中性子回折法による応力測定技術とその応用

鈴木 裕 士^{*1}

Stress Measurement Technique using Neutron Diffraction and its Applications

Hiroshi SUZUKI^{*1}^{*1}Quantum Beam Science Directorate, Japan Atomic Energy Agency, 2-4 Shirakata-Shirane, Tokai, Naka, Ibaraki 319-1195, Japan

(Received July 1, 2010, Accepted August 7, 2010)

Neutron diffraction is the only method by which residual stresses inside materials at centimeter-order depth can be measured non-destructively. Residual lattice strains in (hkl) can be evaluated from the shift of the diffraction peak from its original position under the stress-free condition. Residual stresses can be calculated by applying Hooke's law to lattice strains measured in three orthogonal directions. In addition, the neutron diffraction method can evaluate macroscopic deformation of engineering materials by measuring microstructural factors such as microstrains. Therefore, the neutron diffraction technique is very helpful in the design and development of engineering components, as well as in studies on materials engineering. This paper shows principle of neutron stress measurement and engineering neutron diffractometers as well as some applications.

1. はじめに

X線回折法や中性子回折法を用いたひずみ測定技術は、原子間距離を標点間距離とする物理的な計測法である。材料のマクロ的なひずみ変化を計測できるひずみゲージ法とは異なり、結晶粒内に発生するミクロ的なひずみを測定することができる。そのため、材料の変形をミクロ的な視点で評価できるだけでなく、そのミクロひずみから巨視的な応力状態を評価することも可能である。X線回折法では、材料表面の数ミクロンから数百ミクロン深さの平均的なひずみを測定することができる。一方、中性子回折法は、数センチメートルオーダーの材料深部のひずみを非破壊で測定できる唯一の測定技術であり、1980年頃から注目されてきた¹⁾。国内においては、1990年代初めに日本原子力研究所（現、日本原子力研究開発機構）の研究用原子炉 JRR-3 ガイドホールに残留応力解析用中性子回折装置（RESA）が設置され、今日まで応力測定技術開発や材料強度評価をはじめとする材料工学研究が行われてきた。主に、溶接構造物や自動車エンジン部品などの大型機械構造物に対する残留応力測定²⁾のほか、コンクリート構造物内部の鉄筋のひずみ評価³⁾などが行われており、高性能、高信頼性、長寿命化を目指した製品開発や構造設計に大きく貢献している。一方で、中性子線の優れた透過能を生かした材料研究も行われており、多くの成果を挙げている。例えば、中性子回折法を用いたプロファイル解析技術の開発研究⁴⁾を含め、ミクロ組織因子の定量評価技術を利用した材料強度研究^{5,6)}のほか、最近では、超電導線材の変形挙動評価⁷⁻¹⁰⁾など、新材料に対する材料特性評価にも中性子回折法が応用されている。2008年末からは大強度陽子加速器施設の物質生命科学実験施設 J-PARC/MLF (Japan Proton Accelerator Research Complex/Materials and Life Science Facility) に設置された飛行時間型 (Time Of Flight : TOF) の工学材料回折装置「匠」¹¹⁾の運用も開始しており、

中性子回折法を用いた材料工学研究は、基礎研究の時代から応用研究の時代に移行しつつある。

本稿では、中性子応力測定原理のほか、工学回折装置 RESA および匠を紹介するとともに、中性子回折法を利用した研究例について、簡単に紹介する。

2. 測定原理

結晶粒内には原子が規則正しく整列しており、これら原子は多数の平行な面に属していると考えることができる。これを格子面と呼び、この格子面が多数重なった構造を結晶という。中性子線は個々の原子に当たるとあらゆる方向に散乱されるが、式(1)に示すブラッグの回折条件式を満足する場合に、それらの散乱中性子線が同一位相になって相互に干渉し回折現象を生じる。

