#### 研究成果報告書 科学研究費助成事業

ふい 



くさ	4	4	οд	23	口巩住
性サーマ	ル・	トモ	グラフ	ィの実	現
ing with	the	ermal	diffu	se	
	 生サーマ ing with	<u>マヤロ 4</u> 生サーマル・ ing with the	マイローイ 4 年 生サーマル・トモ ing with thermal	マヤロ 4 4 0 月 性サーマル・トモグラフ ing with thermal diffus	マヤロ 4 4 で 月 2 3

交付決定額(研究期間全体):(直接経費) 3.300.000円

研究成果の概要(和文):波長分解型中性子イメージングは中性子透過率あるいは全断面積の波長依存性を解析 することにより、物質の結晶構造といった微視的な構造情報を実空間でイメージングする手法である。本研究で は、これまでの干渉性弾性散乱ではなく、熱散漫散乱(非弾性散乱)を解析することにより、物質の微視的なダ イナミクス情報を温度に換算することで、中性子ビームを用いた物体内部の温度の実空間分布を非破壊・非接触 で可視化する新しい技術を開発した。このために、新しい全断面積モデル関数の開発やモデル関数フィッティン グ法の開発などを行った。その結果、鉄鋼材料のバルク温度を10 K以下の正確度でイメージングすることに成功 した。

研究成果の学術的意義や社会的意義 これまでの温度測定は熱電対などの接触型、赤外線サーモグラフィなどの表面型の測定であったが、本手法は非 接触型かつ物体内部の温度の測定が可能なものとなっている。これは中性子の高い物質透過能力のためである。 これまでにも中性子共鳴吸収分光法やプラッグエッジ法によるバルク温度イメージングが開発されてきたが、本 手法の特徴は以下の3点である。1点目は測定対象物質の多さである。2点目は低い中性子エネルギー分解能のた め測定時間が比較的短い点である(北海道大学小型電子線形加速器駆動パルス中性子ズ、「HUSA」で2時間でイメ - ジングが可能)。3点目は従来の中性子温度解析法と比べ同等以上の正確度・精度を持つ点である。

研究成果の概要(英文):Wavelength-resolved neutron transmission imaging is a real-space imaging method for microscopic structure information such as crystal structure by analyzing a wavelength-dependent profile of neutron transmission or neutron total cross-section. In this study, we developed a new measurement technique visualizing temperature inside a material non-invasively from microscopic dynamics information by analyzing thermal diffuse (inelastic) scattering. For this aim, we developed a new total cross-section model function and a new profile fitting method of the model function. As a result, we successfully carried out bulk temperature imaging in a steel with an accuracy better than 10 K.

研究分野:中性子応用工学

キーワード: 中性子 イメージング 非弾性散乱 熱散漫散乱 温度 バルク 非破壊 非接触

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等に ついては、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属します。

様 式 C-19、F-19-1、Z-19(共通)

#### 1. 研究開始当初の背景

各種製品の小型化が進む近年において、熱対策の重要性は向上している。製品の実装状態で内 部温度が解析できれば、熱対策に役立ち、機器やシステムの特性や寿命、安全性の改善に資する と考えられる。しかし、赤外線サーモグラフィや熱電対といった既存の温度測定技術では、物体 内部の非接触温度測定は困難である。そこで、物体内部の温度を非破壊・非接触的に可視化する 中性子サーモグラフィが世界中で検討されている。中性子サーモグラフィは、波長分析型中性子 透過イメージング技術の応用として、共鳴吸収法やブラッグエッジ法で検討されてきた。しかし、 測定対象が前者は重元素物質に、後者は結晶物質に限られ、また温度解析の精度や測定効率にも 課題があった。

そこで本研究では、中性子サーモグラフィの新しいアプローチとして、冷中性子全断面積の長 波長領域の原子ダイナミクス(非弾性散乱)に起因する温度依存変化が顕著であることに着目し た(図 1)。そして、温度依存の全断面積解析コードとして、ブラッグエッジ用結晶組織構造解 析コード RITS の応用を検討した。これにより、物体内部の温度情報のイメージングを様々な物 質に関して高効率に行う新しい測定技術の開発を目指した。



