



CROSS

J-PARCにおける構造材料解析 ビームラインと利用例

鈴木淳市

総合科学研究機構(CROSS)

特定中性子線施設(J-PARC)登録施設利用促進機関

内容

MLF, J-PRACに設置の

- 工学回折装置 匠(TAKUMI) BL19
- 小角・高角散乱装置 大観(TAIKAN) BL15

J-PARC (Japan Proton Accelerator Research Complex) :

大強度陽子加速器施設

・世界最大級の多目的陽子加速器施設

ML (Materials and Life Science Experimental Facility) :

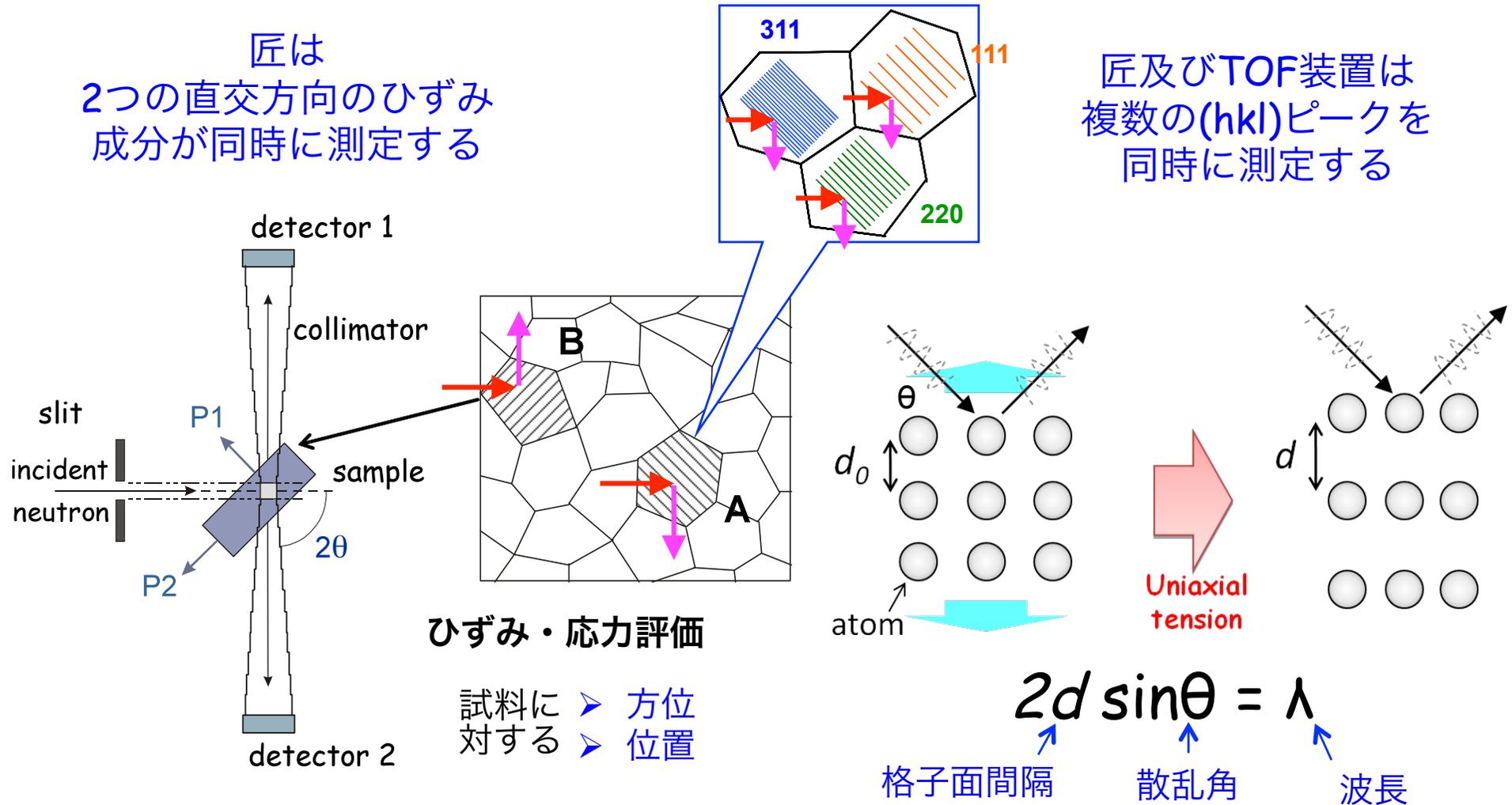
物質・生命科学実験施設

・世界最大級の中性子・ミュオン実験施設

中性子工学回折？

匠は
2つの直交方向のひずみ
成分が同時に測定する

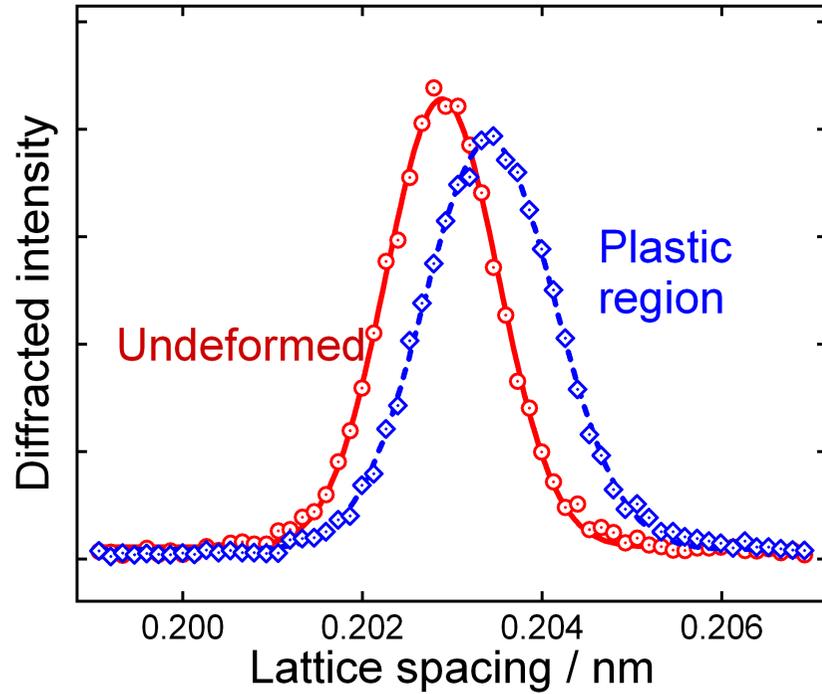
匠及びTOF装置は
複数の(hkl)ピークを
同時に測定する



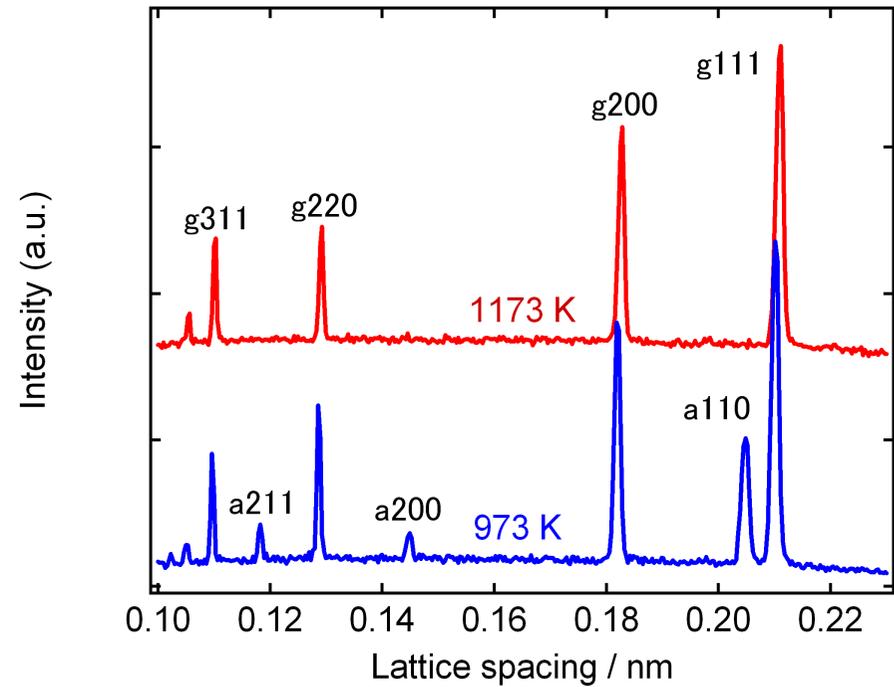
匠担当者：相澤一也、ハルヨステファヌス、
川崎卓郎
ポスドック：ゴンウー

TOFの場合散乱角を固定し
波長の変化を測定する 3

中性子工学回折で得られる情報



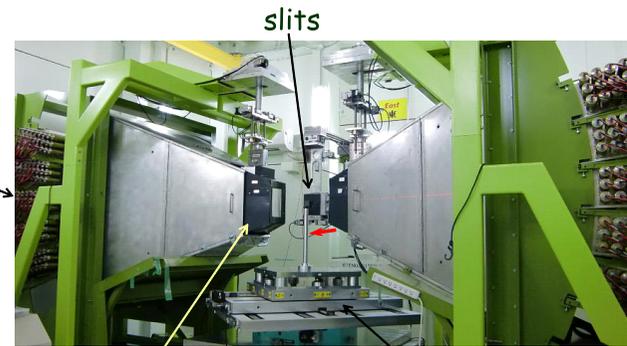
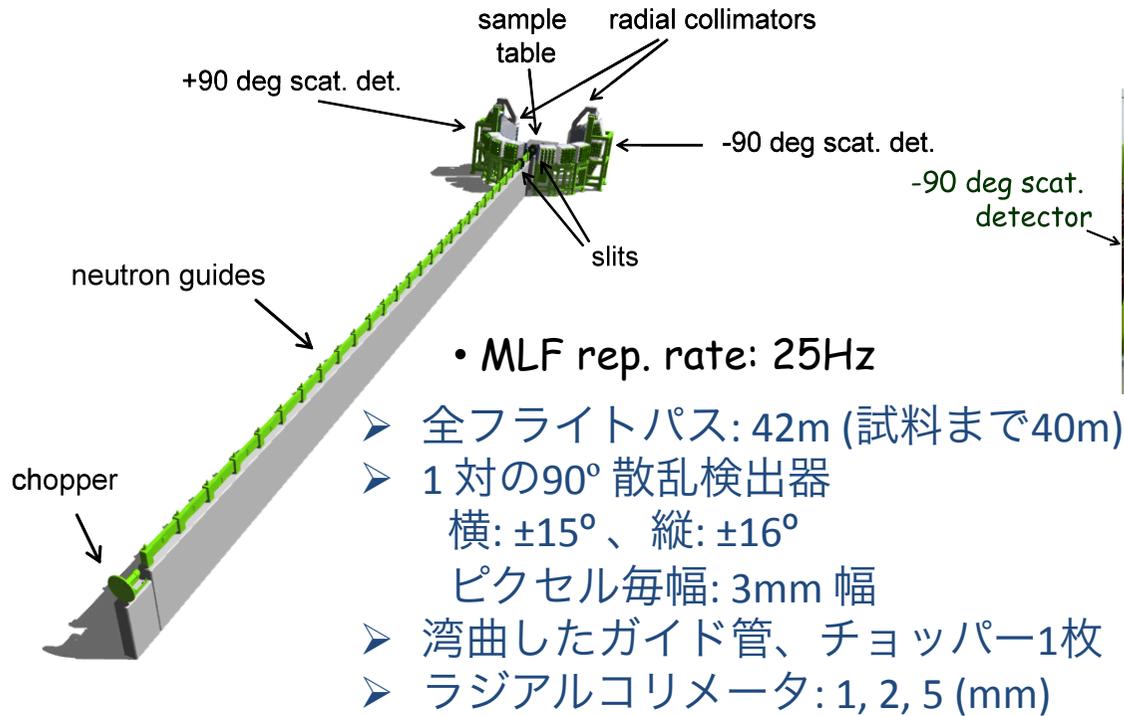
- ピークシフト
 - 平均弾性ひずみ
- ピークブロードニング
 - 転位構造等



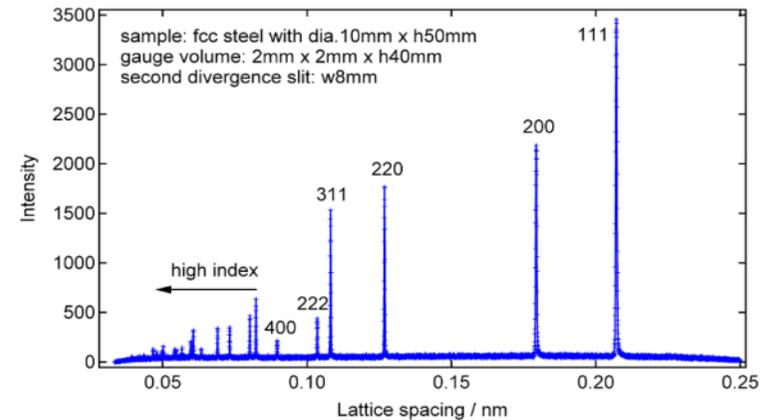
- ピーク強度(回折パターン)
 - 集合組織
 - 相変態
 - 相比
- 等

工学材料回折装置

匠
TAKUMI



collimators sample table



- ✓ 最高面間隔分解能 Dd/d : 0.17%
- ✓ 高強度測定モードでの分解能: 0.4%
- ✓ d-範囲:
 - 標準測定条件 $0.5 \sim 2.7 \text{ \AA}$
 - 広いd-範囲 $0.5 \sim 5.0 \text{ \AA}$
- ✓ イベントデータ集積法
- ✓ J-PARC中性子原目標パワー
→ 1 MW (現在: 300kW)

