



平成30年度 中性子イメージング専門研究会 於 京都大学複合原子力科学研究所

**小型加速器パルス中性子源 HUNS-I における
中性子透過ブラッグエッジイメージングの総括
- この10年でHUNSで出来るようになったこと -**

佐 藤 博 隆

北海道大学 大学院工学研究院 量子理工学部門
中性子ビーム応用理工学研究室

Hokkaido University Neutron Sources (HUNS**)**

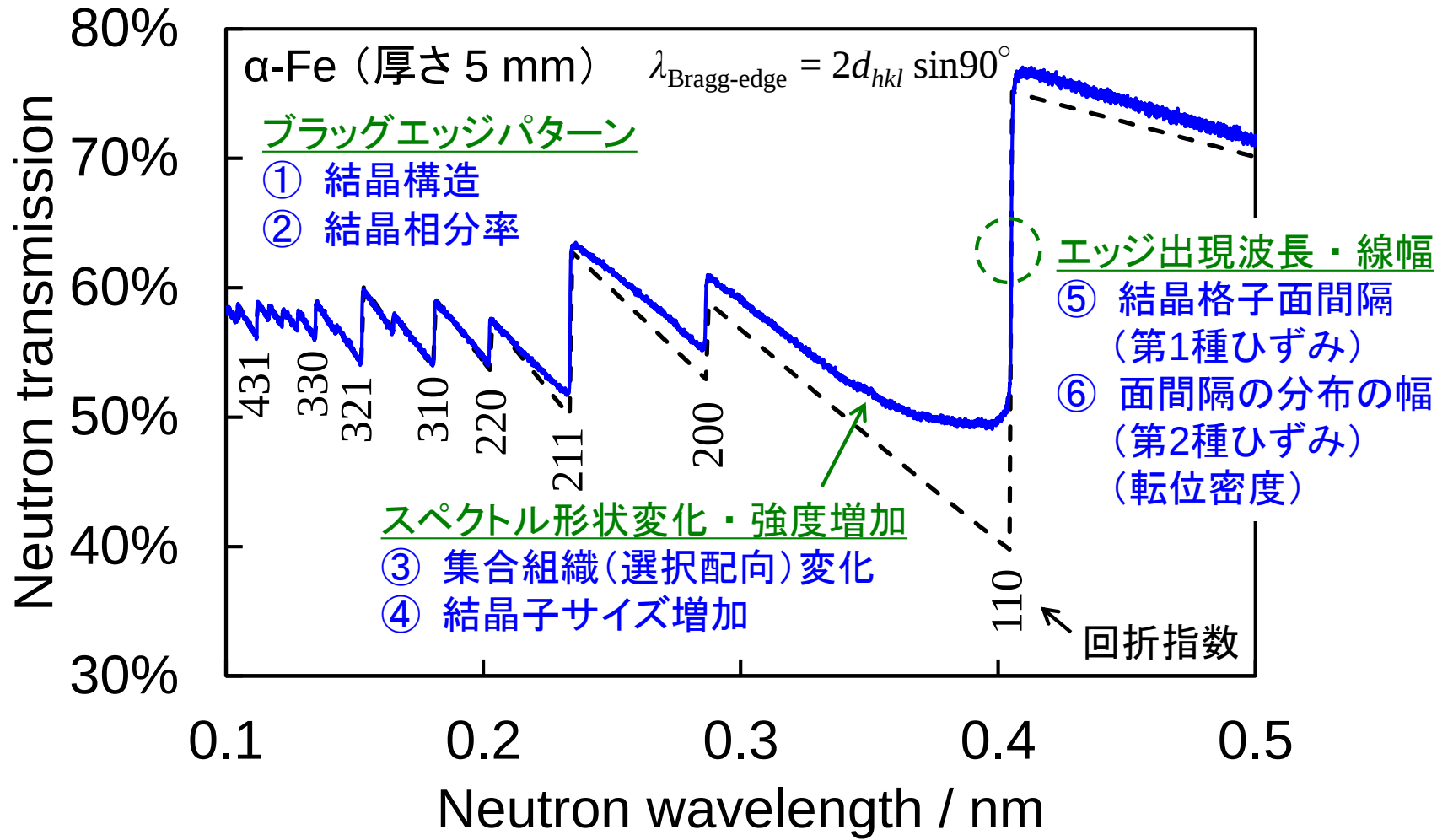
Contents

- パルス中性子透過ブラッグエッジイメージング
 - ・ 可視化できる結晶組織構造情報
- HUNS-I における複合材料解析の例
 - ・ リチウムイオンバッテリー内部の黒鉛負極材の充電状況(結晶面間隔変化)のイメージング
- HUNS-I における鉄鋼材料解析の例
 - ・ 包丁に含まれている結晶相毎の集合組織(結晶方位が異方的な組織)・結晶子サイズイメージング
 - ・ 高波長分解能モードで鋼中マルテンサイト相のイメージング
- まとめ

