

超高温-XAFS/XRD 同時測定システムの開発

物質・材料

SATテクノロジー・ショーケース2018

■ はじめに

航空機用ガスタービンエンジンのブレードなどの材料は極めて高い耐熱性能が必要であるが、エネルギー効率のさらなる向上のため、より高い温度での作動が求められている。超高温で使用される構造材料の特性評価には、高温誘起の構造および化学状態の変化を正確に測定する技術が欠かせない。熱履歴の問題を考えると温度で誘起された変化を維持した状態での測定が必要になることから、超高温でのin situ測定技術が求められる。また、材料の特性評価において、複数の測定手法から得られるデータを相補的に利用することで解析の幅が広がる。たとえば、X線吸収微細構造測定(X-ray Absorption Fine Structure, XAFS)によって得られる化学状態や短周期的な原子の配位構造に関する情報と、回折測定によって得られる長周期構造に関する情報の組み合わせが考えられる。一方、反応は必ずしも均一に生じるものではなく、不均一な反応の起点を評価するためには、試料の同じ箇所を評価する必要がある。

これらを踏まえて、我々は、(1) 超高温で、(2) 試料の同視野(同位置)を、(3) 複数の手法で測定するための技術開発を進めている。これまでに、超高温での分光測定について要素技術を検証するためにプロトタイプ炉を製作して、装置の技術開発及び高温におけるXAFS測定技術の蓄積を進めてきた[1]。今回、それらの結果を基にX線分光/回折測定用のセルを製作し、超高温環境下で耐熱構造材料の同視野XAFS/XRD測定を可能にしたので報告する。

■ 活動内容

XAFS/XRD同時測定用セルは、昇温方式として試料の熱伝導率などの特性を受けにくい集光型赤外線炉をベースに開発した。航空機エンジンの将来的な動作温度を想定して、常用1500 °Cでの測定を開発目標にした。図1に、開発中の超高温-XAFS/XRD用セルの写真を示す。In situ-加熱測定試験には、ガスタービンの熱遮蔽コーティング材である $\text{Yb}_2\text{Si}_2\text{O}_7$ の焼結体を試料に用いた。測定はセミアイクロビーム(約20 μm)が利用出来るKEK PF BL-15A1にて、Yb L3吸収端(8944 eV)近傍のXAFS測定および回折測定を行なった。セルの温度安定性は、1500 °Cにおいて ± 3.9 °C(30 min保持)であり、超高温でのスペクトル測定に十分な昇温性能を有する。図2に、室温から1500 °Cまで温度を変えて測定した回折像を示す。

また、温度を変えて測定したXAFS振動の結果からは、振動の周期を維持したまま、昇温に伴うデバイワラー因子の増大による振動強度の減少のみが観察されていることから、Yb周辺の短周期構造が変化しないことを示唆する結果が得られた。以上より、超高温で同じ試料位置のXAFS/XRDを測定出来ることを示した。

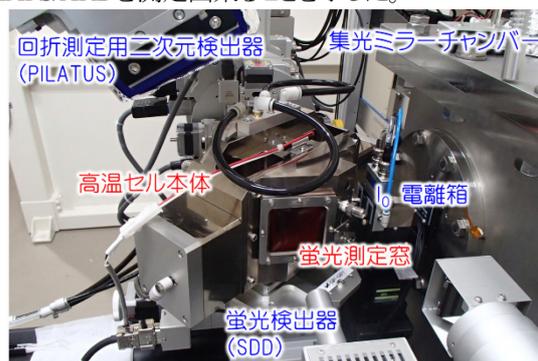


図1 超高温-XAFS/XRD同時測定システムの実験配置。

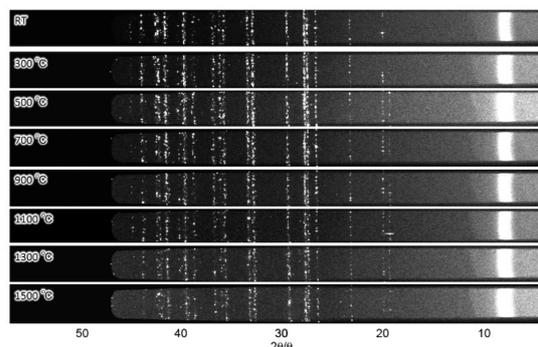


図2 高温(R.T. ~ 1500 °C)で測定した $\text{Yb}_2\text{Si}_2\text{O}_7$ 焼結体の回折像。測定波長 $\lambda = 0.154$ nm。

■ 関連情報等

出願中特許: 「X線解析用セル、及びX線解析装置」
参考文献: [1] K. Kimijima, Y. Takeichi, Y. Niwa, K. Takahashi, and M. Kimura, 2nd SIP-IMASM, (2016) 57.

謝辞: 本研究の一部は内閣府の総合科学技術・イノベーション会議の戦略的イノベーション創造プログラム(SIP)「革新的構造材料」(ユニット D66)(管理法人:JST)の支援により実施した。

代表発表者 君島 堅一(きみじま けんいち)

所 属 高エネルギー加速器研究機構
物質構造科学研究所

問合せ先 〒305-0801 つくば市大穂 1-1

TEL: 029-864-5200(ex. 2547) FAX: 029-864-2801
kimiken@post.kek.jp

■キーワード: (1) X線吸収分光(XAFS)
(2) 超高温 in situ 測定
(3) XAFS/XRD 同時測定
(4) 構造材料

■ 共同研究者:

木村正雄、武市泰男、丹羽尉博
高エネルギー加速器研究機構 物質構造科学研究所