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (1)$$

ここで、 d は格子面間隔、 λ は入射中性子線の波長（エネルギー）、 n は回折次数（通常は 1）を表わす。また、 θ はブラッグ角と呼ばれる。

角度分散型回折装置は、Fig. 1(a) に示すように、Bragg の回折条件式(1)により決定される回折角 2θ を測定するための装置である。研究用原子炉炉心における核分裂連鎖反応により連続して発生する白色の熱中性子（定常中性子）から、モノクロメータ結晶を介して単一エネルギー（単一波長 λ ）の中性子のみを抽出し、測定試料によって回折される中性子の個数と回折角 2θ を検出器走査によって観測する方式の装置である。この回折角 2θ を測定することで、Bragg の回折条件式(1)から格子面間隔 d を決定できる。例えば、Fig. 2 に示すように材料に引張負荷が作用すると、この格子面間隔 d は引張軸に沿って Δd だけ大きくなる。この d の変化は、式(1)を θ で微分することにより、回折角の変化に置き換えることが可能であり、ひずみ ε は次式で表わされる。

$$\varepsilon = \frac{\Delta d}{d} = -\frac{\Delta 2\theta}{2} \cdot \cot \frac{2\theta}{2} \quad (2)$$

ここで、 d はある初期状態の格子面間隔を表わしており、例えば、無応力状態の格子面間隔を d_0 と仮定すれば、式(2)の

^{*1} 日本原子力研究開発機構（〒319-1195 茨城県那珂郡東海村白方白根 2-4）

Fig. 1 Schematic illustrations of optical systems of (a) AD (angular dispersion) method and (b) TOF (Time of Flight) method.

Fig. 2 Schematic illustration of principle of neutron strain measurement.

ひずみ ε は残留ひずみを表わすことになる。このとき、式(2)右辺の 2θ は無応力状態の回折角 $2\theta_0$ となり、 $\Delta 2\theta$ は無応力状態の回折角 $2\theta_0$ からの変化量に等しい。なお、JRR-3 ガイドホールに設置されている中性子応力測定装置 RESA は、この方式の回折装置である。

一方、エネルギー分散型の回折装置は、Bragg の回折条件式(1)により決定される波長（エネルギー） λ を測定するための装置である。広範のエネルギー域の中性子を試料に照射し、中性子のエネルギー毎に、中性子の発生から試料での回折及び計測までの時間を測定する飛行時間法（TOF 法）を

測定原理としている。一般的には、Fig. 1(b)に示すように、検出器をある 2θ の位置に固定した状態で、材料からの回折線の飛行時間（エネルギー） t を測定することで、式(3)から格子面間隔 d を決定できる。

$$\frac{mL}{h} 2d \sin \theta = t \quad (3)$$

ここで、 m は中性子の質量、 L は中性子の飛行距離、 h はプランク定数を表わす。Fig. 2 に示す格子面間隔の変化がある場合には、式(4)に示すように、飛行時間の変化 Δt からひずみ ε を求めることができる。

$$\varepsilon = \frac{\Delta d}{d} = \frac{\Delta t}{t} \quad (4)$$

ここで、式(4)の t を無応力状態の試料からの飛行時間 t_0 とすれば、 Δt は無応力状態の飛行時間 t_0 からの変化量に等しく、 ε は残留ひずみを表わす。なお、J-PARC/MLF に設置された工学回折装置「匠」は、この方式の回折装置である。

次に、上述した方法により試料の直交三方向に測定した回折面 (hkl) の格子ひずみ ε_{ii} を式(5)の右辺に代入することで、直交三方向の応力成分 σ_{ii} を求めることができる。

$$\sigma_{ii} = \frac{E_{hkl}}{(1 + \nu_{hkl})} \left\{ \varepsilon_{ii} + \frac{\nu_{hkl}}{(1 - 2\nu_{hkl})} (\varepsilon_{11} + \varepsilon_{22} + \varepsilon_{33}) \right\} \quad (i = 1, 2, 3) \quad (5)$$