パルス中性子透過ブラッグエッジイメージング

各画素で得られる中性子透過率スペクトル: ブラッグエッジ

HUNSで①～⑥全てが定量的にイメージングできるようになりました。



画素毎にスペクトル解析 ⇒ 各種結晶組織構造情報のマッピング

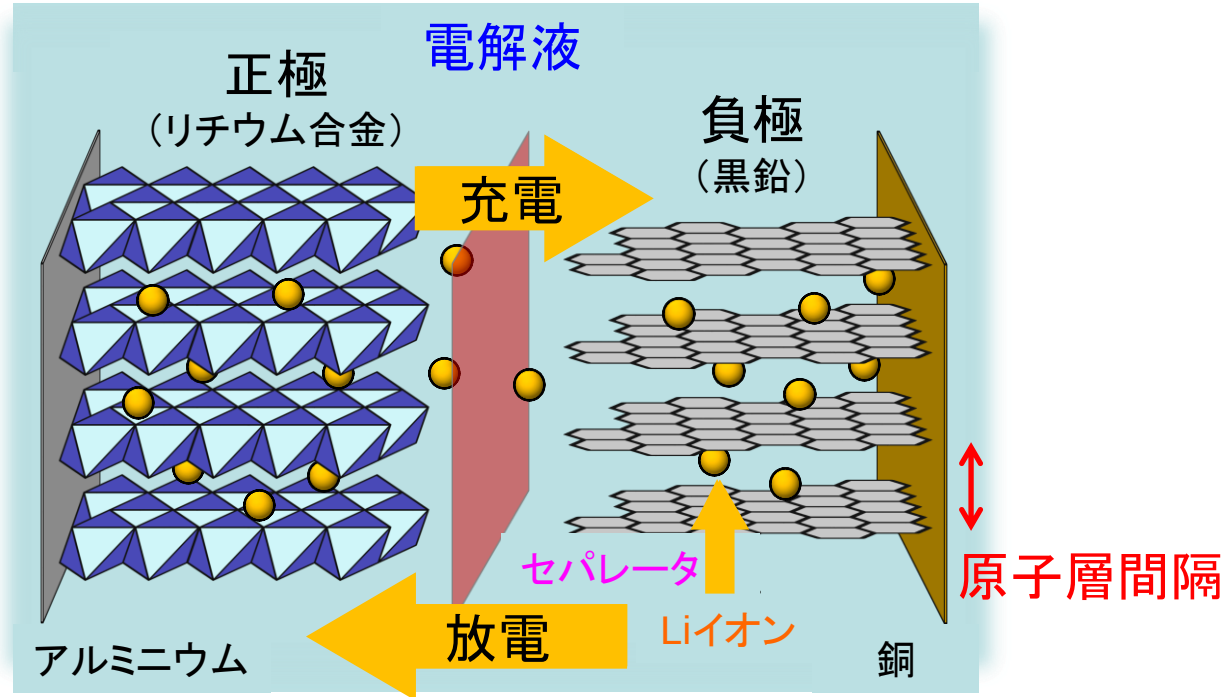
HUNS-I における**複合材料**解析の例

リチウムイオンバッテリー内部の黒鉛負極材の 充電状況(結晶面間隔変化)のイメージング

T. Kamiyama, Y. Narita, H. Sato, M. Ohnuma and Y. Kiyanagi,
Phys. Procedia **88** (2017) 27-33.

リチウムイオンバッテリー(LIB): 研究のモチベーション

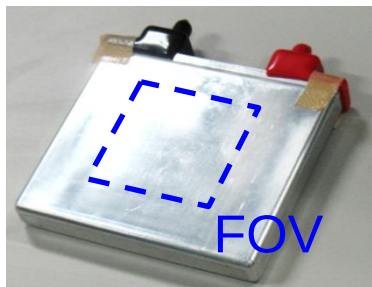
電極間のリチウムイオンの動き



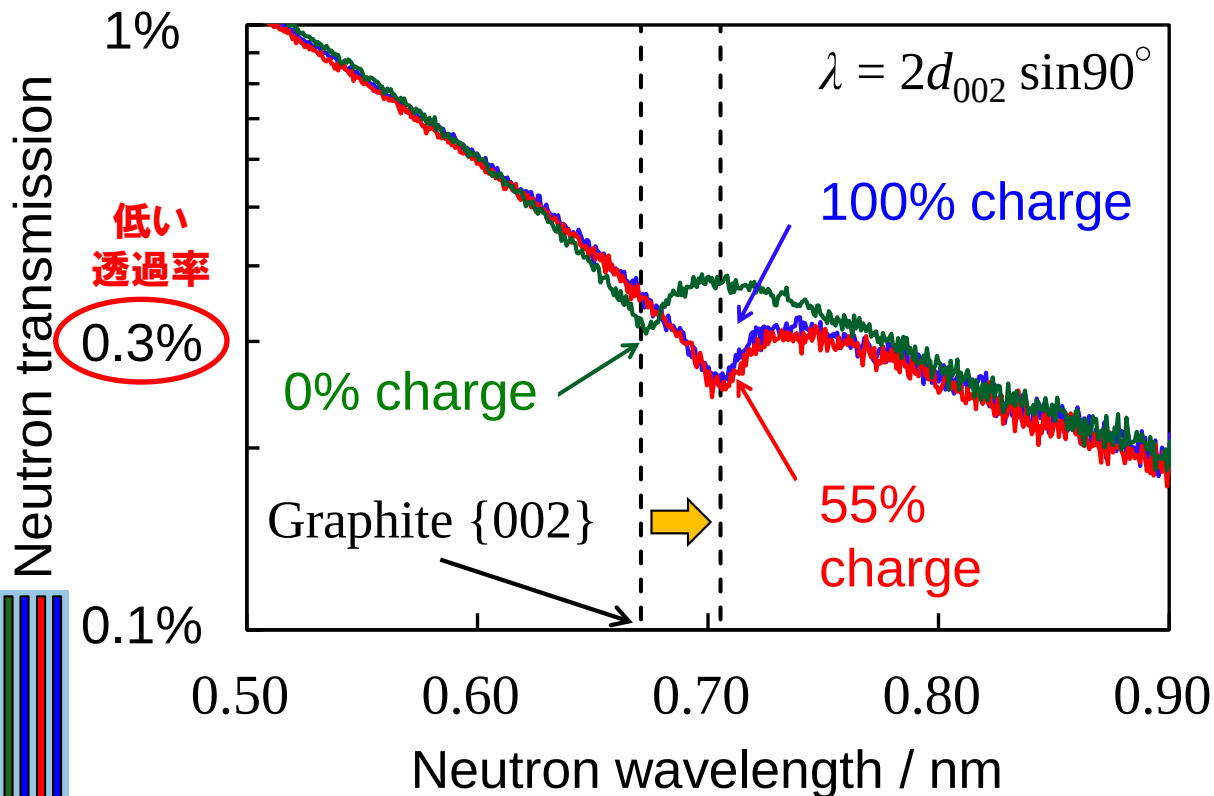
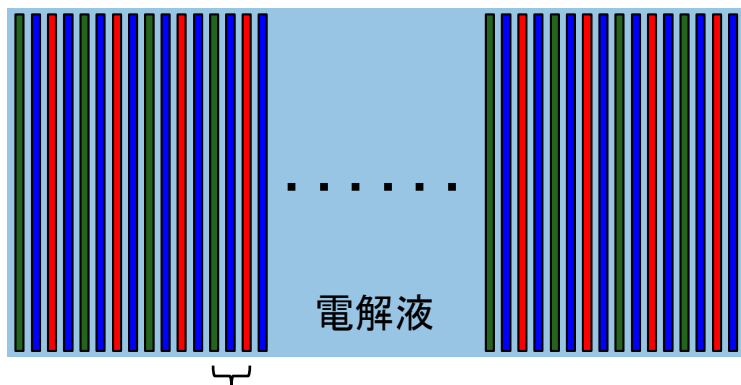
- 充電 ⇒ 黒鉛負極材の原子層間隔が広がる。
- 原子層間隔の場所毎の値を明らかにすれば、LIBの中の充電率の空間一様性が確認できるはず。

