

[H27-08]

高性能中性子集束ミラーによる小型集束型小角散乱装置の性能向上と 金属材料のナノ構造評価

Upgrading of the Mini-Focusing Small-Angle Neutron Scattering instrument, mfSANS, by using a high-performance neutron focusing-mirror and characterization of nanoscopic structure in metal

古坂道弘^{#A)}, 佐藤博隆^{A)}, 武田晋^{A)}, 石田倫教^{A)}, 大沼正人^{A)}, 間宮広明^{B)}, 大村孝仁^{B)},
熊田高之^{C)}, 山口大輔^{C)}, 杉山正明^{D)}, 大場洋次郎^{D)}, 柴山充弘^{E)}

Michihiro Furusaka^{#A)}, Hirotaka Sato^{A)}, Shin Takeda^{A)}, Toshinori Ishida^{A)}, Masato Ohnuma^{A)}, Hiroaki Mamiya^{B)}, Takahito Ohmura^{B)}, Takayuki Kumada^{C)}, Daisuke Yamaguchi^{C)}, Masaaki Sugiyama^{D)},
Yojiro Oba^{D)}, Mitsuhiro Shibayama^{E)}

^{A)} Hokkaido University

^{B)} National Institute for Materials Science

^{C)} Japan Atomic Energy Agency

^{D)} Kyoto University

^{E)} Tokyo University

Abstract

The goal of this project is to improve the “Mini-Focusing Small-Angle neutron scattering instrument (mfSANS)”, installed at the JRR-3 research reactor of Japan Atomic Energy Agency (JAEA) and characterize nanoscopic structures in steel and other metal samples. Unfortunately, the instrument has not operated since the great east Japan earthquake.

By using an ellipsoidal neutron focusing mirror as a focusing device for SANS instrument, it is possible to reduce the size of the instrument to roughly 1/10 of that of a conventional pin-hole SANS instrument covering almost the same momentum transfer (Q) range. For the original mfSANS instrument, borosilicate-glass was used for the focusing mirror substrate. Although the instrument could cover the Q -range of about 0.05 nm^{-1} up to 4 nm^{-1} , because of remained imperfections of the mirror, the performance was not really satisfactory. We decided to improve the focusing mirror using metal for substrate, plated with NiP, followed by ultra-precision cut and polished and finally supermirror deposited on it. The fabrication method has been developed at RIKEN and neutron characterization experiments have been performed at Hokkaido University Neutron Source (HUNS) and Two beamlines (BL16 and BL06) at MLF of J-PARC. It was proved to be very satisfactory and obtained about 1-1.3 mm FWHM focusing spot. The instrument itself is under re-startup.

Keyword: neutron focusing mirror, focusing SANS, JRR-3, nanostructure

1. はじめに

1.1 このプロジェクトの概要

このプロジェクトは日本原子力研究開発機構原子力科学研究所の JRR-3 研究用原子炉に設置された小型集束型小角散乱装置(mfSANS)の性能を向上させ、金属材料のナノ構造評価に活用できることを目指したものである。mfSANS は回転楕円型の中性子集束ミラーを用いることで、従来 20 ないし 30m の全長が必要であった大型の小角散乱装置と同程度の運動量変化 Q 領域の測定を、全長 2.5m と非常に小さな装置で測定可能にするものである。残念ながら平成 27 年度においても JRR-3 は休止状態が続いていたため、中性子散乱の測定を行うことは出来なかった。平成 26 年度は JRR-3 再開に備え、mfSANS の検出器、モノクロメータ、コリメータなどの動作チェックも行なった。また、この装置の心臓部である中性子集束用の回転楕円体ミラーに関しては理研のグループ

が主体となって開発中であるが、一部完成し中性子を用いての集束実験を行い、非常に高性能のものが一部完成している。

2. mfSANS とは

2.1 当初の mfSANS の構成

mfSANS は、C3-1 に設置された中性子干渉計である ULS 実験装置のモノクロメータハウジングを ULS と共用し、その下流側に新たなモノクロメータを設置し、上方斜め 45 度方向に設置された装置である。図 1 に示すように、この装置は全長が 2.5m 程度と中性子小角散乱装置としては非常にコンパクトであり、通常は装置が置けないような空間にも設置することが可能な装置となっている。