なお、弾性定数は結晶面方位依存性を示すため、ヤング率やポアソン比は回折面ごとに異なり、また、これらは機械的弾性定数とは異なる。中性子回折法では、材料深部の三軸応力状態を評価するために、直交三方向の格子ひずみを測定し、 σ_{11} 、 σ_{22} 、 σ_{33} の3つの応力成分を求める必要があるが、平面応力状態を仮定できるような表層の残留応力を測定する場合には、必ずしも三方向の格子ひずみを測定する必要はない。測定した三方向が主軸に一致する場合には、式(5)により求めた応力は主応力となるが、主軸が明らかでない試料に対し主応力を求めたい場合には、異なる6方向の格子ひずみから6つの応力成分 (σ_{11} 、 σ_{22} 、 σ_{33} 、 σ_{23} 、 σ_{31} 、 σ_{12}) を算出する必要がある。

3. 回折装置

現在、日本国内には、JRR-3 ガイドホールに角度分散型の工学回折装置が2台、J-PARC/MLF にエネルギー分散型の工学回折装置が1台設置されている。ここでは、それぞれの回折装置の特徴を簡単に示す。なお、ここで示す光学系は2010年8月現在の仕様である。

3.1 中性子応力測定装置「RESA」

JRR-3 ガイドホールには、T2-1 ポートに RESA-1 が、T2-3-2 ポートに RESA-2 が設置されている。RESA-1 および RESA-2 の外観を Fig. 3 に示す。RESA-1 では、Si (311) の非対称湾曲モノクロメータから得られる単一波長 (0.16 nm~0.20 nm の範囲で選択可能) の中性子線を試料に照射し、そこから回折する中性子線の回折角を一次元検出器により測定する角度分散型回折装置である。回折計には、試料台面積 1000 mm × 1000 mm、耐荷重約 800 kg の XYZ の3軸ゴニオメータが設置されており、水平面内 (XY 方向) に ±200 mm、垂直方向 (Z 方向) に 100 mm 移動できる。

Fig. 3 Overview of engineering diffractometers (a) “RESA-1” and (b) “RESA-2” in JRR-3 Guide Hall.

検出器には検出面積が $100\text{ mm} \times 100\text{ mm}$ のエリアタイプの一次元検出器を用いており、約 $\pm 3^\circ$ の領域を一度に測定することができる。この一次元検出器の前方に、ラジアルコリメータ（幅 0.5 mm , 1 mm , 2 mm , 3 mm , 5 mm , 10 mm ）を設置することで、検出器で観測している領域を幅方向に制限することができる。入射側の中性子飛行管には、縦方向のビームサイズを制限できる縦収束型ラジアルコリメータ、あるいは従来型カドミウムスリットを設置できる。この縦収束型ラジアルコリメータと検出器前のラジアルコリメータを組み合わせることで、直径 900 mm 程度の試料空間を確保できることから、RESA-1 は比較的大型の試料の残留応力測定に適した回折計である。

一方、RESA-2 では、多数のシリコンウエハ（厚さ 0.25 mm 、直径 100 mm 、面方位 (111) ）を積層させた縦集光型シリコンウエハ積層モノクロメータを用いている。このモノクロメータを $[110]$ 晶帯軸で回転させることで、同一晶帯上にある $\text{Si}(311)$, $\text{Si}(422)$, $\text{Si}(400)$, $\text{Si}(511)$ を任意に選択することが可能であり、それぞれの回折面から、 0.22 nm , 0.15 nm , 0.18 nm , 0.14 nm の波長が得られる。検出器には検出面積が 100 mm 幅 $\times 40\text{ mm}$ 高の一次元検出器を用いており、約 $\pm 3^\circ$ の領域を一度に測定することができる。RESA-2 で

Fig. 4 Overview of engineering diffractometer “Takumi” in J-PARC/MLF.