LIB製品パッケージ中の黒鉛負極材の 充電率に応じた結晶面間隔変化の観測

測定試料の写真



コンテナ + 100電極
(トータル厚さ: 1 cm)



環境・散乱中性子(バックグラウンド)の混入を防ぐことがポイント

イメージング実験

測定試料の写真



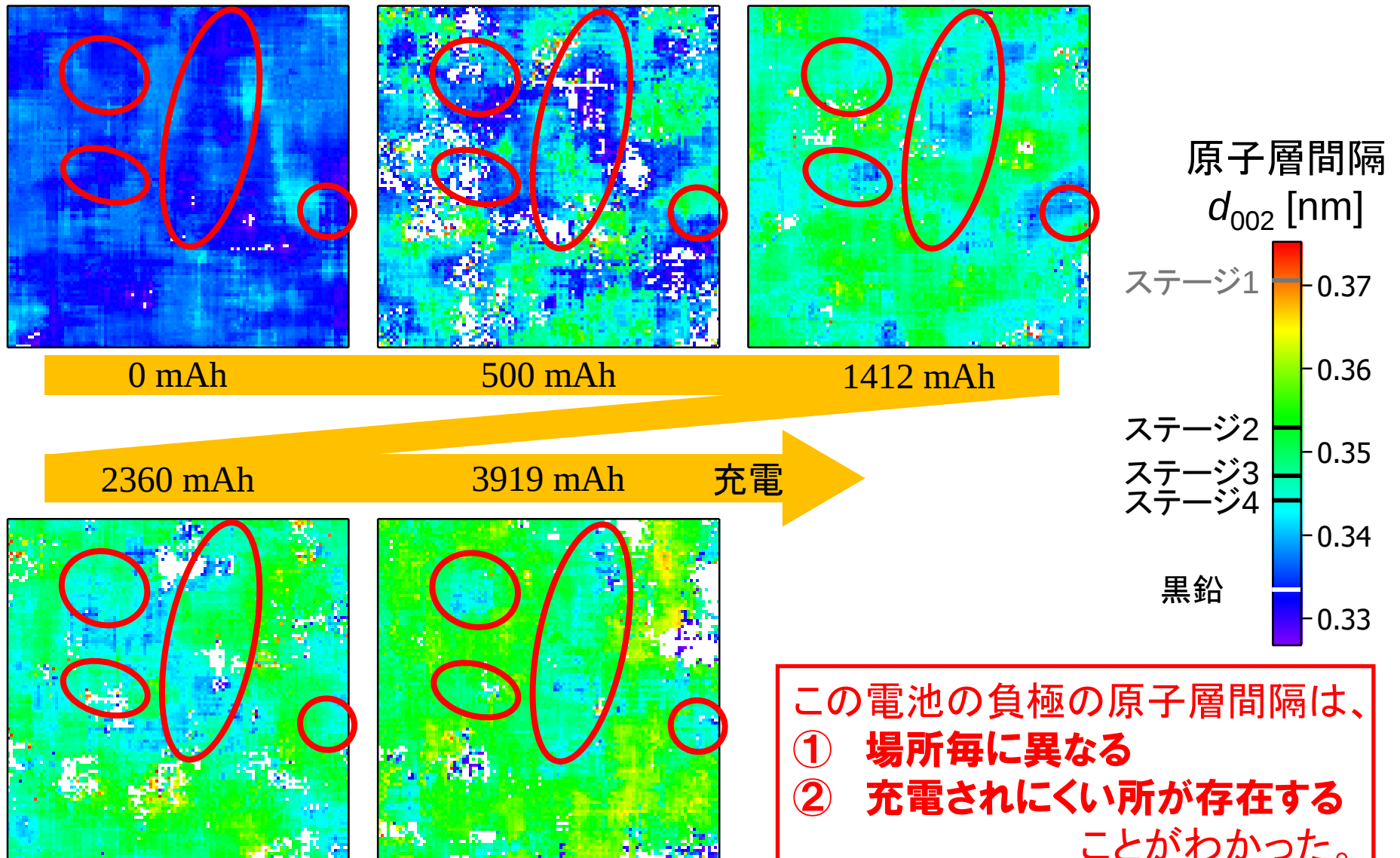
イメージング領域
9 cm × 9 cm

厚さ
6.4 mm

散乱中性子混入を減らすため、試料-検出器間距離を90 cm離れた。
(今は試料-検出器間にグリッドコリメーターを入れることが推奨される。)