図1:温度依存の冷中性子全断面積。

2. 研究の目的

この新しい中性子サーモグラフィを開発するため、まず RITS の温度解析への適用性の検証を 行った。技術的課題がある場合、それを克服し、最終的に温度測定を実現することを行った。ま た、本手法による中性子サーモグラフィの実証のため、物体内バルク温度イメージング実験を行 い、正確度と精度を評価した。

研究の方法

温度依存の中性子全断面積測定実験は英国ラザフォード・アップルトン研究所 ISIS 施設のエネルギー分析型中性子イメージング装置「IMAT」において行った。測定試料は a-Fe の粉末で、 温度範囲は 293 K から 1143 K とした。また、温度イメージング実験は北海道大学大学院工学研 究院の電子線形加速器駆動パルス中性子源施設「HUNS」で行った。図 2 に HUNS 実験の様子 を示す。測定試料は真空チャンバー内にある a-Fe の板で、10 mm 厚さのバルク温度を測定する ことを目指した。温度イメージングは 294 K、371 K、465 K の 3 点で試みた。また、測定時間 は 2 時間で、エネルギー分解型中性子イメージング実験としては比較的短い測定時間である。 これにより、高い測定効率を有していることを実証した。



図2: HUNS における温度イメージング実験の様子。

4. 研究成果

図3左に高温(1143 K)における中性子全断面積実験データに対する RITS によるフィッティング解析結果を示す。ブラッグエッジ前後で差異が生じていることがわかる。これは干渉性弾性散乱断面積ならびに非弾性散乱断面積について、RITSで用いているモデル関数が、実験結果を再現しないために生じた差異である。そこで、RITS モデル関数の再検証を行った。

まず、干渉性弾性散乱断面積のみを抽出し、実験値と計算値をプロットしたものを図 4 左に 示す。干渉性弾性散乱断面積の室温の値に対する比である。ここから、Debye-Waller 因子の波 長依存性が無いというモデル関数は正しいことがわかった。一方、温度上昇に伴う Debye-Waller 因子の減少率は実験値の方が大きいことがわかった。これは干渉性弾性散乱断面積に含まれる 原子変位パラメーター*B*<sub>iso</sub>が理論予測(温度に比例)よりも大きな変化を示していることを表し ている。これは本手法が予測よりも温度に対してさらに敏感であるということも表している。本 実験データから真の *B*<sub>iso</sub>を導出し、計算値との比を求めた(図 4 右)。

同様に、非弾性散乱断面積についても解析した。こちらも温度の増加に伴って、断面積の増加 が大きいことがわかった。非弾性散乱断面積には2種の原子変位パラメーター $B_{iso}$ と $\phi_1\phi_3$ が含 まれている。 $B_{iso}$ は干渉性弾性散乱断面積から真の値が導出されているので、非弾性散乱断面積 から真の $\phi_1\phi_3$ の導出を試みた。その結果(計算値に対する実験値の比の温度依存性)が図4右 である。興味深いことに、 $B_{iso}$ も $\phi_1\phi_3$ も同様の傾向を示した。

図4右のデータを用いて、RITSの干渉性弾性散乱断面積と非弾性散乱断面積について、補正 関数を開発した。その補正関数を導入した RITS で高温(1143 K)における中性子全断面積実 験データに対するフィッティング解析を行った結果が図3右である。フィッティングが大幅に 改善された。また、この時得られた温度は1159 K であり、実温度に近い温度が得られることを 確認した。



図3:高温におけるRITSフィッティング解析結果。(左)改良前、(右)改良後。



図 4: (左) 干渉性弾性散乱断面積の室温の値に対する比。(右) **B**<sub>so</sub> と  $\phi_1 \phi_3$  の計算値に対する 比の温度依存性。