は、入射側、検出器側に設置したカドミウムスリットにより測定領域を制限しているが、将来的にはラジアルコリメータも使用できる光学系に改良する予定である。測定効率、選択する波長にもよるが、例えば波長 0.18 nm を選択すれば、RESA-1 の最大 40% 程度である。しかし、むらの少ない均質なビームを得ることができる特長を有する。一方、試料ステージは、面積 $300\text{ mm} \times 300\text{ mm}$ 、耐荷重 20 kg 程度の 3 軸ゴニオメータであり、XY 方向に $\pm 100\text{ mm}$ 、Z 方向に 180 mm 移動できる。一方、RESA-2 では、集合組織やミクロ組織因子の定量評価に使用できるオイラークレドールのほか、低温環境中における残留応力や熱膨張係数を評価するための小型冷凍機などが使用できる。大型構造物の残留応力測定に適した RESA-1 に対し、RESA-2 は比較的小型の試料の応力測定のほか、材料研究に適した回折計である。

3.2 工学回折装置「匠」¹⁾

2008年12月から共用運転を開始している J-PARC/MLF には、ビームライン No. 19 に、飛行時間型の工学材料回折装置「匠」が設置されている。Fig. 4 に匠の外観写真を示す。加速器周期 25 Hz で発せられた白色のパルス中性子は、スーパーミラーガイド管を通じて実験ハッチ内に導入される。ガイド管の終端に設置された 4 象限スリットによってビームが成形されたのち、回折計に設置された試料に照射され、 $2\theta = \pm 90^\circ$ に設置された $\pm 15^\circ$ の見込み角を有する検出器によって、回折線が測定される。回折計には、試料台面積 $800\text{ mm} \times 800\text{ mm}$ 、耐荷重 1000 kgf の XYZ θ の 4 軸ゴニオメータが設置されている。水平方向（XY 方向）には $\pm 300\text{ mm}$ 、垂直方向（Z 方向）には 800 mm を移動できる。測定体積は、検出器前に設置されたラジアルコリメータと入射ビーム形状によって規定できる。 $2\theta = 90^\circ$ 付近における RESA-1、RESA-2 の装置分解能は $0.3 \sim 0.5\%$ 程度であり、経験的には実用上十分なひずみ分解能で測定可能であるが、匠の最高装置分解能は 0.2% 以下であり、RESA-1、RESA-2 に比べてさらに高いひずみ分解能で測定できる特徴を有する。また、同時に測定できる面間隔は、最大で $0.5 < d < 5.0\text{ \AA}$ であり、複数の回折ピーク、すなわち多くの結晶の情報を一度に測定できる。したがって、匠を用いることで、機械

構造物内部の応力・ひずみの評価のみでなく、変形や熱的なプロセス中の構造変化の In-situ 評価、工学材料中の微小領域での結晶構造解析、さらには集合組織測定などを容易に行うことができる。また、測定した複数の回折ピークをリートベルト解析すれば、バルク平均の格子定数を求めることが可能であり、その格子定数から求めたひずみは巨視ひずみと等しい。したがって、回折弾性定数が分からなくとも、機械的なヤング率やポアソン比を用いれば応力変換が可能となる。既に欧米には、複数のパルス中性子実験施設が稼働しており、英国の ENGIN-X (ISIS) や米国の SMARTS および HIPPO (LANSCE/LANL) では、飛行時間法を利用した材料工学研究が盛んに行われている。匠は、これらの同型装置に比べると中性子強度が極めて高く、米国の VULCAN (SNS/ORNL)¹²⁾ と並んで世界最高クラスの性能を持つ次世代型の回折装置である。

4. 測定例

中性子応力測定技術は、中性子産業利用推進に貢献する中心的な測定技術であり、自動車エンジン部品や溶接構造物などの機械部品の残留応力測定のように、機械構造物の信頼性・健全性の確保や安全設計を目的とした応力評価研究に用いられている。また、負荷環境や高温・低温環境といった種々の環境・雰囲気中のひずみ評価など、温度変化や材料変形に伴う集合組織変化や変形挙動評価などを通じて、材料の強度発現機構や破壊機構の解明を目指すなど、種々の材料工学研究が行われている。ここでは、日本国内で実施されている研究例を中心に簡単に紹介する。