内部の黒鉛負極材の原子層間距離は場所によって異なっている。

空間分解能: 約1.5 cm (800 μm 画素サイズ)



HUNS-I における鉄鋼材料解析の例

① 包丁に含まれている結晶相毎の 集合組織(結晶方位が異方的な組織)・結晶子サイズ イメージング

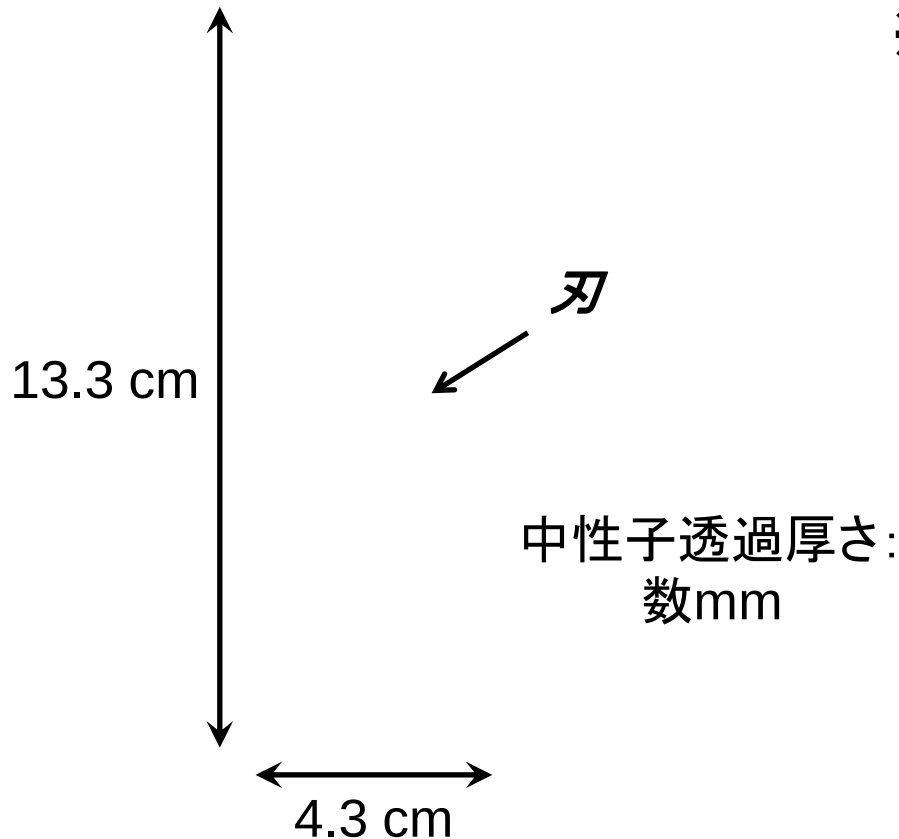
H. Sato, H. Ishikawa and T. Kamiyama (Hokkaido Univ.)

K. Tanaka, K. Ishizuka and K. Mochiki (Tokyo City Univ.)

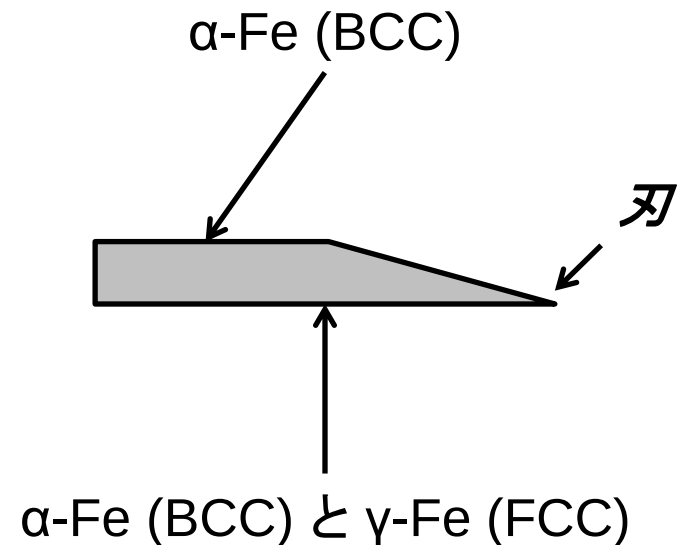
Y. Kiyanagi (Nagoya Univ.)

測定試料：出刃包丁(関の孫六)

測定試料の写真



X線回折による表面近傍の解析結果 ※ 中性子イメージング後にわかったこと



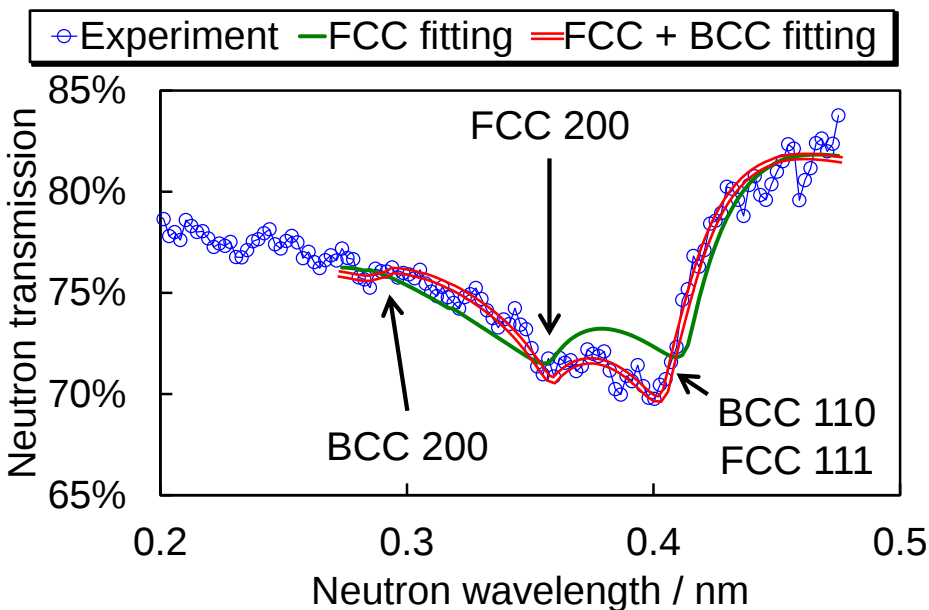
ブラッグエッジイメージングにより包丁の中の
結晶相の存在状態の全容(空間分布)を明らかにする。

