



HOKKAIDO UNIVERSITY

Title	中性子小角散乱装置 iANS の開発と金属材料ナノ組織解析への応用 [全文の要約]
Author(s)	石田, 倫教
Description	この博士論文全文の閲覧方法については、以下のサイトをご参照ください。 https://www.lib.hokudai.ac.jp/dissertations/copy-guides/
Degree Grantor	北海道大学
Degree Name	博士(工学)
Dissertation Number	甲第13209号
Issue Date	2018-03-22
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/69984
Type	doctoral thesis
File Information	Toshinori_ISHIDA_summary.pdf



概要

中性子小角散乱 (small-angle neutron scattering: SANS) 法はナノメートルオーダーの析出物のサイズ、形状、数密度などを、測定試料の薄膜化なしに測定出来る手法である。特に SANS 法は、中性子の高い透過力によって数 mm 厚の金属試料の測定が可能であるため、実用条件に近い試料体積かつ簡易な試料作製での微細構造解析が可能で、構造成・機能性金属材料の評価法として優れた手法である。しかしながら線源に原子炉か大型の加速器を必要とするため、実験可能な施設の数に限られる上に、装置自体も非常に巨大であり、コストが高い上に一つの施設あたりの設置数の制約もあるという欠点があり、実用材料に対する産業利用レベルでの適用は殆ど進んでいない。

現代の金属材料は製品レベルでも数 nm 程度のサイズの析出物を制御した構造を有しているが、この数 nm の組織解析を簡便に行う手法がまだ存在していない。SANS 法は、本来この目的に適した技術である。しかしながら、前述した測定機会の制約に加え、大型施設の SANS 装置は、ソフトマターを中心に汎用的な設計を施されているため、金属材料中の数 nm の構造解析に適した装置が少なかった。そこで、本研究ではこれらの問題を解決可能な新しい SANS 装置の開発を目的とした。

SANS 法の中でも、パルス化された中性子を用いる飛行時間型 (time-of-flight: TOF) SANS 法は、同時に広い幅の波長の中性子を用いた測定が可能であり、限られた検出器体系であっても一度に広い散乱ベクトルの測定が可能な手法である。その反面、TOF-SANS 法では、検出器の 2 次元的な位置情報に加え、飛行時間の情報が加わった 3 次元のデータとなる上、入射スペクトル・透過率・検出効率などの波長依存性を補正する必要があり、データ処理が複雑化し、大型加速器中性子源施設などの TOF-SANS 装置でも、データ処理が現在も完全ではない。

本研究では、TOF-SANS 法におけるデータ処理の未解決問題についての検討を行った上で、装置設計・データ処理コードにその知見を反映させた。さらに測定機会の向上を目的として、新概念の TOF-SANS 装置 iANS を開発した。iANS は金属材料の数 nm 程度の組織解析を対象とした目的特化を施すことで、小型化と高強度な測定を実現した。標準試料の測定や原子炉施設での比較実験によって iANS の測定の確度を確認し、小型加速器中性子源での確度の高い TOF-SANS 測定・データ処理を実現させた。開発した iANS で約二年間の間に 200 鋼種以上の金属材料の測定を行い、その中で装置改良、特に遮蔽改良による S/N 改善やデータ処理の改善を断続的に行い、高い測定確度と恒常的な測定を実現した。

第 1 章では、SANS 法の特徴について、一般論から TOF-SANS 法の現状についてまとめるとともに、金属材料のナノ構造解析に焦点を当て、他手法と比較しながら中性子小角散乱法の金属材料への適用についての現状をまとめた。

第 2 章では、TOF-SANS 法におけるデータ処理の諸問題に対する検討をまとめた。これまでのパルス中性子源施設 (日本の KENS から J-PARC、イギリスの ISIS、アメリカの IPNS

と LANSCE から SNS) に建設された TOF-SANS 装置で用いられてきた解析手法をまとめ、それに加え本研究の特徴である、透過型ビームストッパーを用いたデータ処理方法やバックグラウンド処理の特徴についてまとめた。また、これまで論文等での発表例が無かった TOF-SANS のデータ処理中での誤差伝搬の具体的方法についてまとめた。

第 3 章では、目的特化型 TOF-SANS 装置 iANS の開発について述べた。iANS は測定対象を数 nm の構造に特化することで、高強度の測定と小型化を実現した装置である。実験を行った北海道大学小型加速器中性子源 HUNS の特徴と、それに合わせた装置光学設計、特に S/N 改善に関わる遮蔽設計についてまとめた。第 2 章で新しく開発したデータ処理法を導入した標準試料の Glassy Carbon の測定・解析結果によって、そのデータ処理の確度を確認した。ベヘン酸銀の試料の測定でその測定装置の性能を評価した。また同一の試料(高窒素マルテンサイトステンレス鋼)について韓国の HANARO 原子炉の 18M-SANS と比較測定を行なった結果についてまとめた。

第 4 章では、開発した iANS と本研究で開発したデータ処理コードを活用することで、HUNS での SANS 測定に成功した各種金属材料のナノ構造解析の結果について、約 200 種の合金の測定結果の中から典型的なものについて抜粋して紹介した。この中でも高窒素マルテンサイトステンレス鋼とアルミ合金については、X 線小角散乱の測定と併用し、その析出物の化学組成についての検討を実施した。

第 5 章では、まとめと将来展望について述べた。