4.1 冷し嵌め試料の残留ひずみ分布

冷し嵌め試料は、プラグの直径とリングの内外径の関係から理論的に応力分布を求めることができるため、実測値と理論値の比較という観点から、中性子応力測定装置の性能評価に適した標準試料である。実際、VAMAS-TWA20 (The Versailles Project on Advanced Materials and Standards-Technical Working Areas 20) における中性子応力測定技術の標準化¹³⁾においても、アルミニウム合金製の冷し嵌め試料がラウンドロビン試料として使用された。この冷し嵌め試料を用いて、RESA-2 の性能を評価した結果を Fig. 5 に示す。この冷し嵌め試料は、液体窒素中で冷却した直径 25.1 mm のプラグを、外径 50 mm、内径 25 mm のリングに挿入した試料であり、この試料の直径方向に残留ひずみ分布を測定した。測定体積はおおよそ 2 mm×2 mm×15 mm であり、Al (220) について周方向および半径方向ひずみの分布を測定した。無応力状態の格子定数は 0.40548 nm とした。ここでは、冷し嵌め試料の長手方向には残留応力がほとんど発生しない二軸応力状態を仮定している。素材内部に発生している残留応力の影響により、実測値と理論値に若干の差があるものの、Hoop 方向および Radial 方向ともに、理論的なひずみ分布傾向にほぼ一致している。このように、中性子応力測定法を用いることで、材料内部に発生する残留ひずみ分布を正確に測定できることが分かる。

4.2 溶接構造物の残留応力測定

溶接技術は材料と材料とを接合する技術として広く用いら

Fig. 5 Residual strain distributions in hoop and radial directions of shrink-fit specimen measured using RESA-2.

れている。一方で、溶接に伴う溶融凝固過程や相変態、析出などにより、溶接部近傍に強い残留応力が発生することが知られている。そのため、溶接構造物の信頼性や健全性を確保するうえで、その残留応力状態を正確に把握することが重要とされている。このような背景から、溶接構造物の残留応力測定は、中性子応力測定における最も多いニーズの一つである。単純な突合せ溶接試料はもちろんのこと、肉盛溶接、溶接配管、T 字継手、スポット溶接、摩擦攪拌溶接など、対象とする溶接試料は様々である。Suzuki らは、高張力鋼やステンレス鋼の X 開先突合せ溶接試料の残留応力測定を行い、溶接熱影響部のミクロ組織変化、特に相変態と第二種ひずみ（粒間ひずみ）を考慮することで、正確に残留応力分布を測定できることを示した¹⁴⁾。この測定手法は、国内で実施されている中性子応力測定の基礎となっている。一方、Shiga らは、この測定手法を用いて、低変態温度溶接試験体の残留応力分布を測定した。その結果、従来の溶接では溶接部近傍に強い引張残留応力が発生するが、低変態温度溶接試験体においては、Fig. 6 に示すように、溶接部に強い圧縮残留応力が発生することを示した¹⁵⁾。

ところで、中性子応力測定法では、材料深部の応力を非破壊で測定できることが最大の特長であり、板厚が 25 mm を超える厚肉・大型溶接構造物内部の応力・ひずみ測定も容易である。例えば、RESA では最大 45 mm 厚さの突合せ溶接試験体を¹⁶⁾、世界的には、Davies らが英国 ISIS の Engin-X を用いて 62 mm 厚さの溶接配管の一部を測定した結果を報告している¹⁷⁾。また、RESA においては、原子炉配管などを模擬した直径 500 mm、長さ 760 mm、肉厚 28 mm の大型溶接配管の残留応力分布測定も行われている²⁾。ここでは、配管溶接部近傍の内表面側に長さ 30 mm、深さ 10 mm、幅 0.5 mm の模擬き裂を導入する前後の残留応力変化や、配管溶接部の外周部に補修溶接を施工する前後の残留応力変化を実測している。Fig. 7 は配管軸方向（溶接線直交方向）残留応力の深さ方向分布とき裂導入および補修溶接前

Fig. 6 Comparison of longitudinal residual stress distribution between conventional weld metal and low Ms temperature weld metal (PS)¹⁵⁾.