HUNSにおける解析・イメージング結果

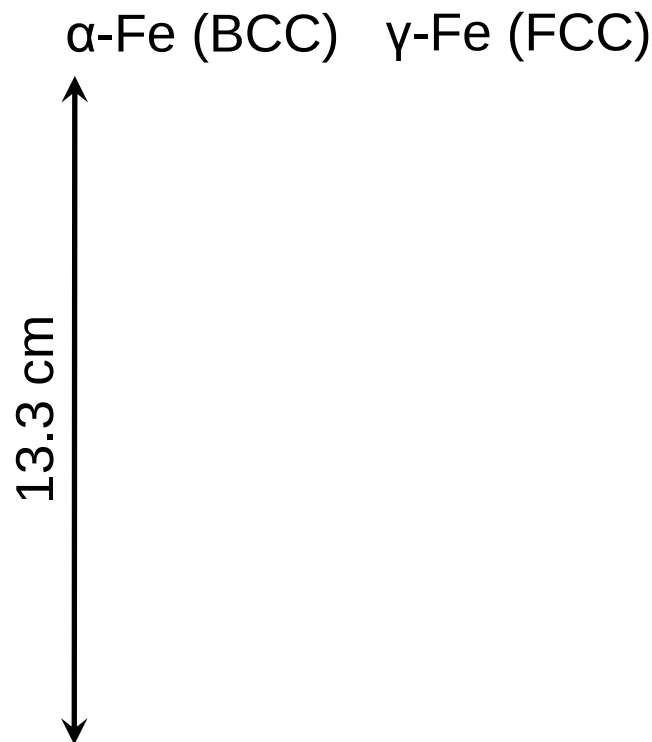
高速度カメラ型検出器(持木先生)のおかげで画素サイズ(520 μm)と視野の広さは**HUNS最高記録**

「RITS」による透過率スペクトル解析

結晶相イメージ



α -Fe と γ -Fe の両方が存在



原子数密度
 $\times$ 厚さ
[atoms/cm²]

3.8
 $\times 10^{22}$



0.0

ボディ部: α -Fe (BCC)が多い。

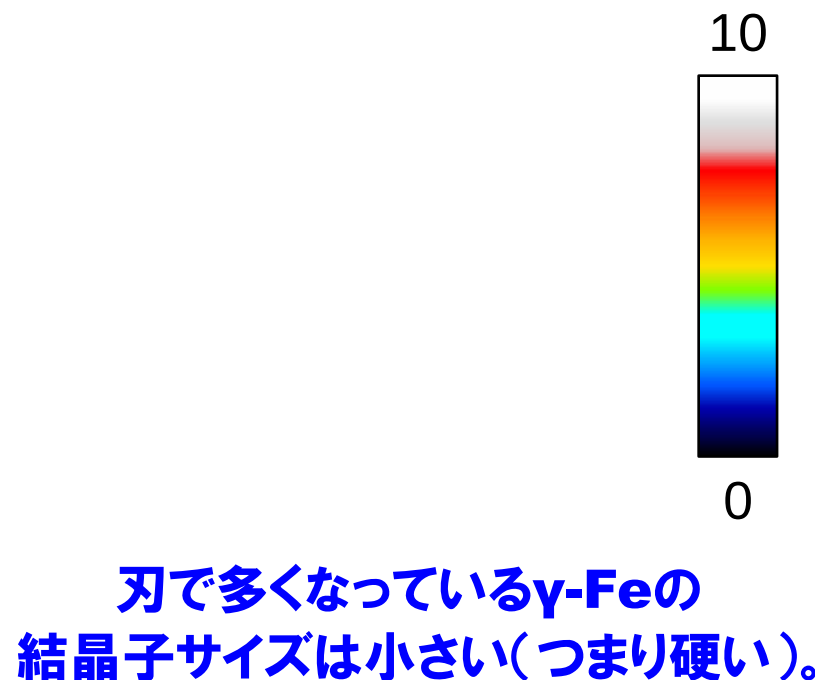
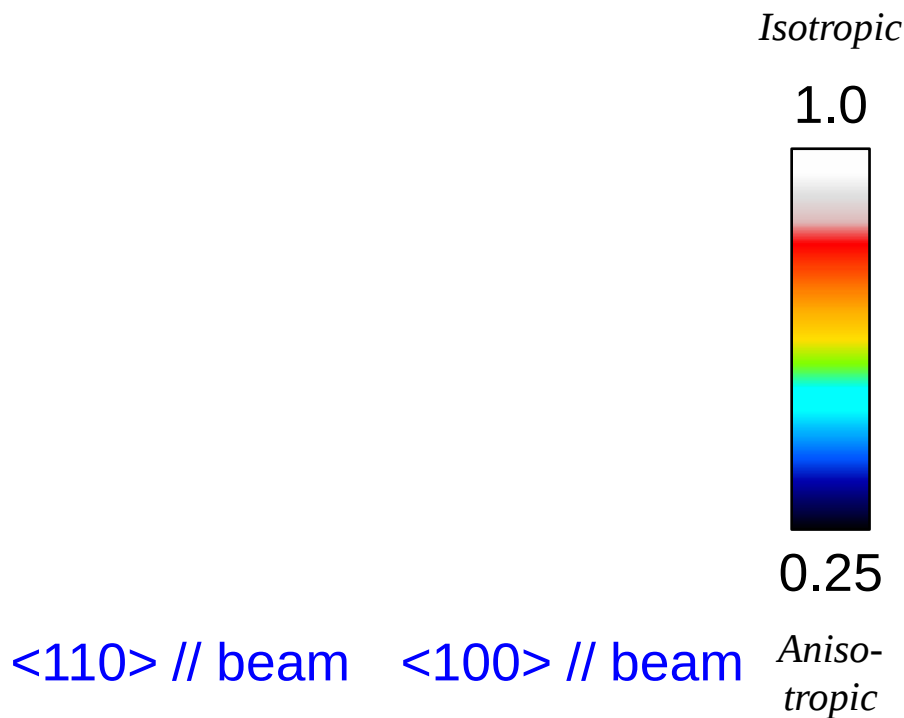
刃部: α -Fe (BCC)が減り、 γ -Fe (FCC)が相対的に多くなっている。