そのための回転楕円体ミラーは長径 1.25m、短径 20mm の回転楕円体の一部が中性子ミラー面となったものを使用している。回転楕円体の曲面の内、中央付近の長さ 900mm、幅約 18mm 分、つまり約 1/6

[H27-08]

相当、の曲面がミラー表面となっている。実際には長さ 300mm、幅 18mm の硼珪酸ガラス基板を 3 枚組み合わせて 900mm の長さになっている。入射波長 0.58 nm の単色中性子を集束可能にするため、表面には Ni 臨界角の 2.5 倍の臨界角を持つ、2.5 Qc のスーパーミラーを製膜してある。その集束ミラーを図 2 に示した。

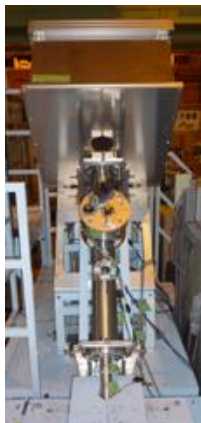


図 1 小型集束型中性子小角散乱装置 (mfSANS) の写真。下に見えているのが C3-1 モノクロメータ遮蔽。中央に集束ミラーが入っている真空パイプ、その直後に資料位置、上部に検出器支持のための容器がある。

このミラーを使用することで、ほぼ目標とする Q 領域の小角散乱を得ることは出来たが、ミラーの表面粗さが当初の計画より粗いところで加工を中止せざるを得なかったため、表面粗さはかなり粗いままスーパーミラーの製膜をせざるを得なかった。また、硼珪酸ガラスの硬度が高すぎ、ガラスを加工する際に小さなクラックが入るとともに、最終的には中央のガラスが 2 つに割れてしまった。これは、ガラスを加工するための研削に要する時間が数ヶ月と非常に長く、その間加工機を安定に作動させることが困難であること、研磨の手法が確立していなかったことなどの理由によるものであった。

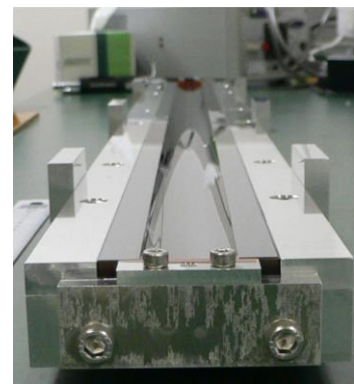


図 2 最初に製作した硼珪酸ガラス基板の回転楕円形中性子集束ミラー。

3. 新しい回転楕円形集束ミラー

3.1 金属基板回転楕円形集束ミラーの製作

このため、グループのメンバーが所属する理化学研究所において、アルミニウムなどの金属基板をベースとし、高精度の 3 次元曲面をもった中性子反射ミラーを製作する技術を確立し、mfSANS 用の高性能の中性子集束ミラーの製作をすることとした。これは金属基板を大まかな回転楕円体面に粗加工した後、100 μm 厚さの NiP をメッキし、その面を超精密加工し、さらに機械研磨することで、より短時間で表面粗さが 0.3 nm を切るような曲面ミラーを製作するものである。図 3 が超精密加工直後の集束ミラーの写真である。

[H27-08]

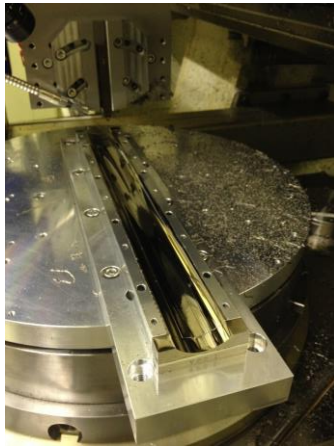


図 3. 超精密切削加工直後の集束ミラー。

さらに曲面へのスーパーミラー製膜についても、表面粗さがほとんど劣化しないので製膜が可能であることを京大原子炉において確認している。この技術を用いて、実際に使用するミラーの中央の部分に相当する部分の製作を行った。