Fig. 7 Changes in axial residual stress distributions of large scaled welded tube before and after manufacturing slit and repair welding²⁾.

後の応力変化を示している。模擬き裂導入前には、外表面側に強い引張残留応力、板厚内部に圧縮残留応力、内表面側に弱い引張残留応力を示すなど、これまでに有限要素解析などにより求められてきた典型的な残留応力分布傾向を示した。配管内表面側に模擬き裂を導入した場合には、模擬き裂の幅が広いためにき裂閉口現象が見られないなど、本来のき裂進展に伴う応力再配分の様子を正確に模擬することができなかったが、模擬き裂導入による残留応力の緩和 (Fig. 7 の $D > 16$ の範囲) を正確に測定できるなど、中性子回折法によって妥当な結果が得られている。一方、補修溶接を施工した場合、内表面側の残留応力は完全に引張状態となるだけでなく、板厚内部においても引張残留応力に変化することを明らかにしている。補修溶接により発生した配管内表面側の引張残留応力は応力腐食割れの発生を助長する可能性があり、また、内部に発生した引張残留応力はき裂進展の駆動力になり

得る。したがって、補修溶接の施工は、溶接配管の強度を低下させる要因になり得ることを明らかにした。

従来のひずみ解放法や DHD (Deep Hole Drilling) 法などの破壊的な応力測定技術を用いても、大型構造物の残留応力分布測定は可能であるが、試験体を細かく切り刻んだり、穴を開けたりする必要があるため、き裂導入や補修溶接にともなう応力変化を実測することは難しい。しかしながら、中性子回折法を用いれば、これらの応力変化を容易に実測できただけでなく、き裂近傍などの残留応力分布も詳細に測定することができる。このように、中性子応力測定技術は、ひずみ解放法や DHD 法などによる応力測定技術にならぶ測定技術として注目されている。

4.3 超電導線材開発への応用

超電導線材開発の分野では、中性子回折法を応用して、臨界電流特性と応力・ひずみの関係性を評価する研究が進められている。外部負荷が加わった際の超電導線材のフィラメントに存在する応力 (相応力) が圧縮であるか、引張であるかが重要であり、特にフィラメントの相応力がゼロとなる負荷ひずみ (Force free strain) は、超電導特性と機械的特性に対して本質的な役割を果たしていることが知られている。そのため、超電導線材のフィラメントに発生する熱残留ひずみや、負荷に伴うフィラメントの変形状態を測定することで、Force free strain を定量的に評価することが重要である。中性子回折法は複合材の各相のひずみを分離して評価できることから、超電導線材のような多芯複合線材においても、超電導相に生じるひずみを分離して測定することが可能である。Machiya らは、中性子回折法により BSCCO ($(\text{Bi}, \text{Pb})_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$) 銀シース超電導テープ材におけるフィラメントの室温回折弾性定数および室温残留ひずみを測定した結果を報告している⁷⁾。また、Oguro らは、室温において引張変形中の $\text{CuNb}/\text{Nb}_3\text{Sn}$ 超電導線材の 3 次元ひずみを測定した結果、Fig. 8 に示すように、軸方向ひずみと横方向ひずみの比は約 0.33 であり、この比が Nb_3Sn 線材の超電導特性における 3 次元ひずみ効果を評価するうえで重要であることを示した¹⁰⁾。一方、最近では、最適な構成金属基材の選択と、交流損失を含めた超電導特性の最適化のため、室温だけでなく 77 K 以下の低温環境など、超電導線材の実使用環境における In-situ 測定が必要不可欠とされている。例えば淡路らは、高強度 $\text{CuNb}/(\text{Nb}, \text{Ti})_3\text{Sn}$ 線材について、7 K における Nb_3Sn フィラメントの残留ひずみの角度依存性を測定し、軸方向には 0.33% の圧縮ひずみが残っているが、横方向では逆に 0.15% の引張ひずみとなっていることを確認した¹⁸⁾。一方、77 K 以下の低温環境下における超電導線材の変形挙動を評価するため、長村らの研究グループでは、5 K 以下の極低温において引張変形挙動を測定できる中性子回折用低温引張試験機 (Fig. 9) を開発した¹⁹⁾。米国 LANSCE の工学回折装置 SMARTS や英国 ISIS の ENGIN-X などにも、引張試験機に搭載可能な専用冷凍機が整備されているが²⁰⁾、これらは最低でも 30 K までしか冷却することができないことから、開発した中性子回折用低温引張試験機は世界最高の冷却性能を持った低温引張試験機と言える。Osamura らは、この低温引張試験機を用いて、77 K における Cu