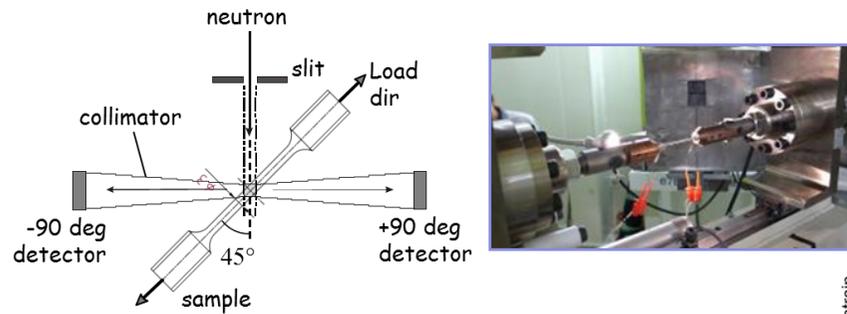
匠の履歴:

- Oct.2008: コミッショニング@4kW
- Jan.2009: ユーザー実験開始@20kW
- Nov. 2009: 運転@ 120kW
- Dec. 2010: 運転@ 220kW
- Feb. 2011: 運転@ 300kW
- March 2011: 東北大震災 (全装置撤去)
- March 2012: 再立ち上げ
- April 2012: ユーザー実験再開@300kW

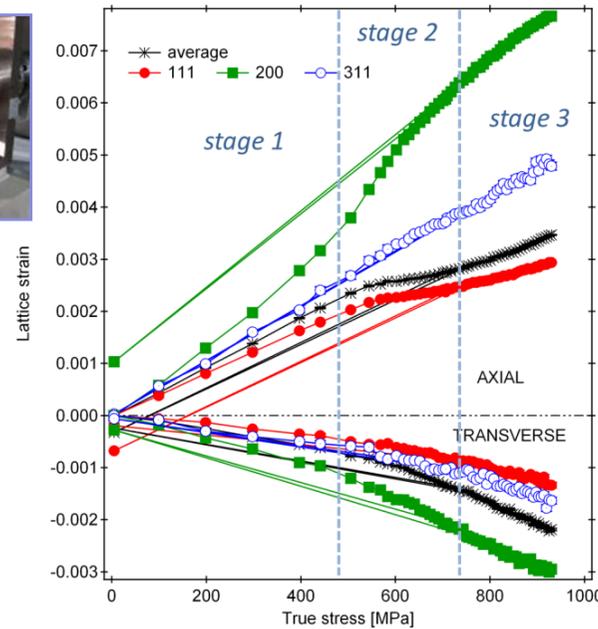
匠が行う実験

Type	Details	
ひずみマッピング Strain mapping	Sample table x, z, y, th (with oscillation) Eurelian cradle phi, chi (with oscillation) Gauge volume DAQ: meas. time or T0 number	Link-controlling is available
負荷試験中のその場測定 Measurements during loading	Load, displacement (cross head) and <u>strain</u> controlling RT or high temp. up to 1273 K DAQ: individual or linked controlling 100K chamber is under preparation	Gear-typed loading machine
極低温負荷試験中のその場測定 Measurements during ultra-low temperature loading	Load, displacement (cross head) and <u>strain</u> controlling RT or low temp. down to 6 K DAQ: individual or linked controlling	Gear-typed cryogenic loading machine
熱膨張; Dilatometer	DAQ: individual controlling	Limited temp step
集合組織 Texture	Eurelian cradle phi, chi DAQ: meas. time or T0 number	Analysis proc. is inconvenient
転位構造 Dislocation structure	Dislocation density, crys. size, etc. Ex situ and/or in situ	Under development
疲労試験中のストロボスコピック測定 Stroboscopic fatigue	Load, displacement (cross head) and strain controlling at RT Dynamic or static loading with event mode	Under development & commissioning
その他同時測定 Other concurrent technique	Acoustic emission measurement, Strain data logger	

オーステナイトステンレス鋼 (SUS304) の引張試験



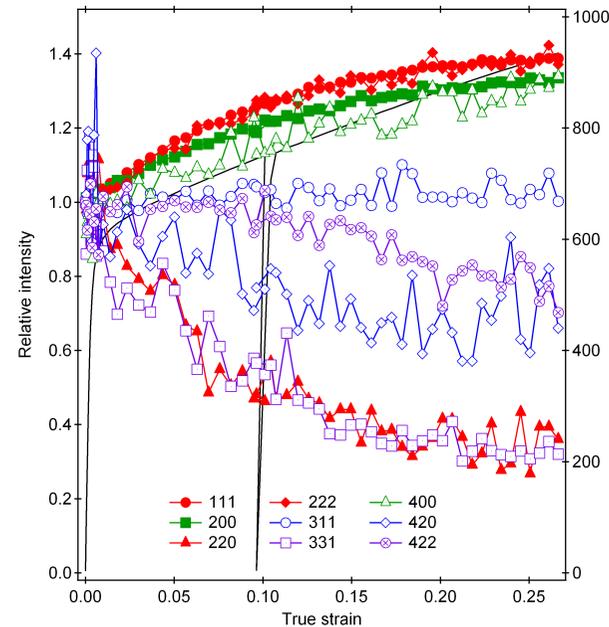
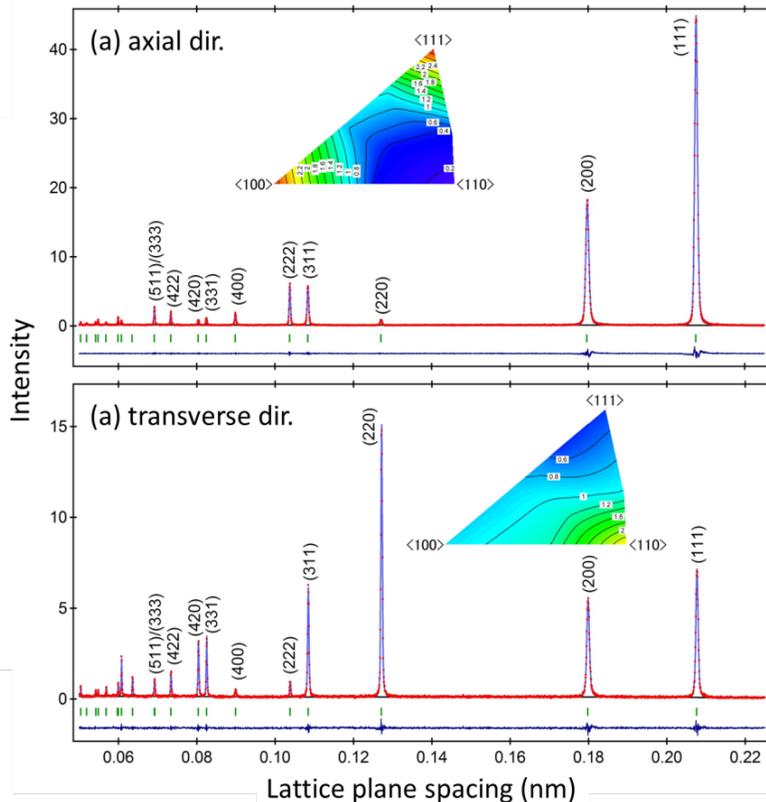
匠は鉄鋼材料の変形中のその場実験を荷重及び変位停止せず行う



stage 1: 全<hkl>粒が弾性変形、回折弾性定数が<hkl>に依存

stage 2: grain to grain yielding, <111>粒が塑性変形し、<200>粒が弾性的に変形するためより大きく応力を負担する

stage 3: 全<hkl>粒が塑性変形

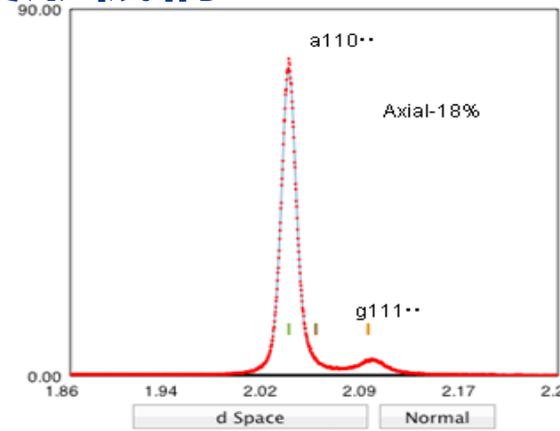
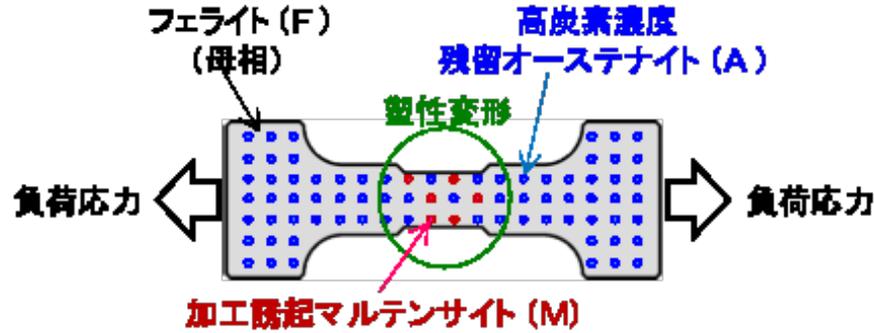


(311)格子ひずみはバルクひずみを表す

塑性変形中でも(311)ピーク積分強度は変化しない

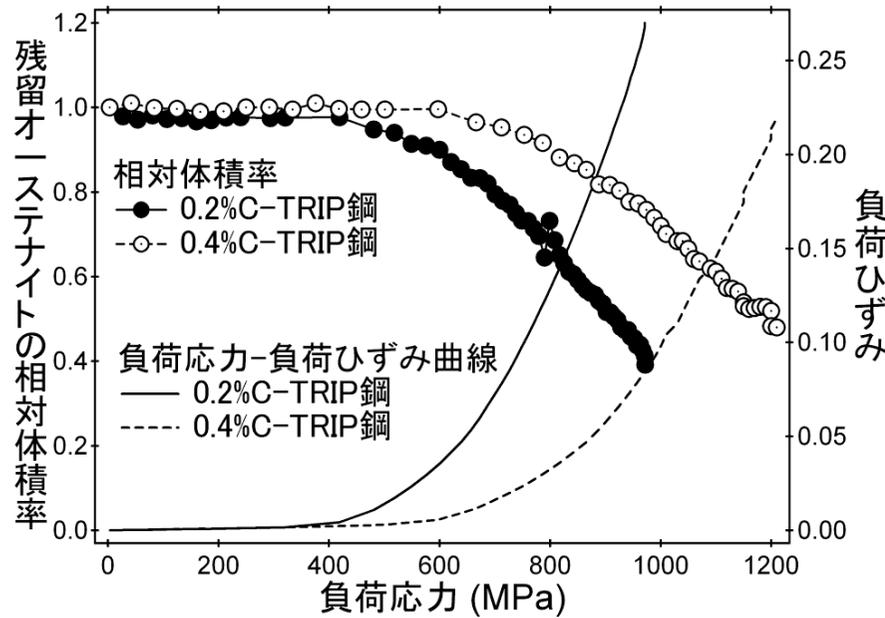
(Inverse Pole Figureも中性子回折パターンから得られた)

TRIP鋼の変形機構

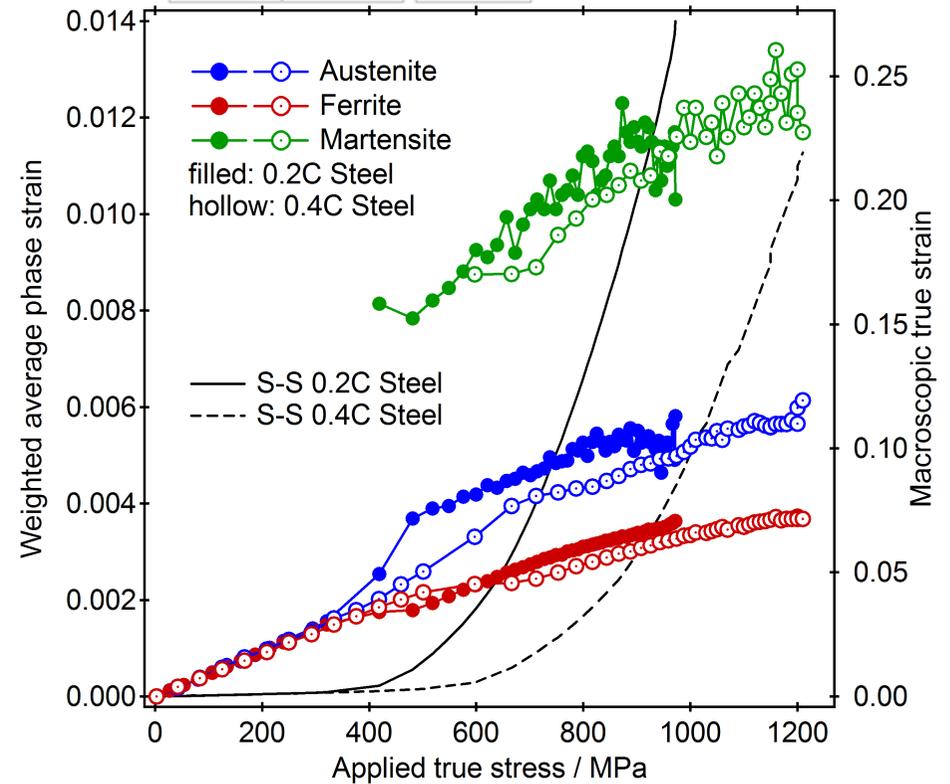


丁寧な解析によりマルテンサイトのピーク分離が成功

	C	Si	Mn	P	S	Al
0.2C	0.21	1.51	1.22	0.022	0.0025	0.039
0.4C	0.41	1.47	1.18	0.019	0.003	0.04