各相の集合組織・結晶子サイズイメージング

空間的にはほぼ一様だが・・・。

ビーム透過方向の優先方位 $\langle uvw \rangle$ と
結晶方位異方性(集合組織の発達度:
March-Dollase係数)

結晶子サイズ (μm)



ちなみに、最初の集合組織・結晶子サイズの定量的イメージングは、HUNSで行われた。

H. Sato, T. Kamiyama and Y. Kiyanagi, Mater. Trans. **52** (2011) 1294-1302.

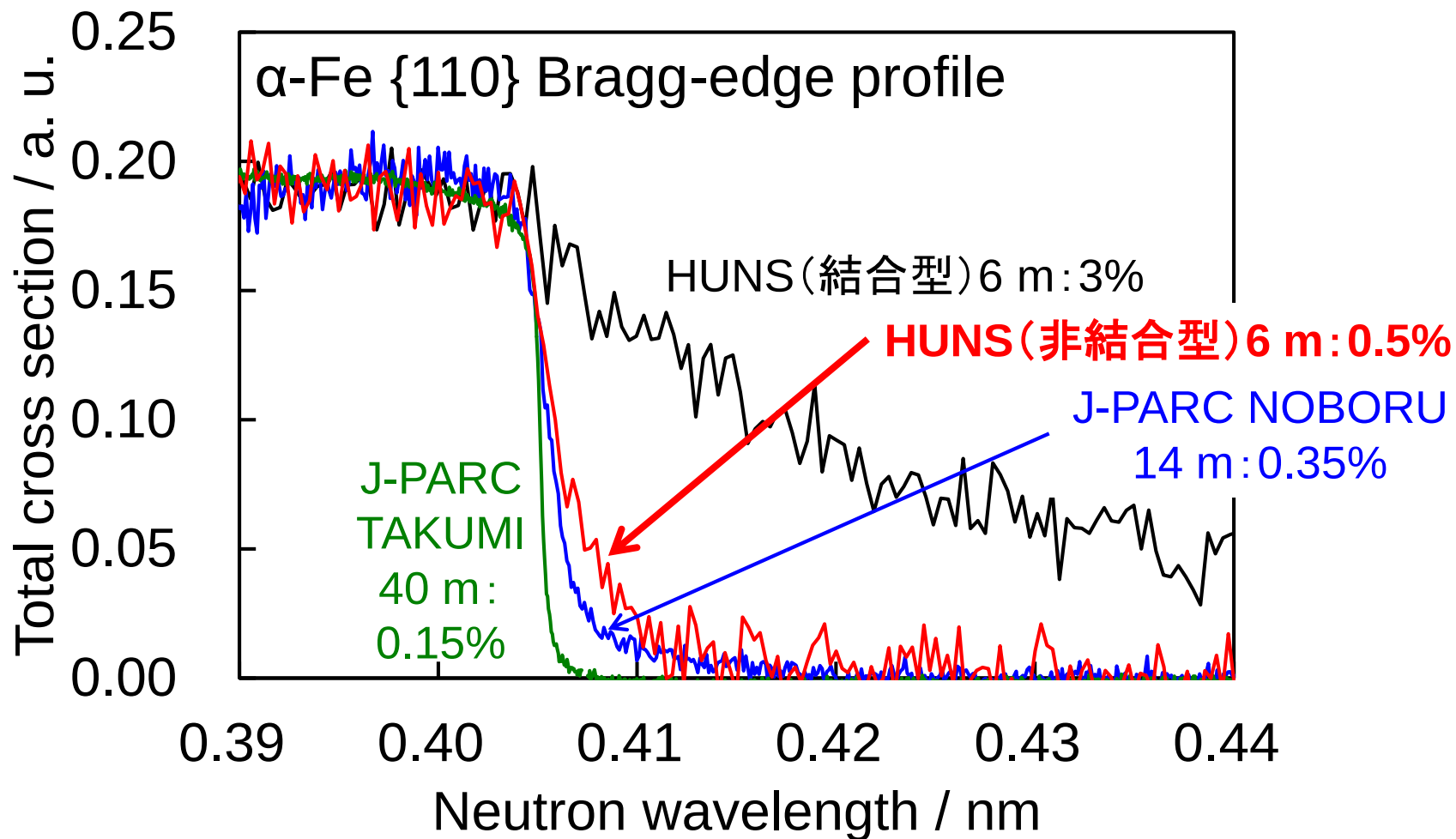
HUNS-I における鉄鋼材料解析の例

② 鋼中マルテンサイト相のイメージング

H. Sato, T. Sasaki, T. Moriya, H. Ishikawa, T. Kamiyama and M. Furusaka,
Physica B: Condensed Matter **551** (2018) 452-459.