Fig. 8 Axial and lateral strains of 321 diffraction of Nb_3Sn filament in $\text{CuNb}/\text{Nb}_3\text{Sn}$ wire as a function of macroscopic strain measured using strain gauge¹⁰⁾.

Fig. 9 Overview of cryogenic load frame for neutron diffraction.

stabilized YBCO ($\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+d}$) coated conductor の YBCO 超電導相の変形挙動を評価した。その結果, Fig. 10 に示すように, YBCO 超電導相のひずみがゼロとなる負荷ひずみ (A_H) 0.19–0.21% は, 最大臨界電流 (I_{cm}) が観測される負荷ひずみ (A_{Icm}) 0.035% と一致しないことを明らかにした⁹⁾。

さて, ここまでに述べてきた成果は, RESA を用いて得られた成果であるが, J-PARC/MLF の匠においても, パルス中性子の特徴を生かした検討が行われている。例えば, 複数の回折面のひずみを測定することで, 材料変形をミクロ的な視点で評価したり, 超電導線材などの複合材料を構成する複数の相のひずみ変化を同時に評価したりしている。また, 匠は In-situ での測定を得意としていることから, 温度変化とひずみ・相変態の関係を定量的に評価する検討も行われている。例えば, BSCCO 超電導テープ材の加熱実験において, 615°C 付近で超電導相に発生する残留ひずみがゼロになることを明らかにしたほか, YBCO テープ材の加熱実験では, 623 K で斜方晶から正方晶に相変態すること, その後室温まで冷却すると正方晶の YBCO 相のまま存在することなどを

Fig. 10 Applied strain dependence of the total internal strain and the normalized critical current on the YBCO layer at 77 K⁹⁾.

確認している²¹⁾。また, 匠の高強度中性子線が得られるという特長を生かすことで, 超電導線材数本に対する基礎的な検討だけでなく, ITER (国際熱核融合実験炉) に適用が検討されている超電導集合導体 (ITER TF 導体) についても, 中性子回折法を利用したひずみ分布測定が行われている²¹⁾。

このように, 工学的応用を目指した超電導線材や集合導体の開発研究の一部としての機械・電磁気学的研究に対し, 中性子回折法を利用した応力・ひずみの測定は有効である。

5. おわりに

本稿では, 中性子応力測定技術の原理, 日本国内の 3 台中性子工学回折装置, そして, いくつかの研究例を紹介した。中性子応力測定技術は, 装置, 技術を含めて年々高度化が進んでおり, その応用範囲も広がっている。特に, 中性子回折法が単に残留応力を測定するためのツールではなく, 材料の変形挙動や組織変化をミクロ的な視点から評価できる技術であることも忘れて頂きたい。現在, 日本国内には, JRR-3 や J-PARC/MLF などの中性子実験施設において, RESA-1 (JRR-3), RESA-2 (JRR-3), 匠 (J-PARC) といった 3 台の工学回折装置が整備されている。これらの回折装置は, 材料開発に係わる基礎研究をはじめ, 信頼性の高い製品開発に係わる産業応用などに利用されており, 中性子応力測定技術の有効性も徐々に認識され始めている。本稿を通して, 中性子回折法を利用した材料評価に興味をもたれた方におかれましては, ぜひ一度利用してみたいはかがだろうか。

〔文 献〕

- 1) A. J. Allen, M. T. Hutchings and C. G. Windsor: Adv. in Physics, **34** (1985) 445.
- 2) Y. Morii, H. Suzuki, J. Katsuyama, T. Tobita, "Study on residual stress measurement accuracy of thick welded structure using neutron diffraction method" 2008 report on JNES research project for enhancing the basis of nuclear safety (2009) Japan Nuclear Energy Safety Organization [in Japanese].