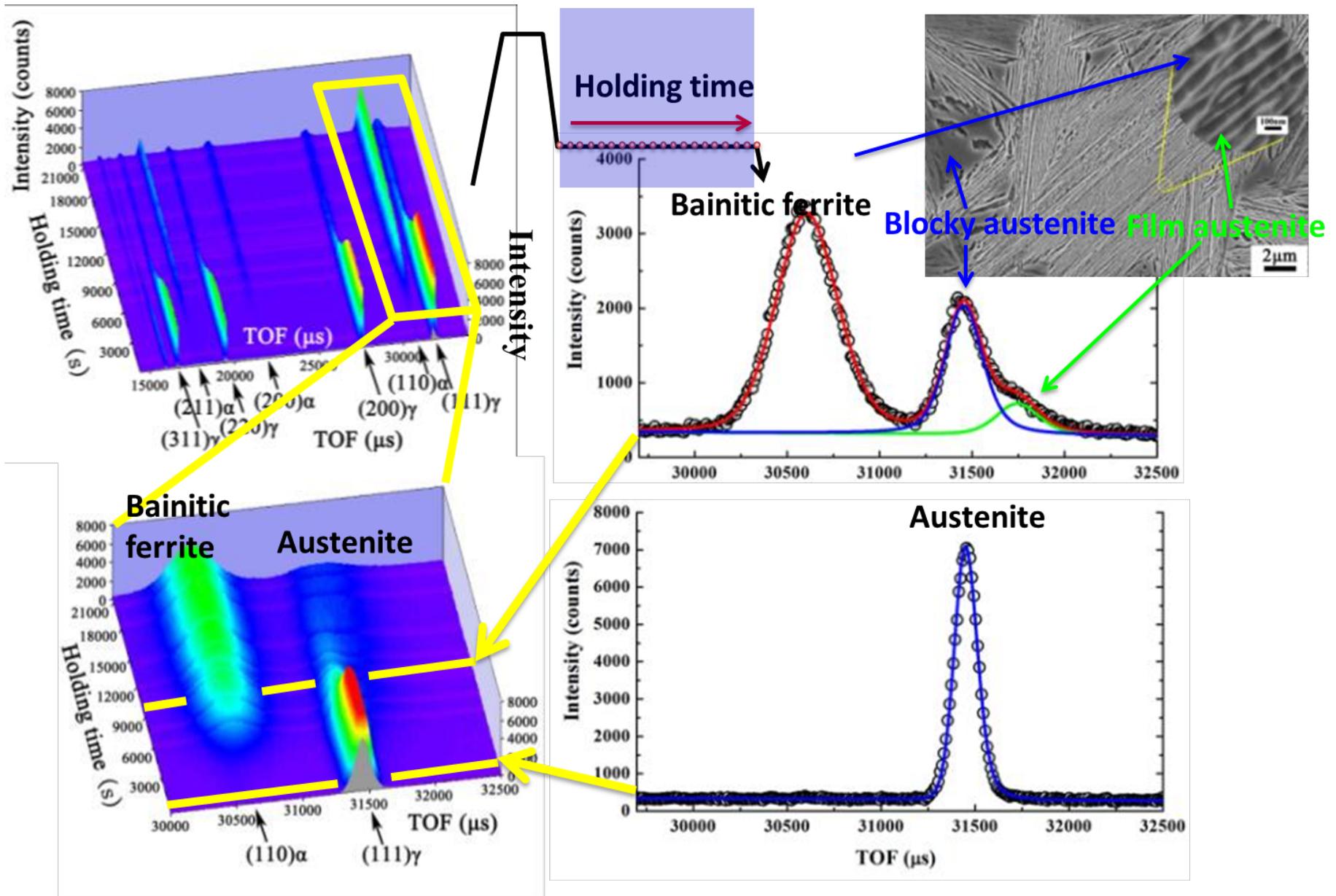


塑性変形を開始する応力で残留オーステナイトの体積率が減少し、加工誘起相変態が起こった



加工誘起相変態で形成されたマルテンサイトは最も高い相応力を負担している 8

ナノベーナイトの形成過程(等温変態)



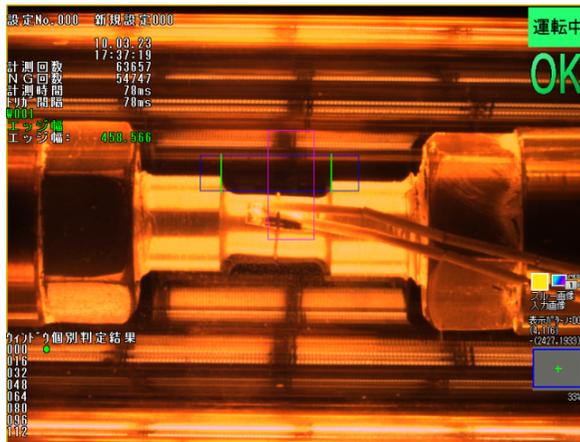
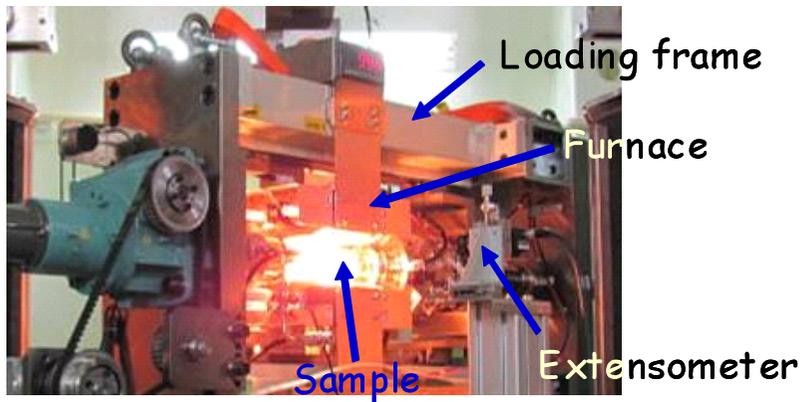
ベーナイト変態中に、オーステナイトは
高炭素濃度と低炭素濃度のオーステナイトに分離

加工熱処理のトライアル

takumi@120kW

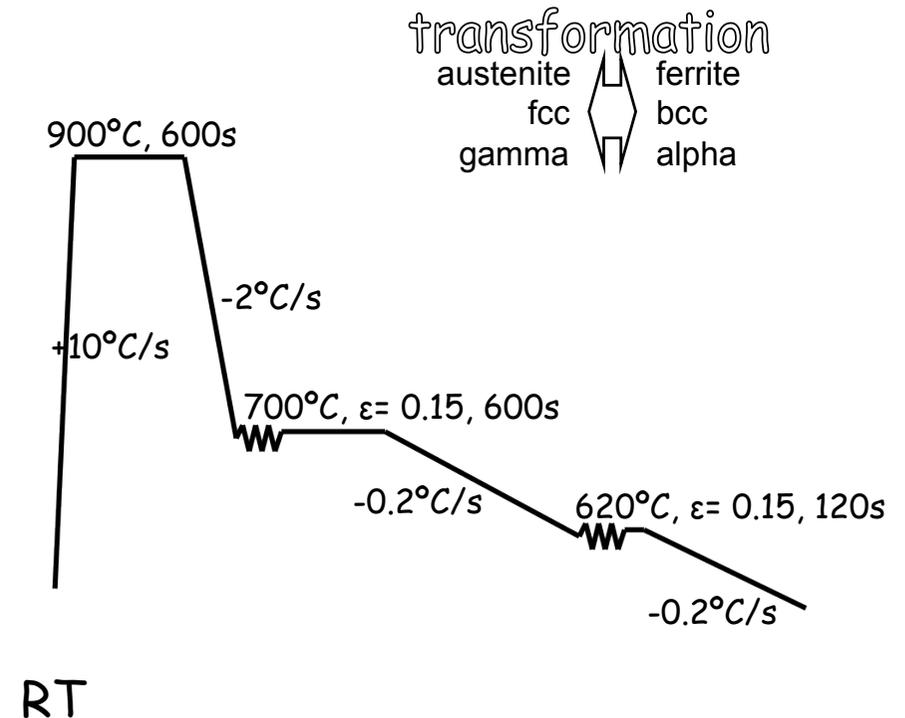
2Mn-0.2C steel

その場組織観察は、加工熱処理プロセスを理解するためには、時間の短縮や正確な状態把握には、非常に重要

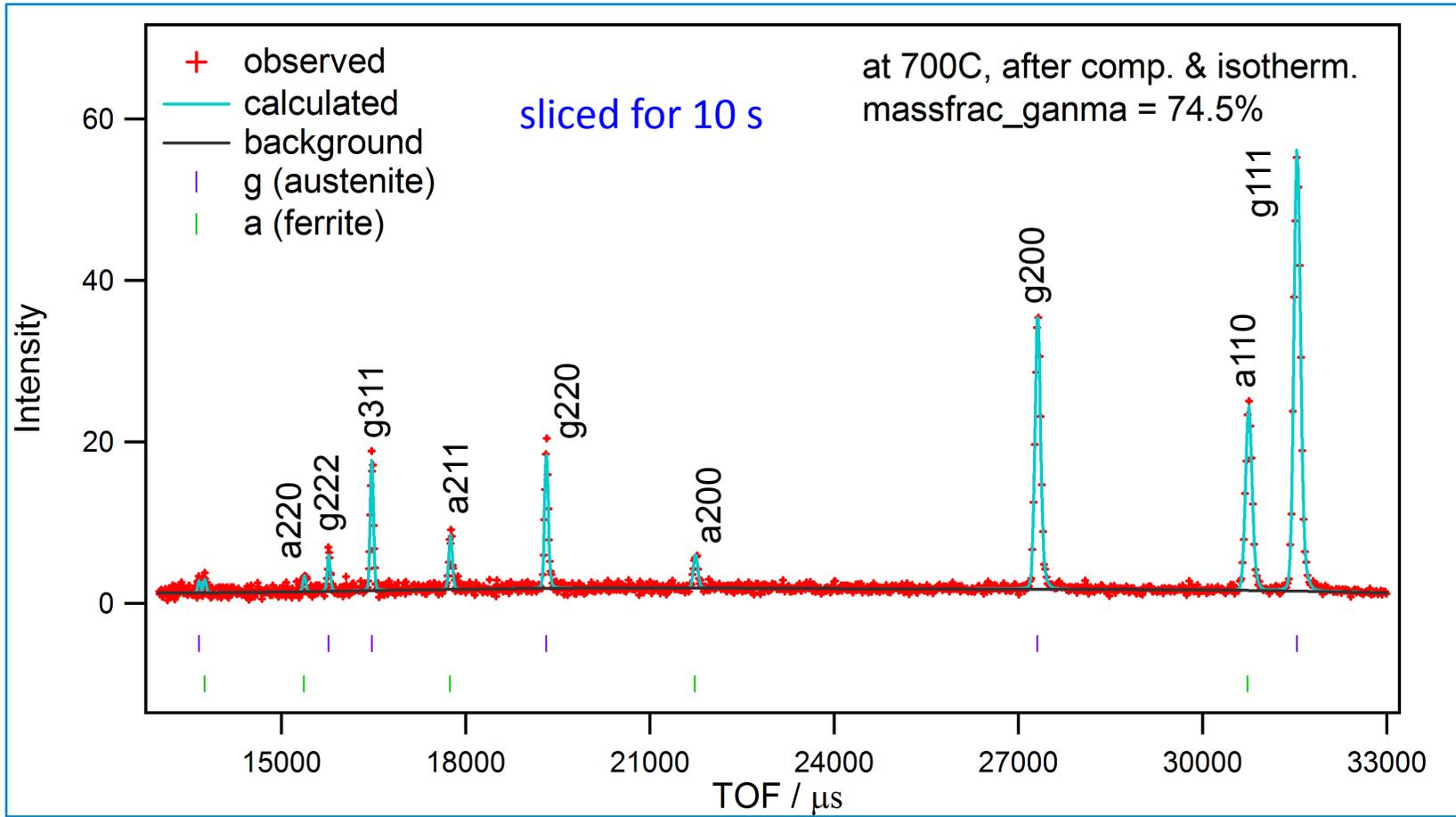


イベントデータ集積法

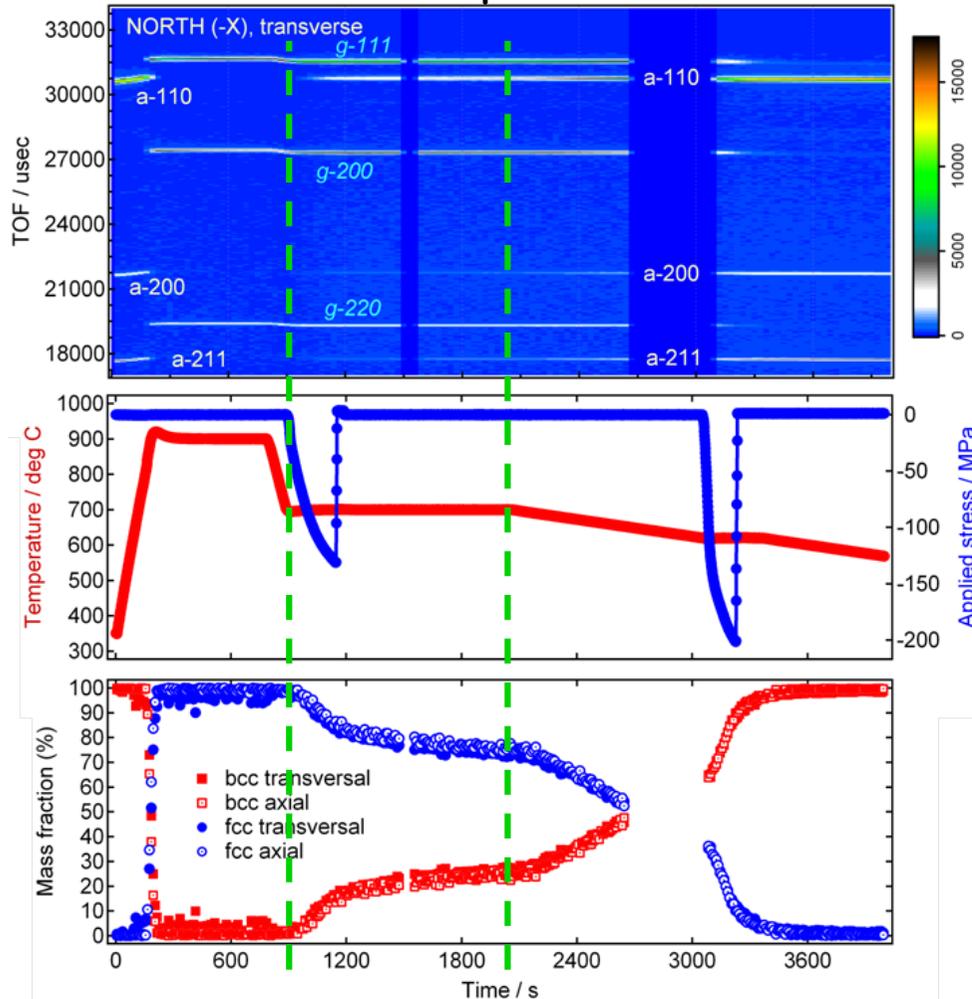
検出器に到達した中性子は個別に記録される
時間毎、位置毎、パルス毎、条件毎



2Mn-0.2C steel, specimen size: $\varnothing 7\text{mm} \times L14\text{mm}$ (horizontal), slit w: 5mm