H. Sato, T. Sato, Y. Shiota, T. Kamiyama, A. S. Tremsin, M. Ohnuma and
Y. Kiyanagi, Mater. Trans. **56** (2015) 1147-1152. (比較用J-PARC実験)

HUNSの高波長分解能型ビームライン: ブラッグエッジプロファイルと波長分解能



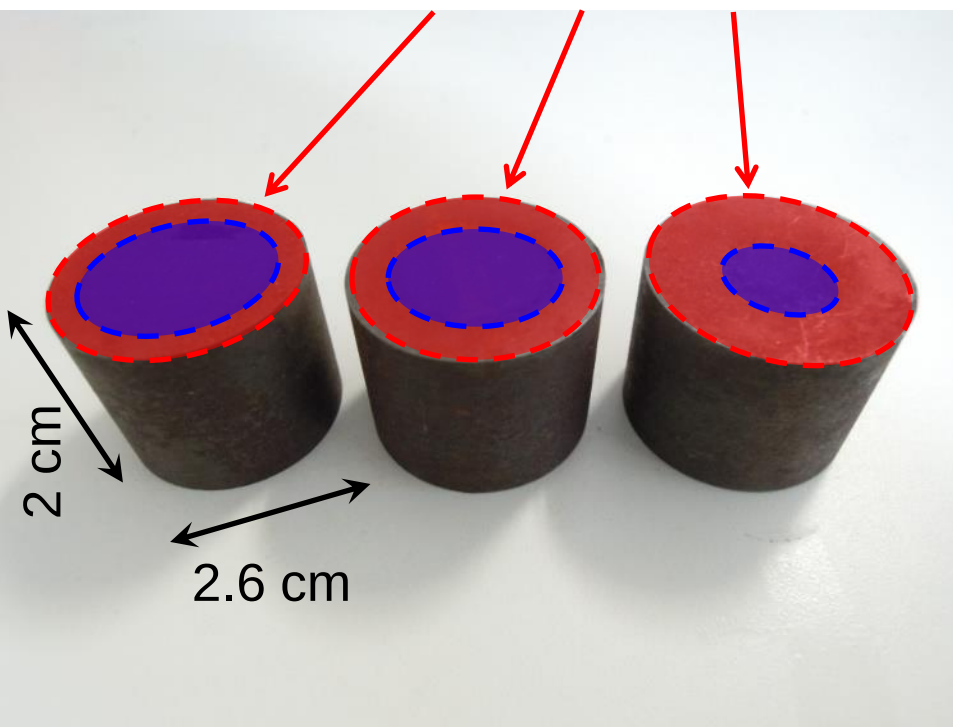
波長分解能**0.5%**。わずかなエッジプロファイル変化も観測できる。

HUNSにおけるマルテンサイトイメージング

表面硬化処理された自動車用クランクシャフトの模擬試料の測定

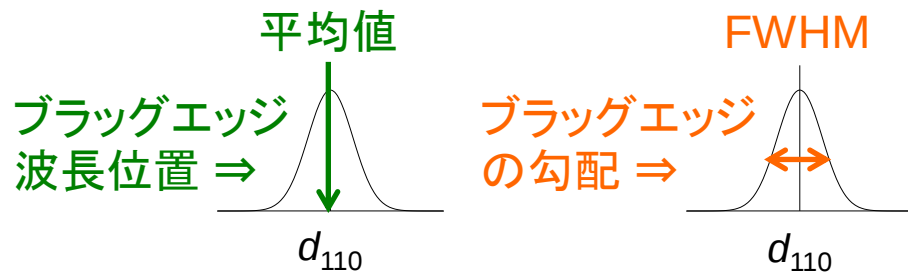
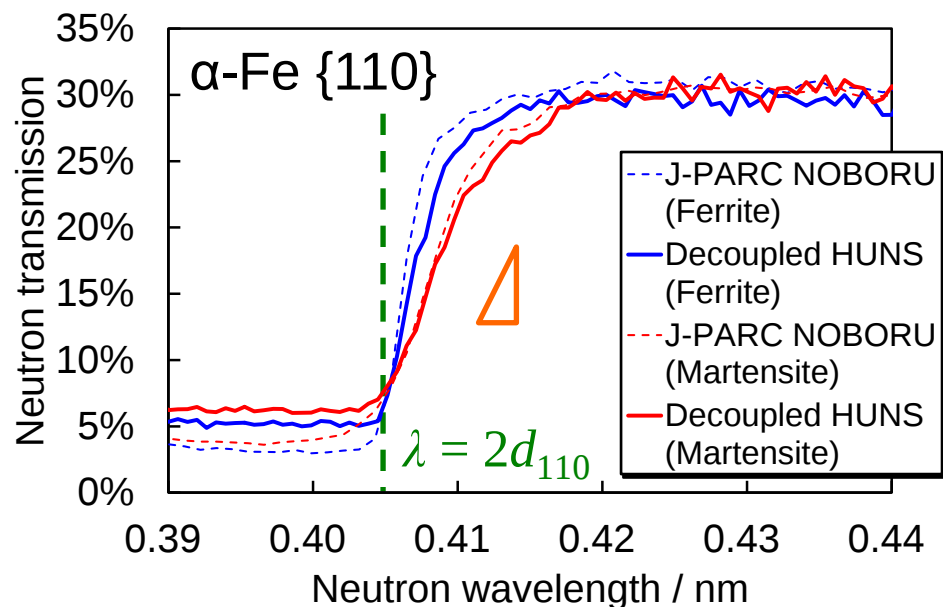
測定試料