- 3) H. Suzuki, M. Kanematsu and K. Kusunoki: Powder Diffraction, **24** (2009) S68.
- 4) S. Ryufuku, T. Suzuki, H. Suzuki and Y. Tomota: Tetsu-to-Hagane, **94** (2008) 121 [in Japanese].
- 5) Y. Tomota, P. Lukas, D. Neov, S. Harjo and Y. R. Abe: Acta mater., **51** (2003) 805.
- 6) Y. Tomota, P. Lukas, S. Harjo, J-H. Park, N. Tsuchida and D. Neov: Acta mater., **51** (2003) 819.
- 7) S. Machiya, K. Osamura, H. Suzuki, T. Kato, N. Ayai, K. Hayashi and K. Sato: Supercond. Sci. Technol., **21** (2008) 054007.
- 8) K. Osamura, S. Machiya, H. Suzuki, S. Ochiai, H. Adachi, N. Ayai, K. Hayashi and K. Sato: Supercond. Sci. Technol., **21** (2008) 054010.
- 9) K. Osamura, S. Machiya, Y. Tsuchiya and H. Suzuki: Supercond. Sci. Technol., **23** (2010) 045020.
- 10) H. Oguro, S. Awaji, G. Nishijima, K. Takahashi, K. Watanabe, S. Machiya, H. Suzuki, Y. Tsuchiya and K. Osamura: Supercond. Sci. Technol., **23** (2010) 025034.
- 11) S. Harjo, K. Aizawa, T. Ito, H. Arima, J. Abe, A. Moriai, K. Sakasai, T. Nakamura, T. Nakatani, T. Iwahashi and T. Kamiyama: Materials Science Forum, **652** (2010) 99.
- 12) X.-L. Wang, T. M. Holden, A. D. Stoica, K. An, H. D. Skorpenske, A. B. Jones, G. Q. Rennich and E. B. Iverson: Materials Science Forum, **652** (2010) 105.
- 13) “Non-destructive testing –Standard test method for determining residual stresses by neutron diffraction”, ISO/TS 21432 (2005) International Organization for Standardization.
- 14) H. Suzuki and T. M. Holden: J. Strain Analysis, **41** (2006) 575.
- 15) C. Shiga, H. Y. Yasuda, K. Hiraoka and H. Suzuki: Welding in The World, **54** (2010) R71.
- 16) “Report on Trial Use of Neutron” (2009) Radiation Application Development Association [in Japanese].
- 17) C. Davies, R. Wimpory, A. Paradowska and K. Nikbin: Materials Science Forum, **652** (2010) 321.
- 18) S. Awaji G. Nishijima, K. Watanabe, H. Oguro, H. Suzuki, S. Machiya, Y. Tsuchiya and K. Osamura: Abstracts of CSJ Conference, **81** (2009) 146 [in Japanese].
- 19) Y Tsuchiya, H Suzuki, T Umeno, S Machiya and K Osamura: Meas. Sci. Technol., **21** (2010) 025904.
- 20) E. Oliver, B. Evans, M. Chowdhury, R. Major, O. Kirichek and Z. Bowden: Meas. Sci. Technol., **19** (2008) 034019.
- 21) K. Osamura, S. Harjo, T. Itoh, K. Aizawa, S. Awaji, G. Nishijima, H. Takahashi, H. Oguro, T. Hemmi, K. Matsui, Y. Tsuchiya, S. Machiya, H. Suzuki, M. Tomita and K. Suzuki, J. Cryo. Soc. Jpn, **45** (2010) 135 [in Japanese].