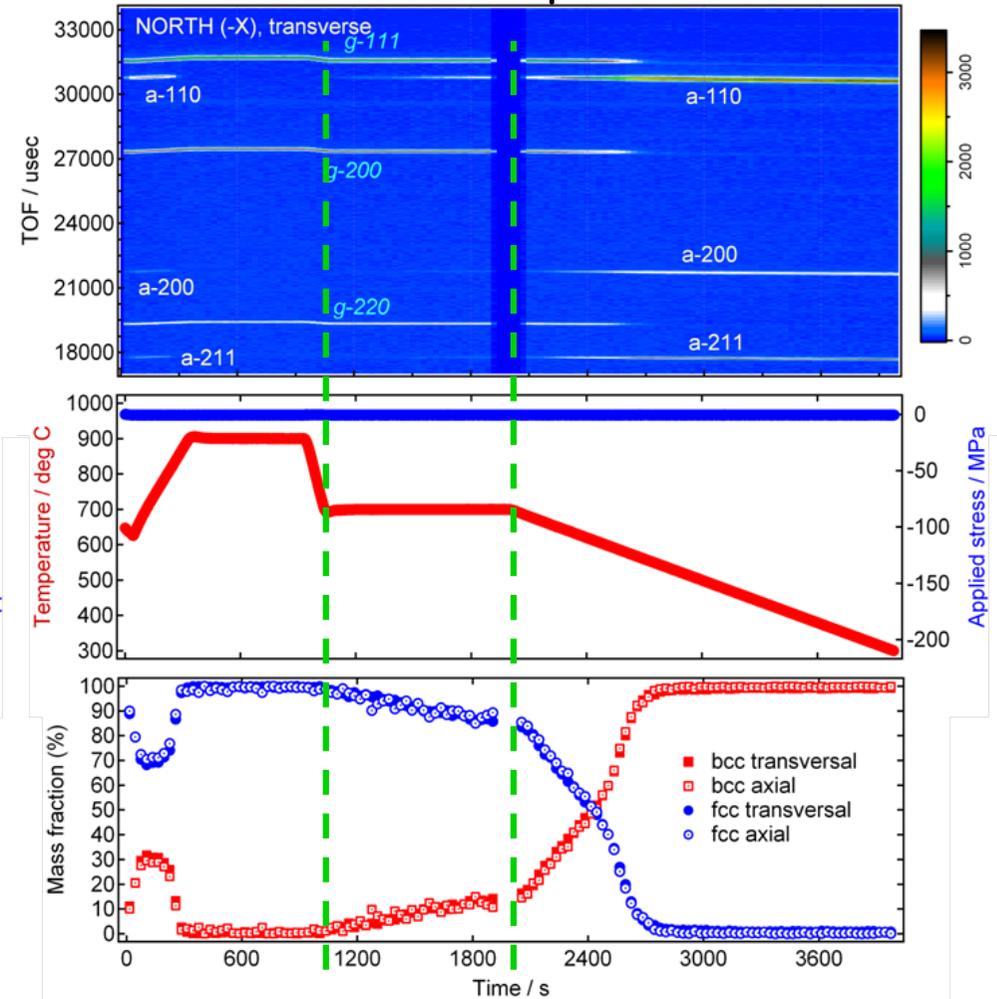
Hot compression



700°Cでは、オーステナイト → フェライト変態は高温圧縮を加えることによって促進された

sliced every 10s (500 hist.)

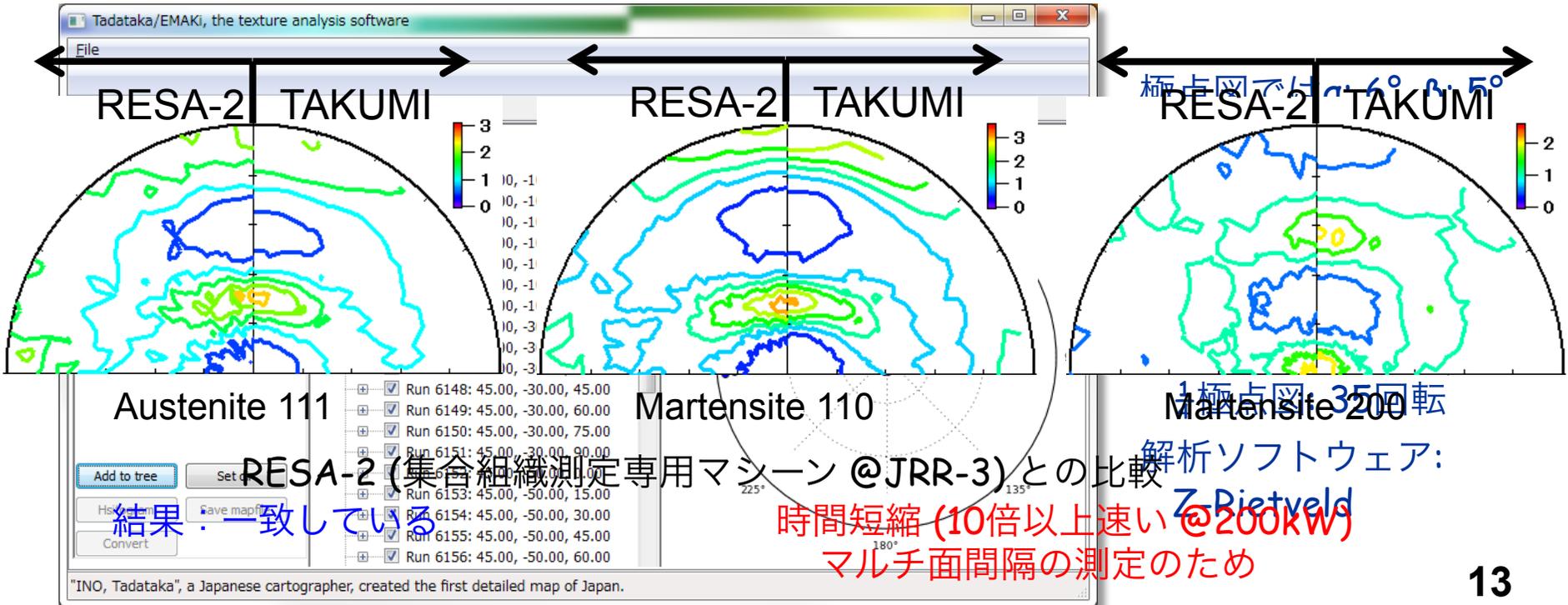
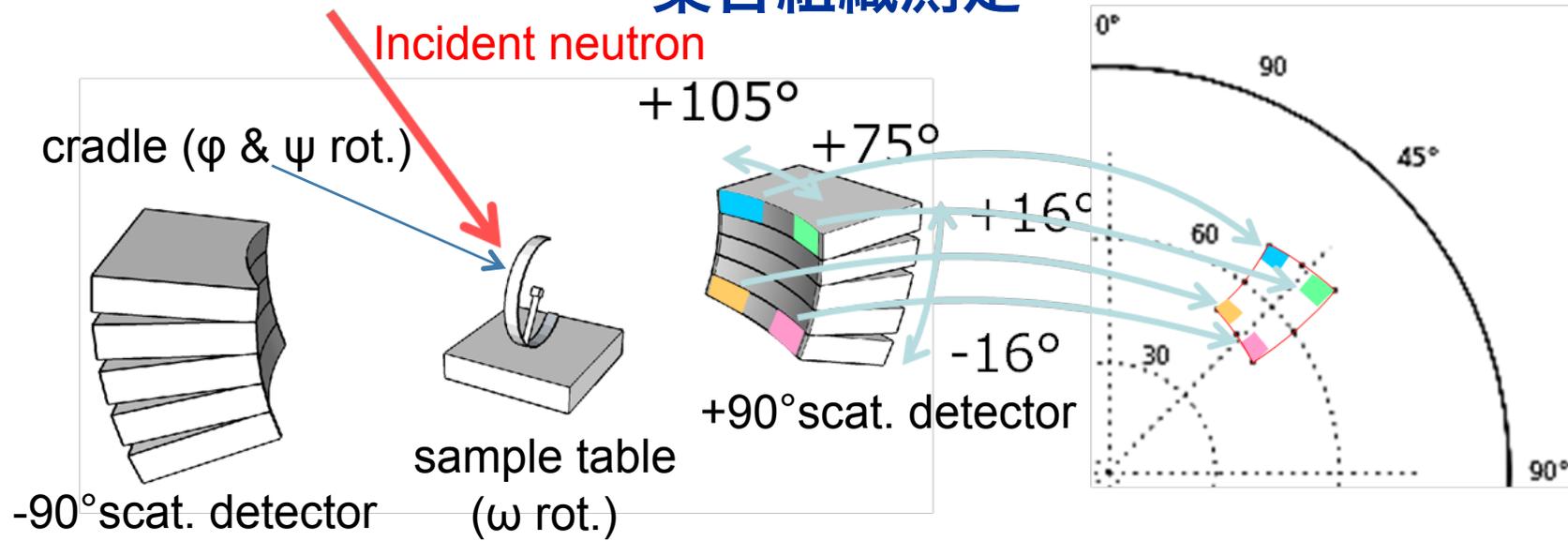
No hot compression



700°Cでは、オーステナイト → フェライト変態は遅い

sliced every 30s (150 hist.)