- 表面が高周波焼き入れされた鋼棒
- 焼き入れ深さ: 3 mm, 5 mm, 7 mm



- 円柱の軸方向に中性子ビームを透過

ブラッグエッジスペクトル

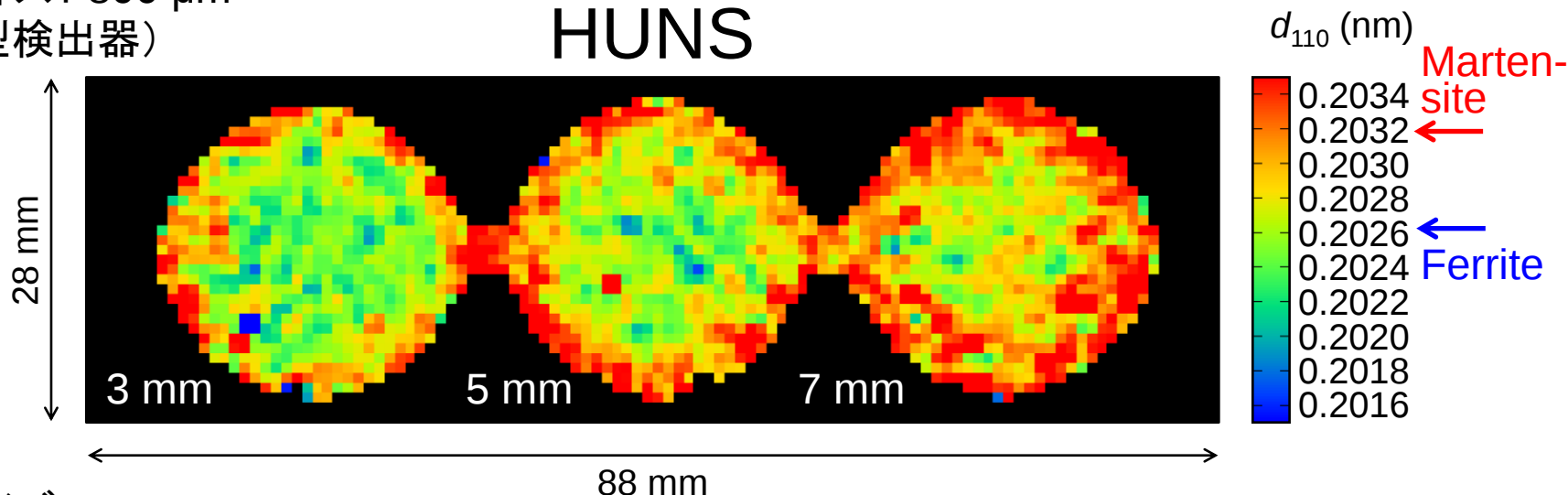


結晶格子面間隔分布の平均値イメージング

FWHMイメージングについてもマルテンサイトが可視化できたので、省略。

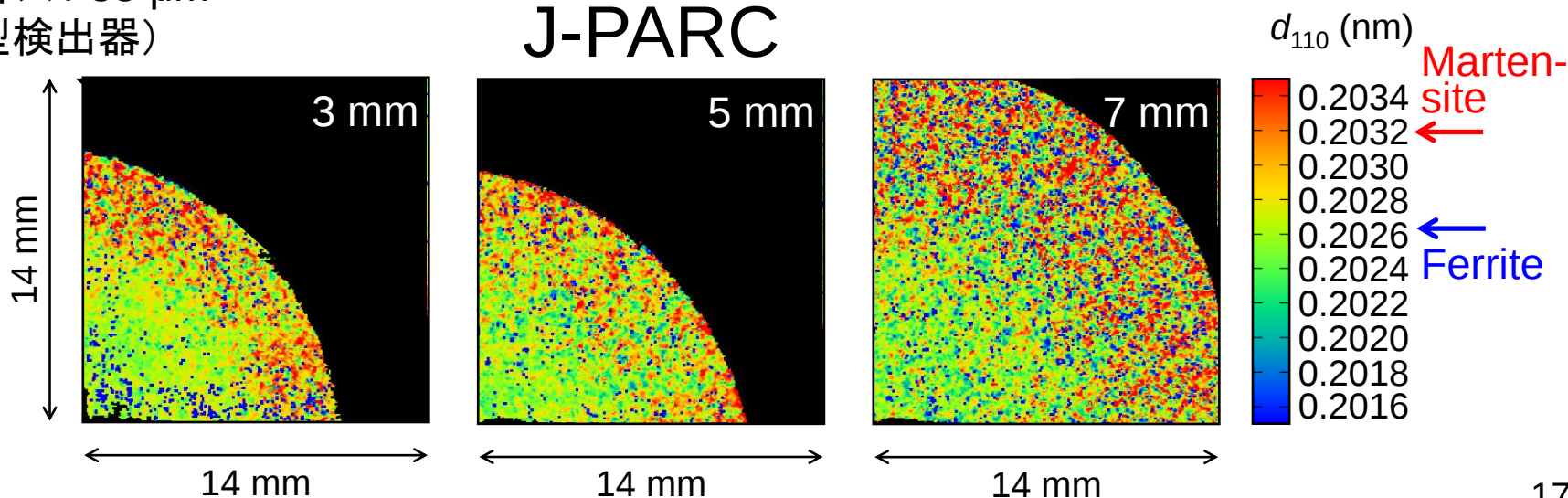
画素サイズ: 800 μm
(GEM型検出器)

HUNS



画素サイズ: 55 μm
(MCP型検出器)

J-PARC



HUNS-I総括、HUNS-II稼働に際して

●パルス中性子透過ブラッグエッジイメージング

- 様々なバルク結晶組織構造情報を広範囲(10 cm角)にわたって高空間分解能(約 1 mm)で可視化

●HUNS-I における複合材料解析

- リチウムイオンバッテリー内部の黒鉛負極材の充電状況(結晶面間隔変化)のイメージング

●HUNS-I における鉄鋼材料解析

- 包丁に含まれている結晶相毎の集合組織(結晶方位が異方的な組織)・結晶子サイズイメージング
- 高波長分解能モードで鋼中マルテンサイト相のイメージング

●HUNS-IIでは「新応用分野開拓と適した手法開発」ならびに「人材供給」に今まで以上に注力