Y., Encyclopedia of Analytical Chemis-try (2018)
- 17)池田義雅,他,鉄と鋼,104,138-144 (2018)
- 18) Xu, P.G., et al., J. Appl. Crystal., 53, 444-454 (2020)
- 19) Xu, P. G., et al., J. Appl. Crystal., 51, 746-760 (2018)
- 20) 岩本ちひろ,池田義雅,高村正人,箱山智之,鈴 木裕士,徐平光,日本鉄鋼協会第179回春季講演 大会,材料とプロセス(CAMP-ISIJ), 33,346 (2020)
- 21) Suzuki, H., et al., Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A, 715, 28-38 (2013)
- 22) Xu, P. G., et al., Mater. Charact., 127, 104-110 (2017)
- 23) 徐平光,他,2019 年度理研シンポジウム:小型中 性子源がインフラ・ものづくり現場の非破壊評価 分析を変える,79-84 (2019)

(*1(国研)日本原子力研究開発機構, *2(国研)理化 学研究所, *3 東海国立大学機構 岐阜大学)