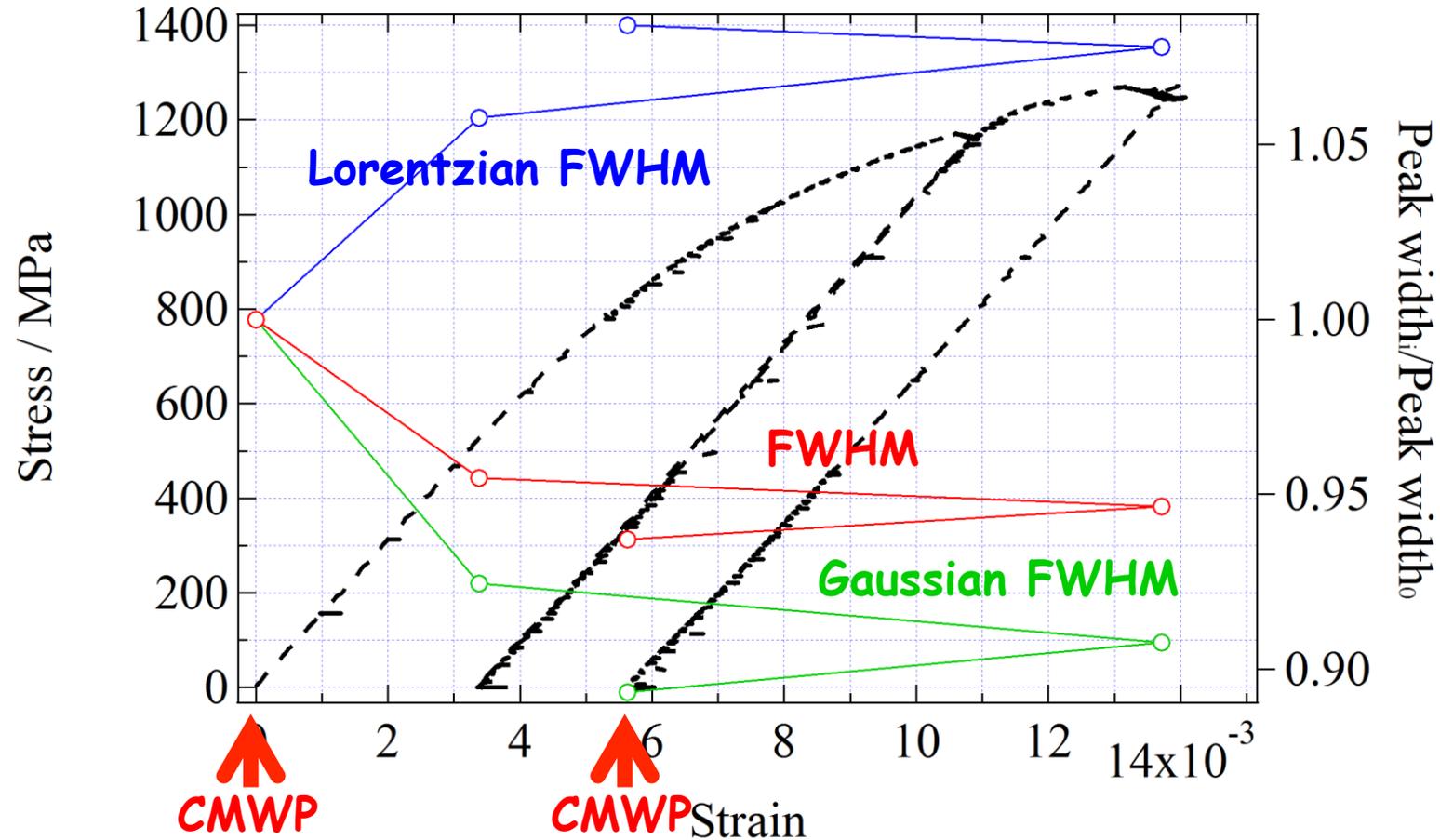
集合組織測定



転位構造測定の実験

開発・最適化中

マルテンサイト鋼の引張変形中のピークブロードニング



強度の増加は
みられるが

FWHMはひずみの増加にともない減少する
→ Gaussian幅は減少する
→ Lorentzian幅は増加する

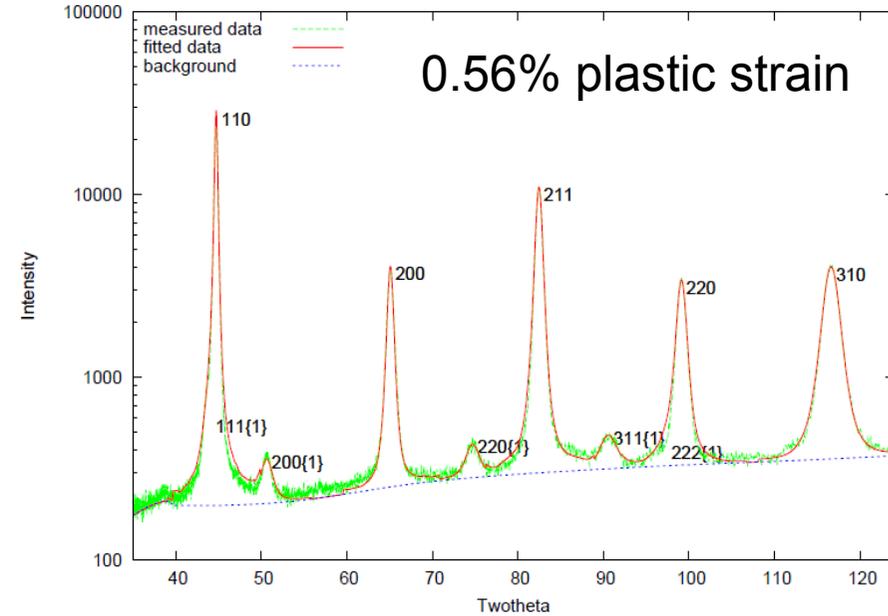
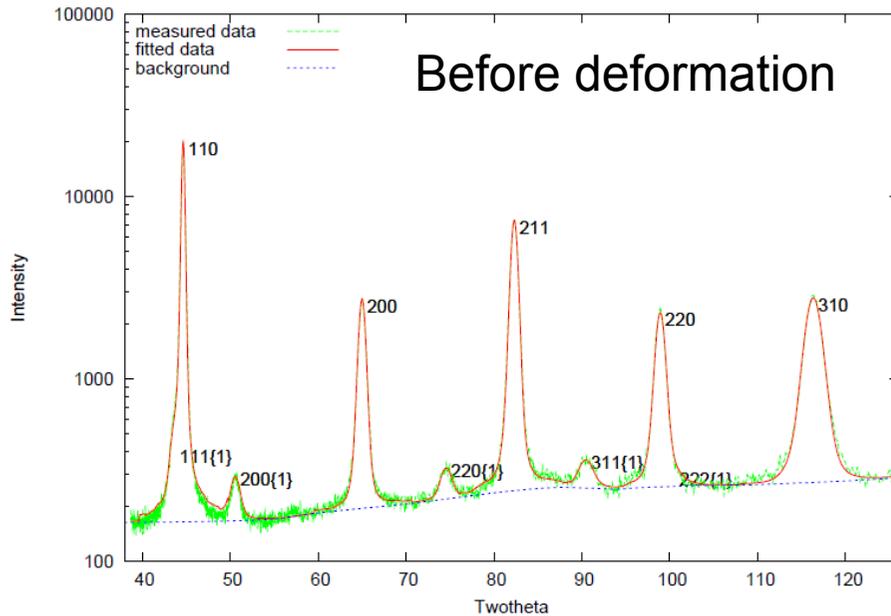
転位構造測定の実験

開発・最適化中

マルテンサイト鋼の引張変形中のピークブロードニング

Convolutional Multiple Whole Profile fitting (CMWP) 法によるブロードニング解析

Tamas Ungar, Eötvös University Budapest, Hungary



Params.	Before deform.	0.56% strain
d (vol. weighted ave. cryst. size)	132.8nm	61.8nm
L0 (area weighted ave. cryst. size)	76.2nm	37.1nm
ρ (dislocation density)	$5.4 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$	$1.02 \times 10^{16} \text{ m}^{-2}$
M^* (related to dislocation arr.)	2.35	0.35

ランダムに転位密度の増加よりも結晶子サイズの微細化がみられる。

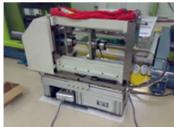
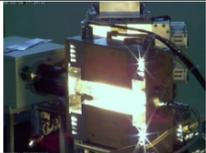
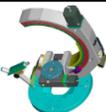
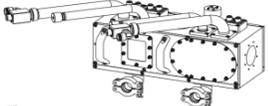
また、転位構造が配向されているようである。

匠に関するまとめ

1. J-PARC/MLF工学材料回折装置「匠」が使い易く、研究成果も出つつある。
2. 非鉄材料（極低温変形、超弾性変形、超電導相の生成過程、ITER導体等内の残留ひずみ測定等）に関しても研究成果が出つつある。
3. 新元素戦略（辻先生代表）で加工フォーマスターの導入が進められている。
4. 本装置の利用は、
<http://j-parc.jp/MatLife/ja/index.html/>
装置責任者：相澤 一也、aizawa.kazuya@jaea.go.jp
装置副責任者：ステファヌス ハルヨ、stefanus.harjo@j-parc.jp まで

匠に関する資料については、ステファヌス ハルヨ博士の協力を得た。

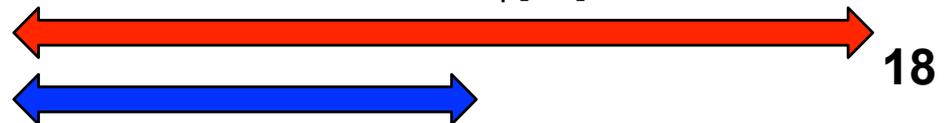
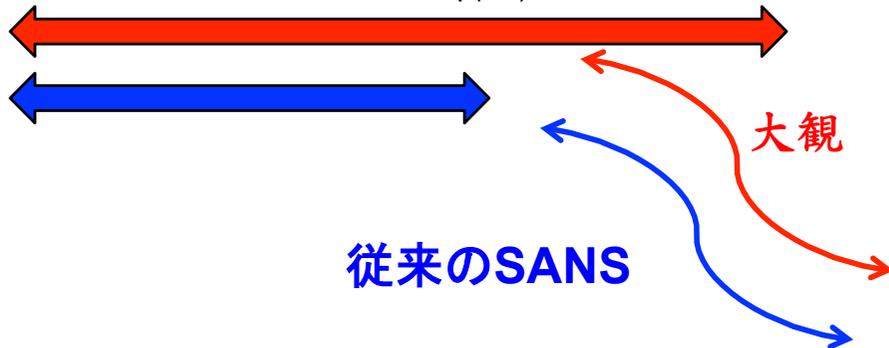
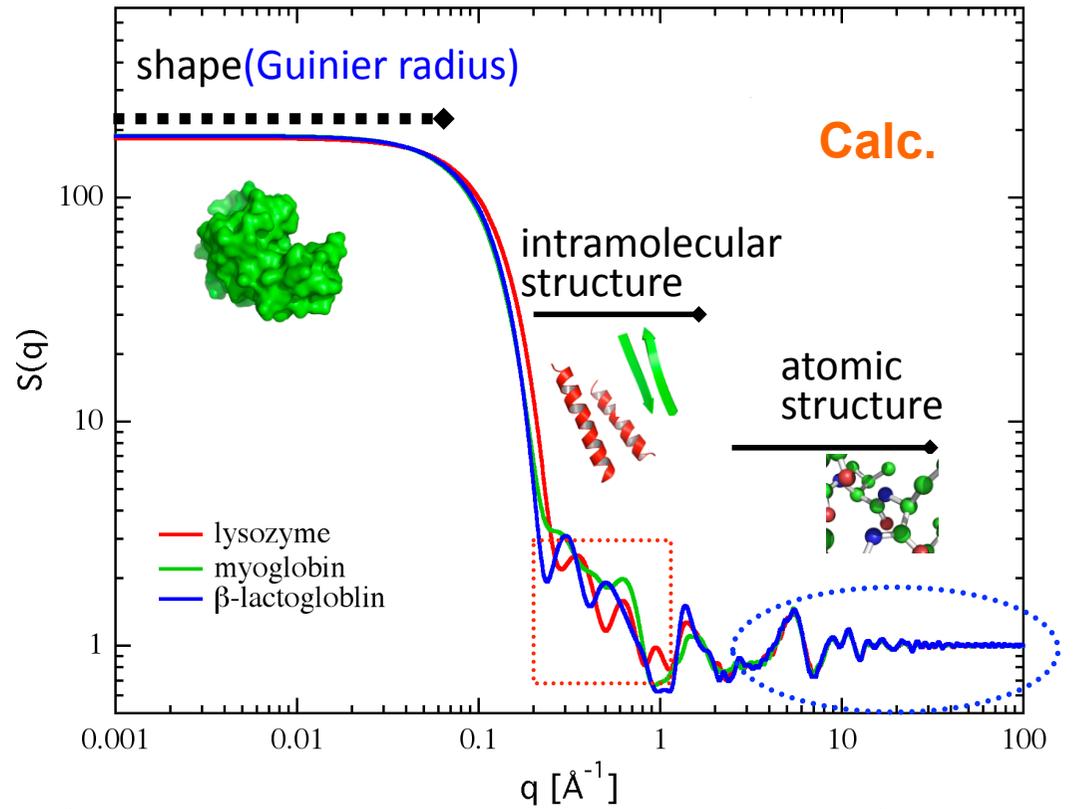
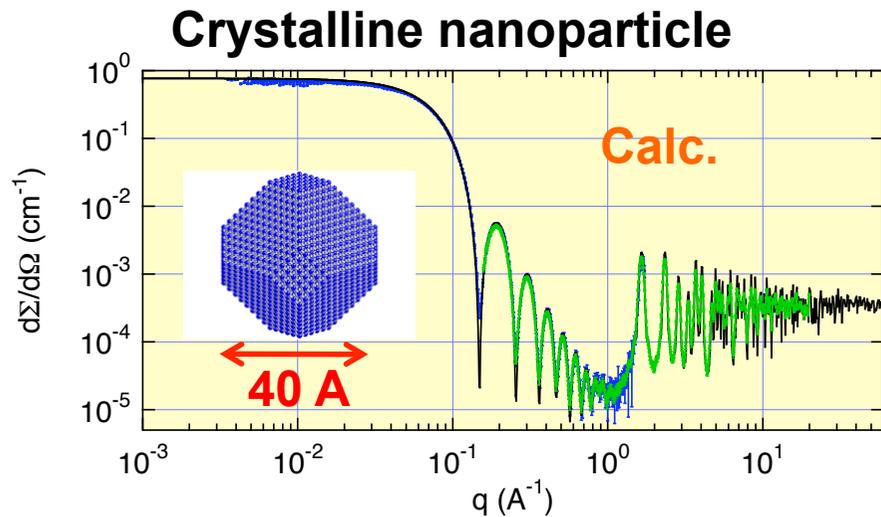
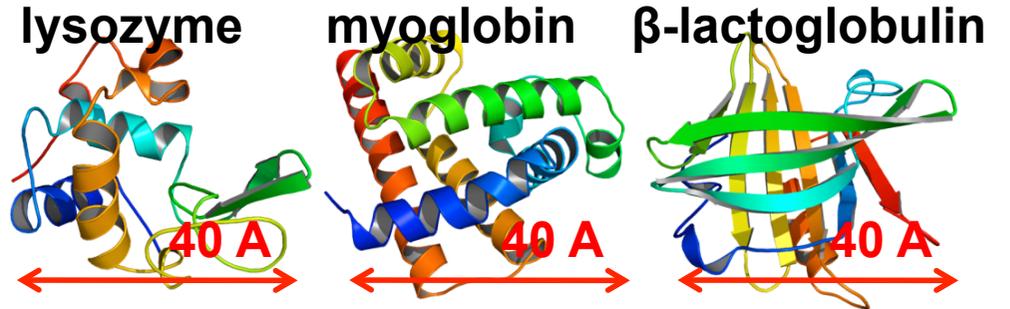
匠の試料周辺環境 (共通のもの以外)

Device	Appearance	Spec.	Status
負荷試験機 (ギアタイプ)		引張 50kN, 圧縮 30kN 荷重、変位及びひずみ制御が可能	使用可
高温変形試験用赤外線炉		負荷試験機に付加する 最高温度 1273 K 真空 または 不活性ガス	使用可
熱膨張測定器 (高温炉)		熱膨張の同時測定が可能 最高温度 1273 K 真空 または 不活性ガス	使用可
極低温引張試験機		引張 50kN 荷重、変位及びひずみ制御が可能 最低温度 6K	使用可
オイラークレドル		3軸応力測定及び集合組織測定	使用可
ラジアルコリメータ		3 対 (1 mm, 2 mm, 5 mm)	使用可
ガンドルフィゴニオメータ		オプションで 873 K まで加熱可能	使用可 (高温システムは準備中)
油圧負荷試験機 (疲労試験機)		引張圧縮 50 kN, 30 Hz まで使用可能 室温のみ	準備中
小型高温負荷試験機	準備中	引張圧縮 25 kN、最高温度 873 K、真空または不活性ガス	準備中
変形実験用100K低温システム		負荷試験機に付加する 最低到達温度 ~ 100 K (液体窒素冷却)	製作中