3.2 中性子による集束ミラーの性能評価

北海道大学工学部の 45MeV 電子ライナック中性子線源、大強度陽子加速器施設 J-PARC、物質生命科学研究施設 MLF の中性子反射率計であるソフト界面解析装置 SOFIA (BL16)、中性子スピネコー分光器群 VIN ROSE (BL06) を用いて中性子による性能評価を行い、期待通りの性能が得られていることを確認している。

この内、J-PARC の BL06 での集束ビームのプロファイルを図 4 に示した。水平方向の射影プロファイルとして半値幅 1.1mm 程度、垂直方向は若干悪いがそれでも 1.3 mm 程度が得られ、mfSANS として全く問題ないビーム集束が得られている。

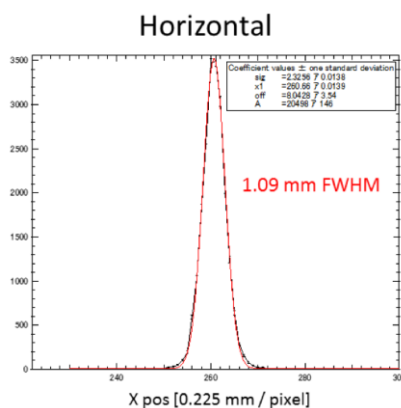


図5-29. 集束ビームの水平方向の投影プロファイル。

4. JRR-3 における mfSANS の再立ち上げ

作業

4.1 mfSANS 検出器、データ収集エレクトロニクス確認

東日本大震災により mfSANS はアライメントが大きくずれ、なおかつ長期間電源を入れていなかったためその再チェックを行なった。

制御用の PC に関しては WINDOWS XP が稼働するものとなっていて、セキュリティ上 network に接続して利用することができない状況になっていることが判明している。しかし、モノクロメータ、コリメータの制御にはインターフェースボードが利用されており、OS の更新後にこれらが利用できるかどうか不明という状況が有り、今後の検証作業が必要である。

また、小角側検出器に関しては ZnS(Ag) シンチレータを浜松フォトニクス社製の有効径 5inch 直径の抵抗分割型光電子増倍管に取り付けた 2 次元検出器 (RPMT) を、また、広角側には直径 1/2 inch、有効長 607 mm の抵抗分割型 He-3 ガス中性子検出器 (LPSD) を用いている。前者は空間分解能 256 ch × 256 ch で、後者も 256 ch の位置分解能で用いている。これらの検出器の動作チェックを行ったところ、RPMT は問題なく動作したものの、LPSD に関しては正常に動作しているかどうか確認ができない状況であった。このため、これらを持ち出し、外部で動作確認をすることとした。

4.2 モノクロメータ、コリメータ駆動装置の動作確認

さらにモノクロメータ、コリメータなどの動作チェックも行なった。こちらの方は問題なく動作することが確認されたが、震災でほとんどのボルト類が緩んだ他、リミットスイッチが破損するなどの問題が起きていることが再確認された。今後、これらを修理する予定である。

4.3 今後の作業見積

mfSANS を震災以前と同様に動作させるためにはこれら以外に、多層湾曲化 Si 中性子単色化装置を再度調整し、更にビームの無い状態での全体の装置アライメントの取り直し、ビームを出しながらのアライメント、モノクロメータ、コリメータの調整などの作業が必要であることが再確認された。

一日も早い JRR-3 の再稼働を望むものである。

参考文献

- [1] S. Takeda *et al.*, "Development of a large plano-elliptical neutron- focusing supermirror with metallic substrates." OPTICS EXPRESS **24** (2016) 12478-12488
- [2] S. Morita *et al.*, "Profile measurement of a bent neutron mirror using an ultrahigh precision non-contact measurement system with an auto focus laser probe." Measurement Science and Technology **27** (2016) 074009.
- [3] J. Guo, *et al.*, "Figure correction of a metallic ellipsoidal neutron focusing mirror." Review of Scientific Instruments **86** (2015) 063108.

[H27-08]

- [4] S. Morita, et al, "Manufacturing process evolution method of neutron ellipsoidal mirror simulation using measured point-set." Advanced Materials Research **1017** (2014) 6.