図5に、本研究で開発した全断面積解析法により導出した真空チャンバー内 α-Fe 板試料のバルク温度イメージング結果を示す。3点の温度(294 K、371 K、465 K)について、HUNSにおいて2時間ずつ測定したデータを用いた。温度解析結果は、それぞれ304±27.3 K、370±23.9 K、458±20.1 K となり、10 K 以下の正確度で温度イメージングが達成された。さらに、高温側でデータのばらつきが小さくなる傾向が観測され、補正関数は特に高温領域において全断面積長波長域の温度依存変化を高感度に解析できることがわかった。また、測定時間の実績から、既存のブラッグエッジ法や共鳴吸収法と比較して、測定効率も高いことを実証した。

本研究では、非弾性散乱に起因する冷中性子全断面積の温度依存変化を利用した中性子サー モグラフィの開発を目的として、補正型全断面積モデル関数を用いた解析法の開発を行った。そ の結果、本手法を用いることにより、材料全体に渡るバルク温度の2次元イメージングを、10 K以下という誤差の小さい正確度で達成した。

なお、本研究に研究協力者として取り組んだ大学院生(三好茉奈氏)は、2度の学会発表賞を 受賞しており、本研究成果は極めて高い評価を受けていると言える。この場を借りてご本人の努 力にも謝意を表する。



図5:バルク温度イメージングの結果。

#### 5.主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計7件(うち招待講演 3件/うち国際学会 2件)

発表者名
三好茉奈,佐藤博隆, Ranggi S. Ramadhan, Winfried Kockelmann, Michael E. Fitzpatrick,加美山隆

2.発表標題

非弾性散乱に起因する冷中性子全断面積の温度変化を利用した中性子サーモメトリーの開発

3.学会等名日本中性子科学会第21回年会

4 . 発表年

2021年

1.発表者名

三好茉奈,佐藤博隆, Ranggi S. Ramadhan, Winfried Kockelmann, Michael E. Fitzpatrick, 加美山隆

2.発表標題

非弾性散乱に起因する冷中性子全断面積の温度依存変化を利用したバルクサーモグラフィの開発

3 . 学会等名

日本原子力学会北海道支部第39回研究発表会

4.発表年 2022年

1.発表者名 佐藤博隆,加美山隆

2.発表標題

北大における2020年度の波長分解型中性子イメージング研究

3 . 学会等名

令和2年度中性子イメージング専門研究会

4.発表年

2021年

1.発表者名

三好茉奈, 佐藤博隆, R. S. Ramadhan, W. Kockelmann, M. E. Fitzpatrick, S. C. Vogel, 加美山隆

2.発表標題

非弾性散乱に起因する冷中性子透過率スペクトルの温度変化に関する研究

3.学会等名 日本原子力学会北海道支部第38回研究発表会

4.発表年

2021年

#### 1.発表者名

H. Sato and T. Kamiyama

### 2.発表標題

Pulsed neutron Bragg-edge transmission imaging and its applications using Hokkaido University Neutron Source, HUNS

## 3 . 学会等名

3rd Asia-Oceania Conference on Neutron Scattering (AOCNS2019)(招待講演)(国際学会)

#### 4.発表年 2019年

20194

1. 発表者名 H. Sato

### 2.発表標題

Bragg-edge neutron transmission imaging and its activities at a compact pulsed-neutron beam facility

#### 3 . 学会等名

15th International Symposium on Characterization of Metals and Nanostructured Materials by Neutron and X-ray Synchrotron Scattering (NeXS2019)(招待講演)(国際学会) 4.発表年

2019年

1.発表者名 佐藤博隆

2.発表標題

北海道大学における産学連携に向けた中性子ビーム利用技術の開発と応用

3.学会等名

応用物理学会第80回秋季学術講演会(招待講演)

4.発表年 2019年

# 〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

6.研究組織

	氏名 所属研究機関・部局・職   (ローマ字氏名) (機関番号)		備考		
研究協力者	三好 茉奈 (Miyoshi Mana)	北海道大学・大学院工学院・修士課程大学院生 (10101)			

## 6.研究組織(つづき)

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
	加美山隆	北海道大学・大学院工学研究院・教授	
研究協力者	(Kamiyama Takashi)		
	(50233961)	(10101)	

### 7.科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

### 8.本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関				
英国	Rutherford Appleton Laboratory	Coventry University			