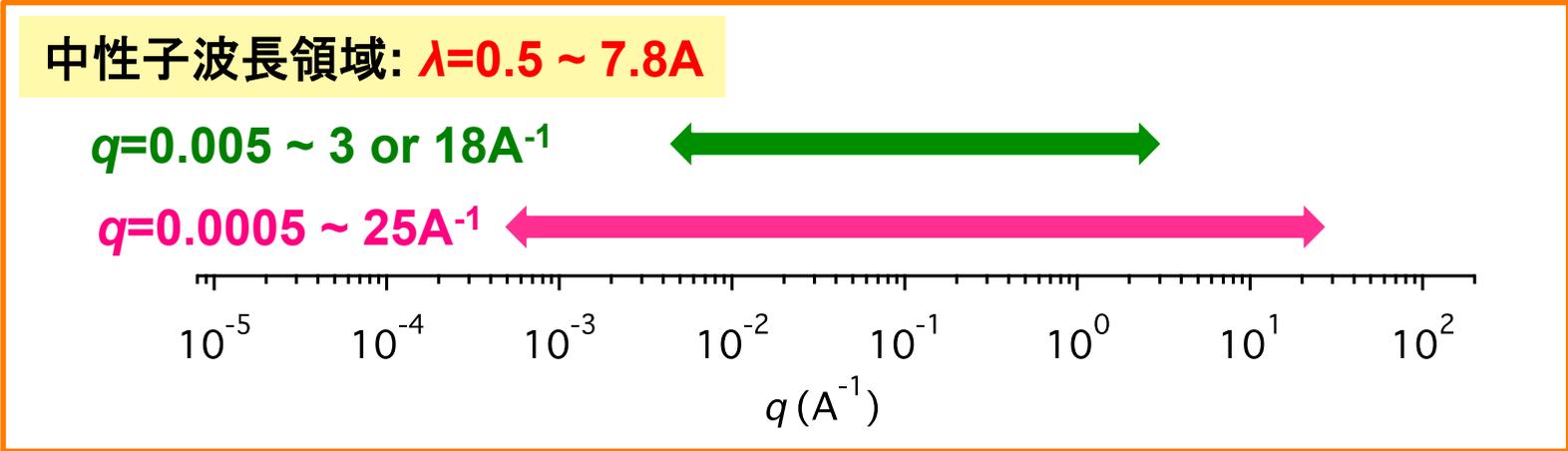
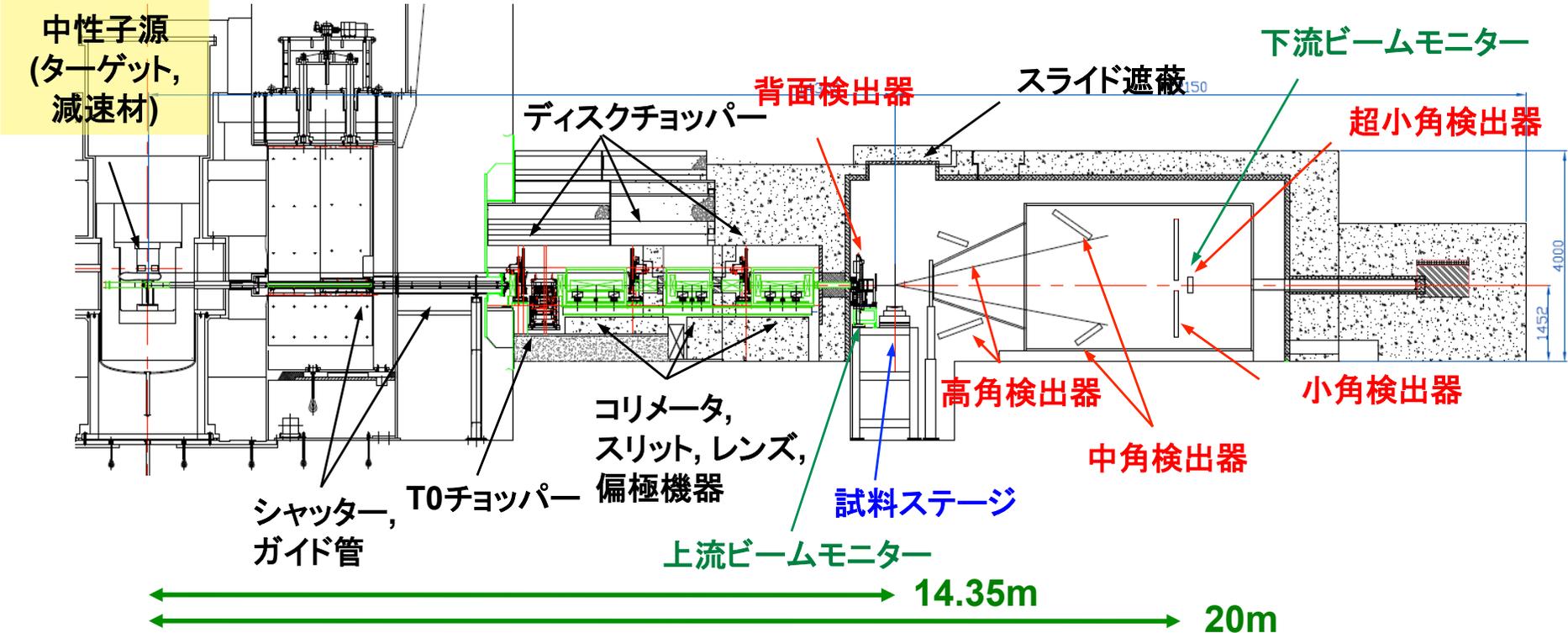
大観の測定対象

小角散乱SANSの対象:
微細構造、階層構造解析

⇒広いq領域での高分解能、高精度解析

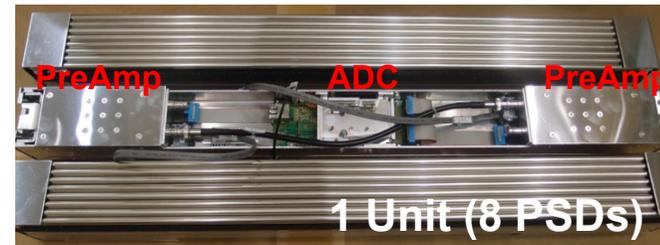
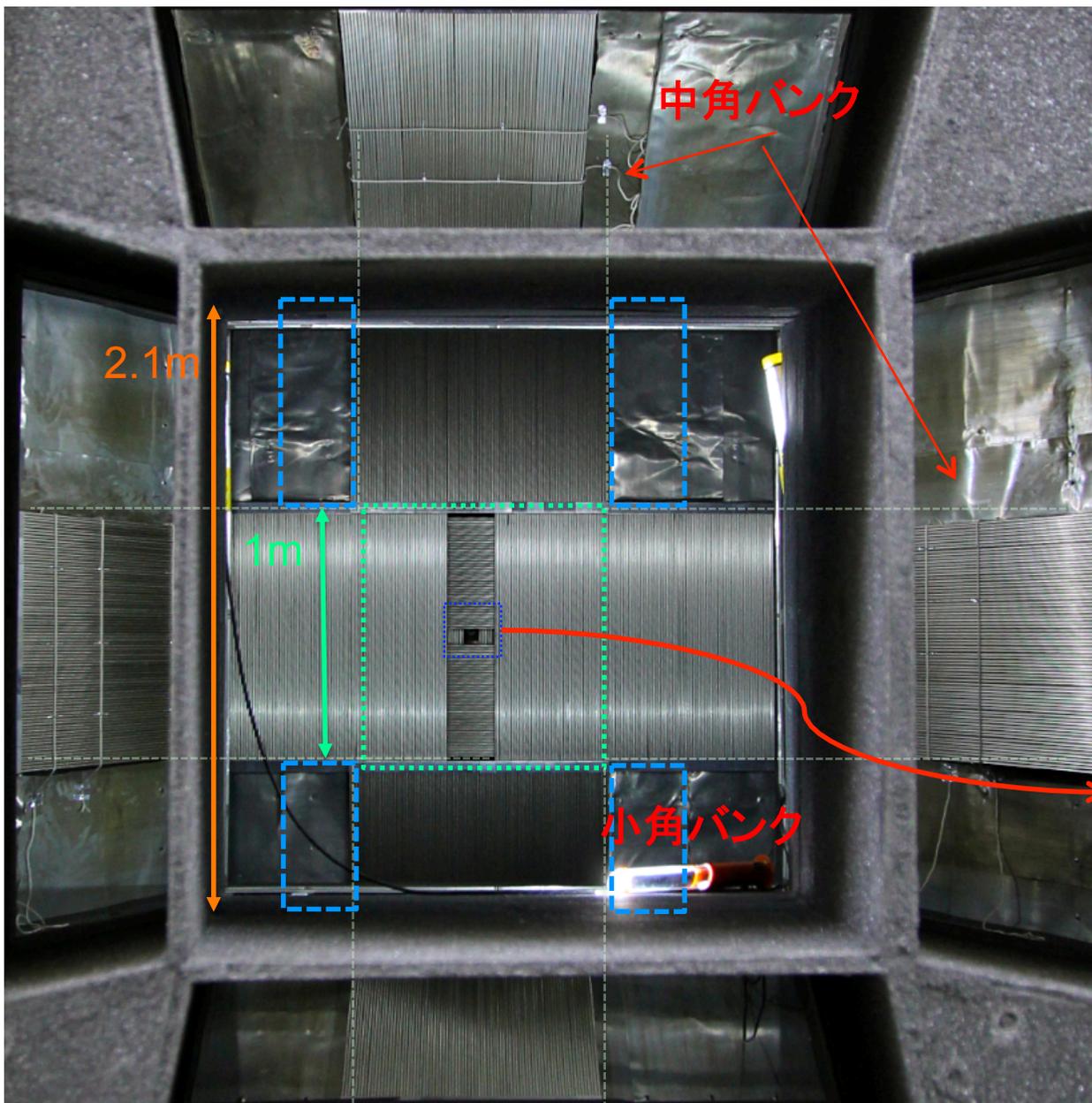


大観の構成

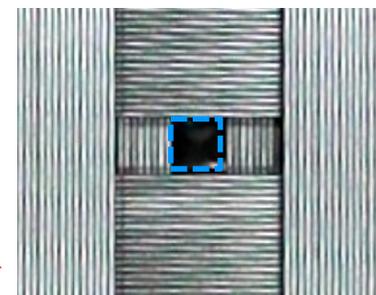


小角・中角検出器

TOSHIBA



³ He PSDs (8mmφ,0.6MPa)	Num. of PSDs current/max
1000mm length	Small: 632 / 936
800mm	Middle: 304 / 784
600mm	High: 104 / 624
500mm	Backward: 48 / 80
300mm	
Total:	1,088 / 2,424 (2013.1.11)

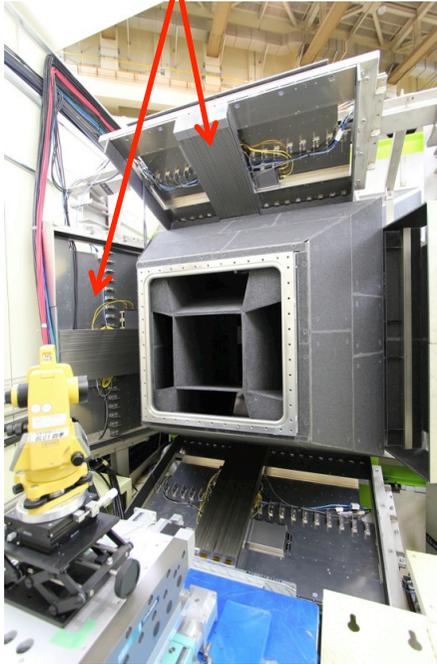


$$q_{\min} = 0.005 \text{ \AA}^{-1} \quad (\lambda = 7.8 \text{ \AA})$$

 to be installed in FY2013
(128 PSD)

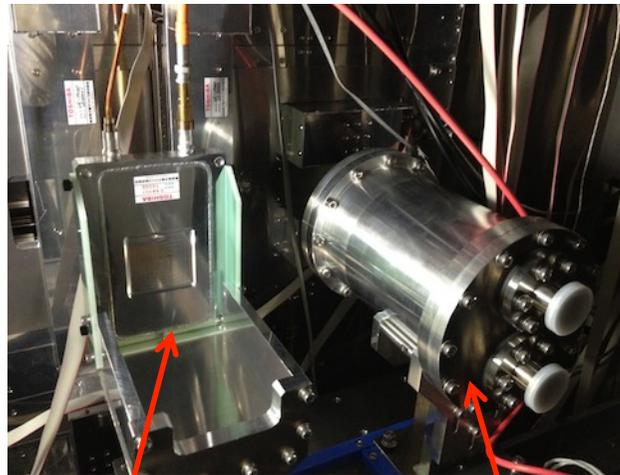
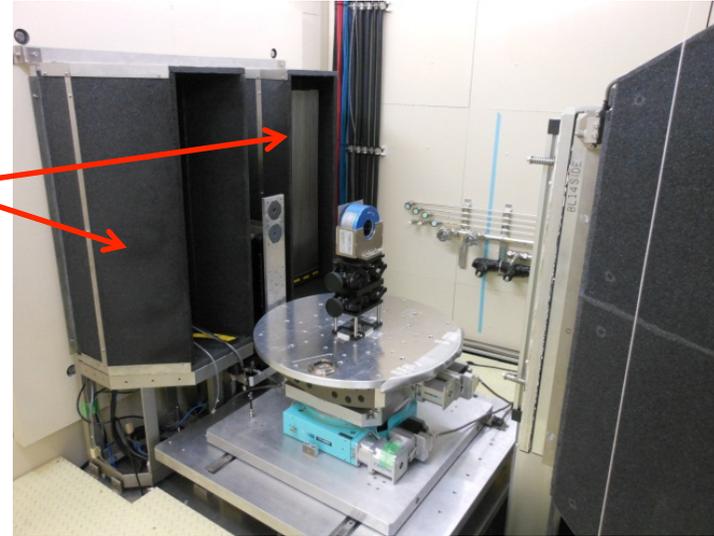
高角バンク、背面バンク、超小角バンク

高角バンク



背面バンク

$2\theta_{\max} = 160^\circ$
 $q_{\max} = 25 \text{ \AA}^{-1}$
($\lambda = 0.5 \text{ \AA}$)



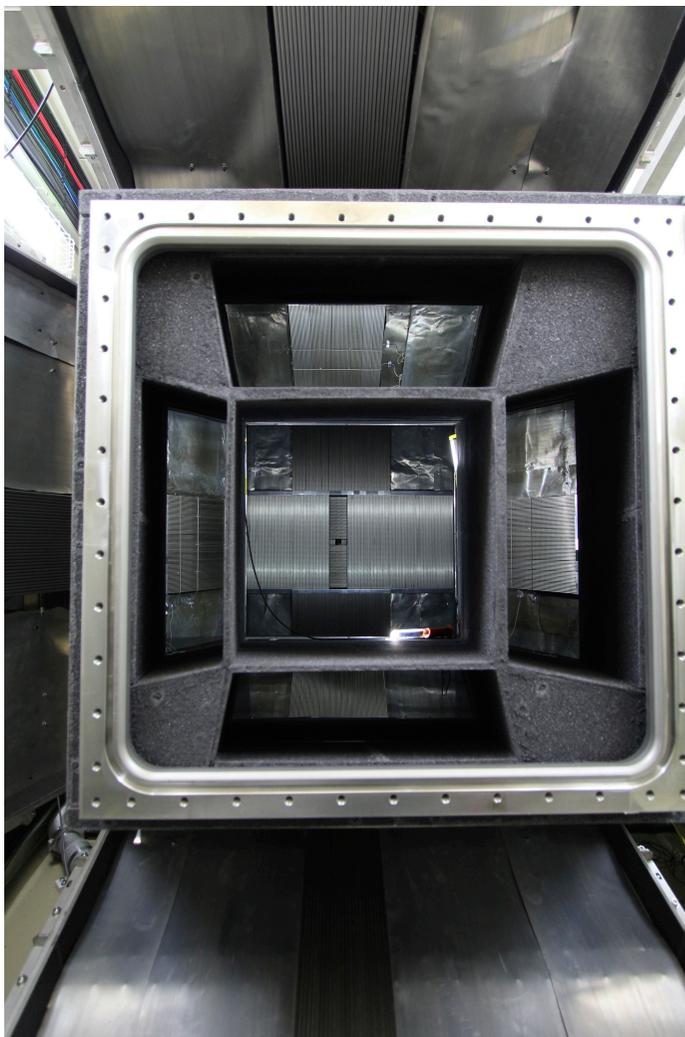
$q_{\min} = 0.0005 \text{ \AA}^{-1}$
($\lambda = 7.8 \text{ \AA}$)

ビームモニター

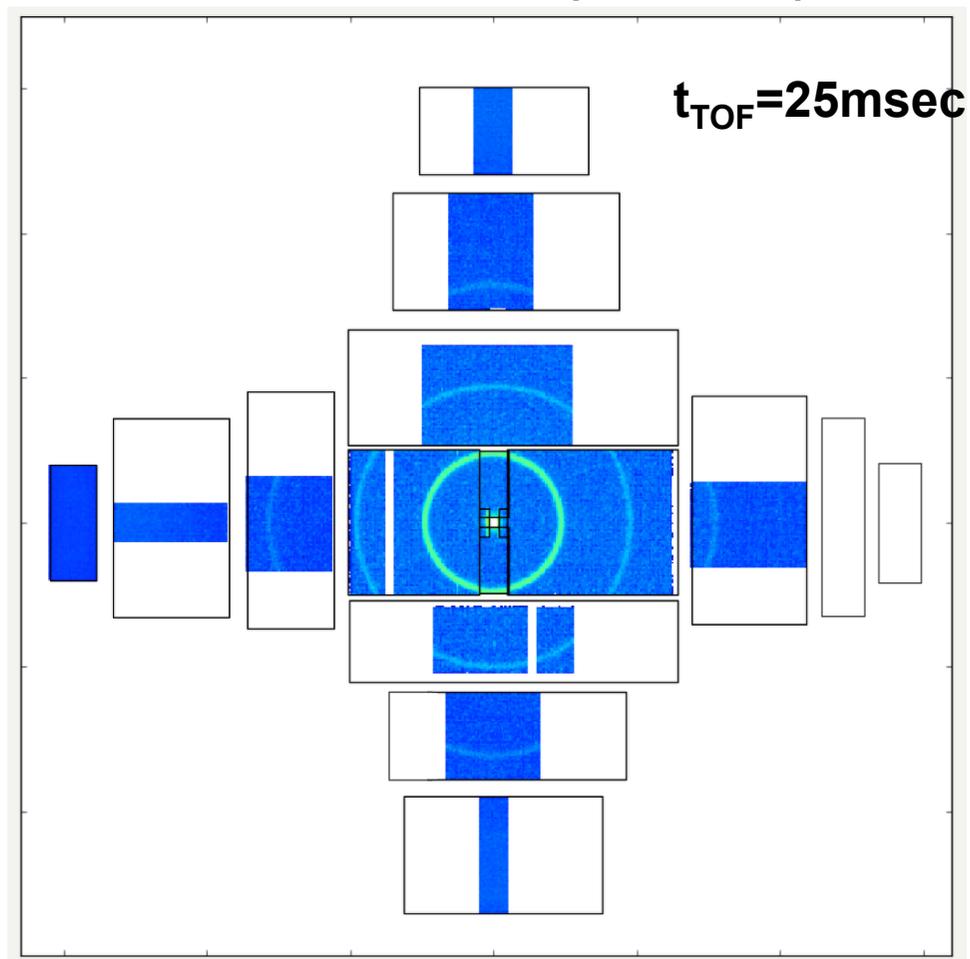
超小角バンク

(2013年度利用開始予定)

検出器配置と2次元散乱プロファイル

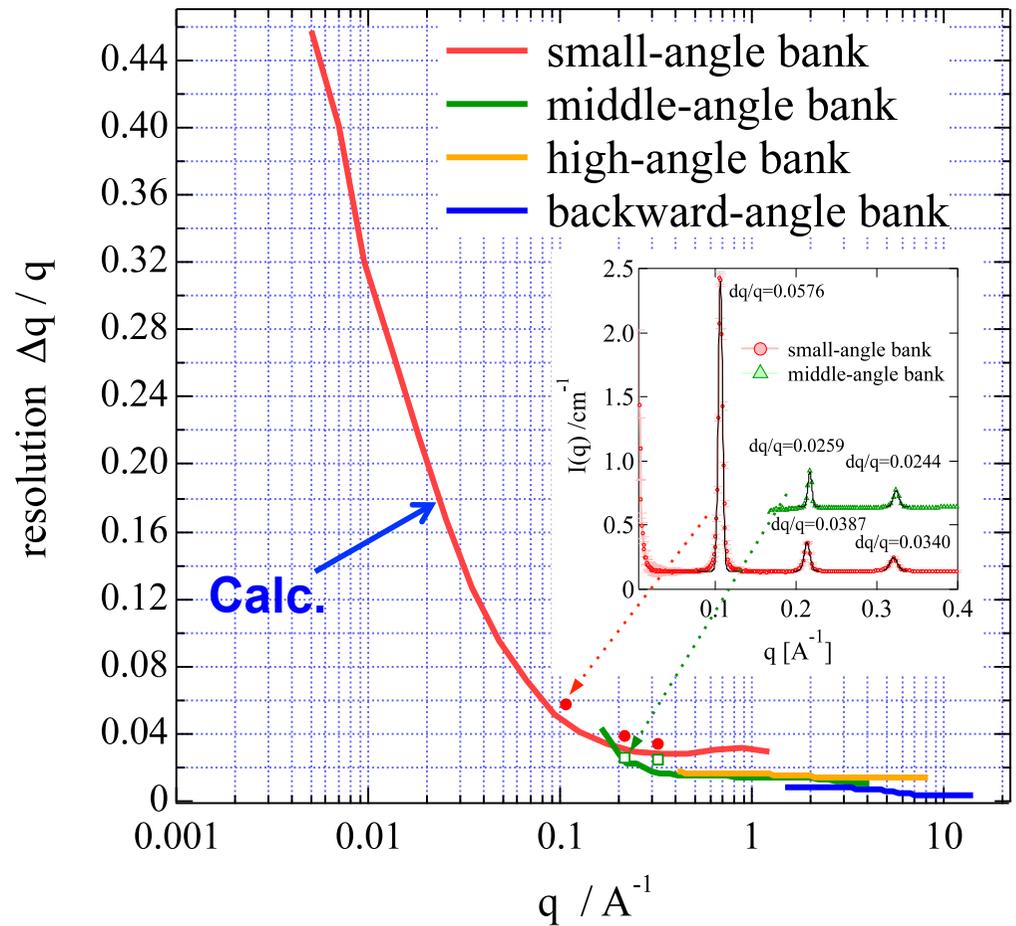
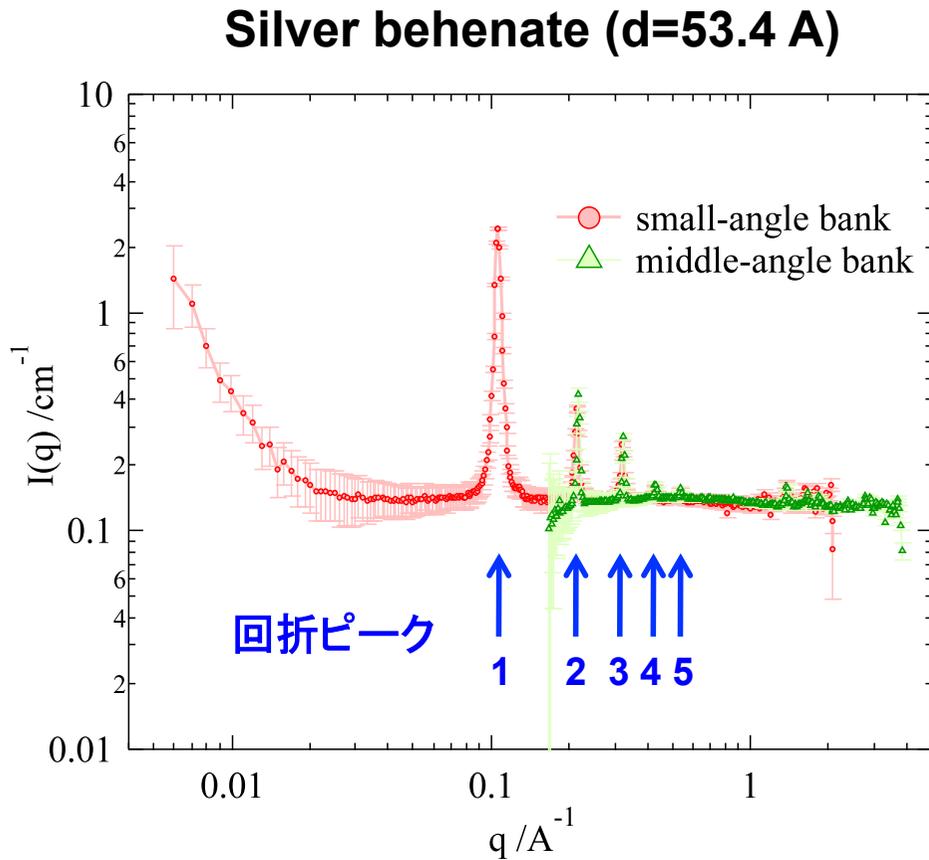


Silver behenate ($d=53.4\text{\AA}$)

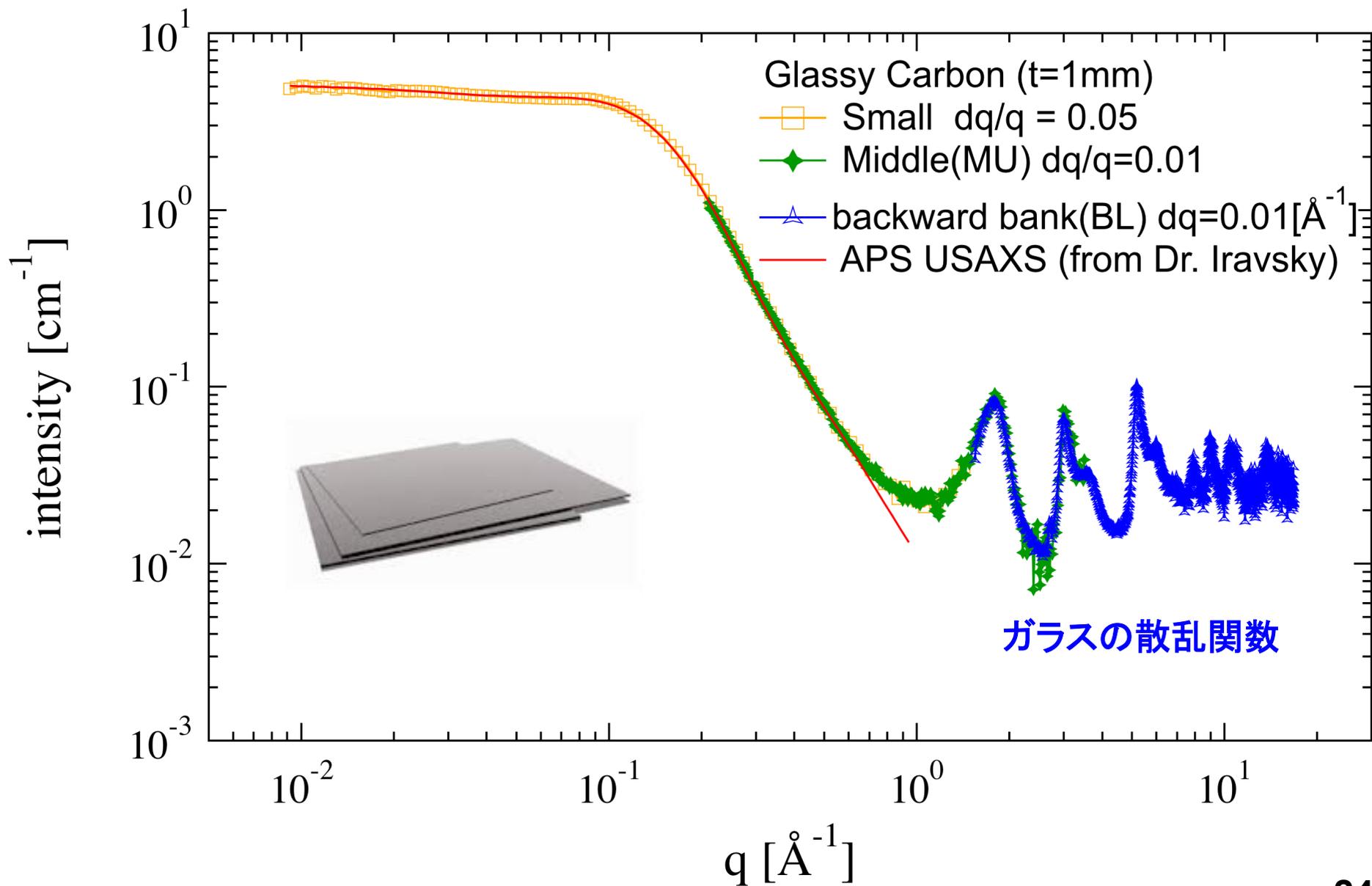


I(q)プロファイル ベヘン酸銀

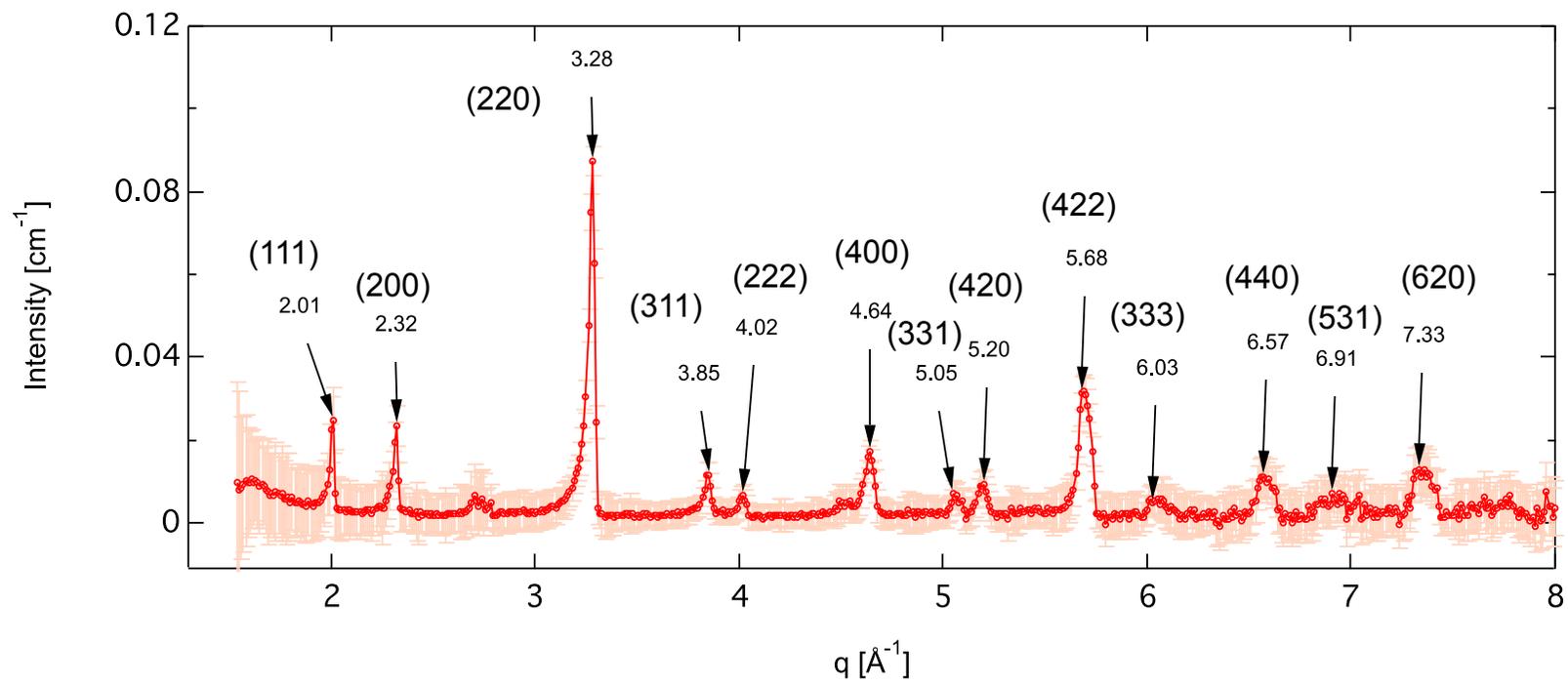
q分解能



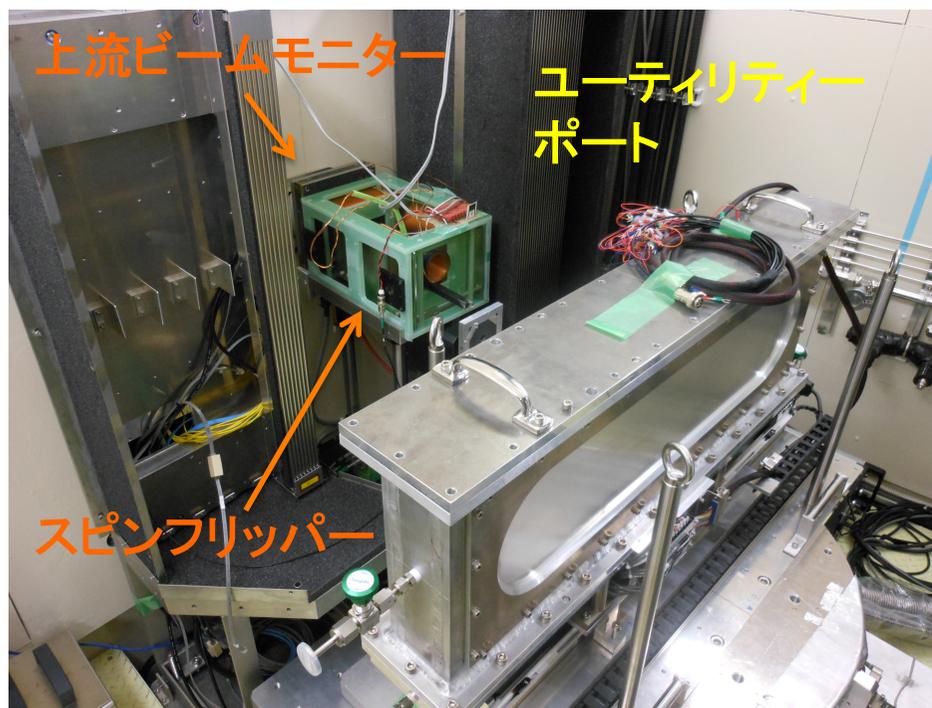
I(q)プロファイル Glassy Carbon



I(q)プロファイル(背面バンク) CeO_2

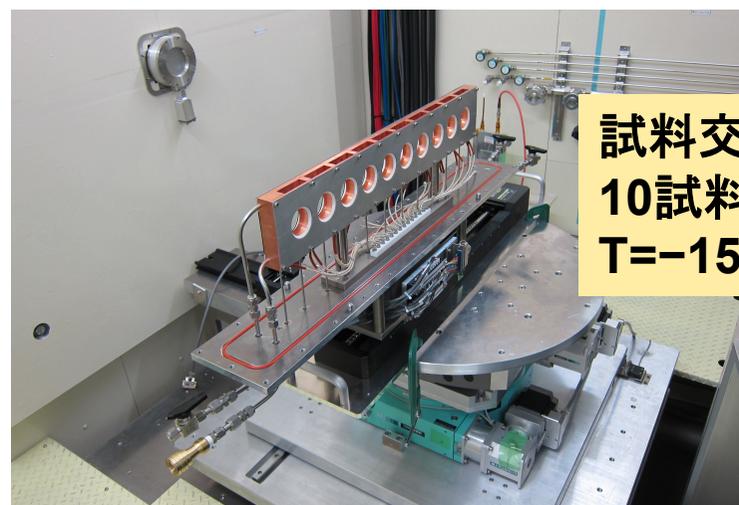


試料環境機器 (I)



試料テーブル: $\phi 700\text{mm}$
4軸ゴニオメータ: $x, y, R_x, R_y (= \omega)$
ビーム高さ (試料テーブル面から):
350mm

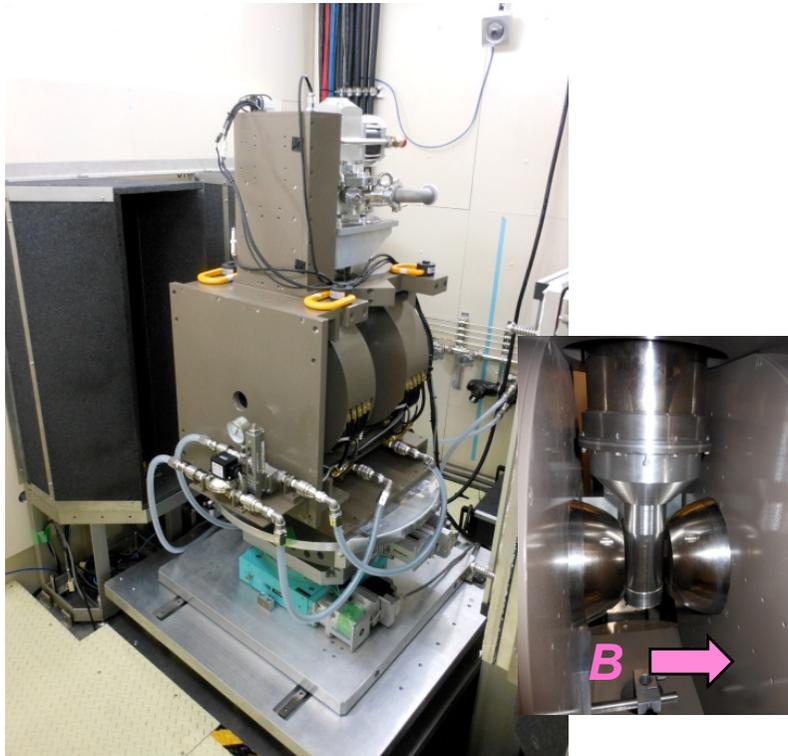
標準的な試料のサイズ: $10\text{mm} \times 10\text{mm} \times 1\text{mm}$
透過率: 80%以上



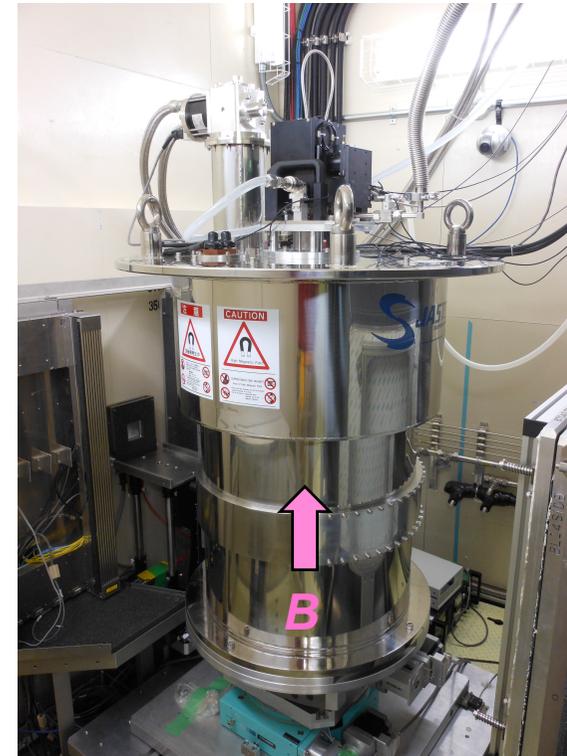
試料セル
(石英セル)

試料環境機器(II)

1Tesla電磁石 (垂直磁場)
+冷凍機 ($T_{\min}=4\text{K}$)



10Tesla電磁石 (垂直磁場)
+レーザー加熱炉 ($T_{\max}=1,200^{\circ}\text{C}$)



$B \perp$ Beam

試料環境機器(III)

冷凍機 ($T_{\min}=3.5\text{ K}$)



引張試験機(ソフトマター用)



ストローク: $<100\text{mm}$ (両サイド $<50\text{mm}$)

チャック幅: $5\sim30\text{mm}$

試料サイズ: $25\sim40\text{mm}$

試験力: $100\text{N}\sim1\text{kN}$ (精度1%程度)

ヘッド速度: $0.01\sim100\text{mm/min}$

大観に関するまとめ

1. 中性子小角・高角散乱装置「大観」の整備が進み、利用が始まった。
2. ソフトマター、溶液蛋白質、鉄鋼材料、マグネシウム材料、磁性材料に関して研究成果が出つつある。
3. より利用し易い解析ソフトウェア等の整備が進められている。
4. 本装置の利用は、
<http://www.cross-tokai.jp/ja/>
主にハードマター実験担当の
装置責任者：鈴木 淳市、j_suzuki@cross.or.jp
大石 一城、k_ohishi@cross.or.jp まで