

平成22年 4月 6日現在

研究種目：基盤研究(B)
 研究期間：2007 ～ 2009
 課題番号：19360049
 研究課題名（和文） X線エネルギー分散法による応力・変形損傷のその場評価システムの開発
 研究課題名（英文） Development of in-situ evaluation system of stress and deformation damage by X-ray energy dispersive method
 研究代表者
 秋庭 義明（ AKINIWA YOSHIAKI ）
 国立大学法人横浜国立大学・大学院工学研究院・教授
 研究者番号：00212431

研究成果の概要（和文）：部材の応力および変形損傷を、実験室 X 線のエネルギー分散法によって評価するためのシステムを構築した。Mo の回転アノードを用いて加速電圧を 60kV とすることによって、60keV までの白色 X 線を得ることができた。また Ge 半導体検出器を用いて、短時間に複数の回折プロファイルを得ることができた。これらを個々に解析することによって、回折面依存性の観点から材料特性評価が可能となった。

研究成果の概要（英文）：The system to evaluate the stress and the deformation damage of the material by the energy dispersive method of laboratory white X-rays was constructed. White X-rays up to 60keV were able to be obtained by setting the acceleration voltage to be 60kV by using the Mo rotary anode. Plural diffraction profiles could be obtained with Ge solid state detector in a short time. Materials characteristic could be evaluated from the viewpoint of the dependence on diffraction plane by analyzing these profiles individually.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2007 年度	12,700,000	3,810,000	16,510,000
2008 年度	1,300,000	390,000	1,690,000
2009 年度	1,700,000	510,000	2,210,000
年度			
年度			
総計	15,700,000	4,710,000	20,410,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学・機械材料・材料力学

キーワード：材料設計・プロセス・物性・評価

1. 研究開始当初の背景

近年、各種プラントをはじめ大型設備における経年劣化が進行し、静的変形や繰返し変形が作用する部位においては、変形損傷に対する残存強度および寿命評価、さらには延命

対策などの維持管理技術の確立が重要課題となっている。また、高強度かつ高機能な新材料の開発に際しては、変形および破壊を支配する因子を抽出することから、それらを向上させるための材料微視構造の最適化の観

点からの開発手法の確立が求められている。

材料の力学的変形挙動は、機械的な試験によって評価可能であるものの、変形損傷を予め予測することは困難である。これに対して、結晶からの回折現象を利用した場合、部材中の各構成相の応力や結晶内部の微視的ひずみ、および転位密度等に関する情報が得られる利点がある。電子線を利用した場合、極めて局所的な領域の挙動を捕らえることが可能であるものの、負荷状態でのその場観察が困難であるとともに、マクロな特性を得ることができない問題がある。これに対して、X線は比較的広領域の平均的な情報が得られるとともに、その場観察も比較的容易である。従来のX線法では、CuやCr等のターゲットより得られる特性X線を用いて、特定の回折面に注目して観察が行われている。多結晶材料において、加工等によって塑性変形が生じた部材を対象とする場合、結晶の変形異方性のために回折法より得られる情報には回折面依存性が現れることが知られている。これは粒間ひずみ(Intergranular strain)に起因するものであり、残留応力評価にも大きく影響する。巨視的な変形挙動との対応を得るためには、複数の回折面に対する情報をもとに平均化することが必要となるものの、特性X線を用いた場合(角度分散型測定)には、回折角度範囲が限定されるとともに、角度によってひずみに関する感度が異なるため、得られる情報に限界がある。

一方、エネルギー分散型の場合には、白色X線を用いることによって、回折角度を固定して複数の回折面の情報を同時に取得することが可能であるため、回折による平均的な挙動を巨視的な変形挙動と関連させることが容易で、変形挙動の解析に極めて有用な情報を得ることができる。これまで、実験室X線における白色X線を利用した応力解析に関する研究は国内外ともに数少なく、近年ようやく放射光を利用した検討が試みられている段階である。しかしながら、放射光法では利用機会が限られるため、実用化の観点からは問題がある。また、放射光法においても個々の回折面に注目した応力解析が主流であり、複数の回折面データを統合した応力解析の報告例は少ない。特に、変形および損傷との関連から検討した例はない。

2. 研究の目的

(1) 応力測定高エネルギー白色X線回折装置を開発する。ターゲットにはタングステンを用い、検出には高分解能半導体検出器を採用する。
(2) 第二に複数回折面からの情報をもとに平均的(巨視的)なひずみおよび応力の導出法を開発する。反射法および透過法を利用した複数の方向のひずみ、および複数の回折面からのひずみ情報を統合する。

(3) 本手法をき裂材等に適用しシステムの実用性および汎用性を高めることを目的とする。

3. 研究の方法

(1) 白色X線回折装置を開発する。ターゲットにはMoを用い、回転アノードによる高強度化をはかる。これによって、60 keV程度までの高エネルギー白色X線の発生を目指す。回折X線は半導体検出器(SDD)を用いて、150 eV以下のエネルギー分解能を達成する。X線発生装置側および検出器側にはソーラスリットおよびダブルスリットを装着し、角度分解能を向上させるとともに、測定領域を制限する。

(2) 回折法により得られた格子ひずみから応力を算出するためには、回折弾性定数を決定する必要がある。そのため、変形(負荷)過程の応力測定および変形損傷検出が可能な負荷装置を新規に試作開発する。負荷容量は300 kgfまでとし、開発する回折装置および放射光施設SPring-8におけるビームラインBL22XUのゴニオメータステージ上に装着するために重量は1 kgf以下とする。このとき、薄板に対しては、反射法および透過法いずれの方法でも測定が可能となるような光学系が確保できるフレーム形状を設計する。

(3) オーステナイト系ステンレス鋼SUS304に、弾性域から塑性域まで種々のひずみを負荷した状態で、白色X線を用いて回折データを収集し、塑性変形進行に伴うX線パラメータ変化を明らかにする。このとき、弾性範囲内においては、ひずみゲージを貼付し、ひずみゲージ出力とX線測定ひずみとの対応をとる。また、塑性変形領域に対しては、機械的な伸び計を装着し、変位量からひずみを算出する。変形損傷の評価には、回折線幅の変化に着目して、複数の回折プロファイルに対して、変化傾向を明らかにする。このとき、プロファイル解析においては、擬フオークト関数を用いて、高精度なフィッティングを行う。これにより、損傷評価の可能性が明らかになり、実用化に向けての汎用性を高める。

(4) 脆性き裂の進展抵抗が極めて大きな材料として知られているSUF鋼を対象としてき裂検出の可能性を検討する。対象材料は結晶粒径が $2\mu\text{m}$ 以下に調整されたものであり、微小部の応力測定に適すると考えられる。そこで、板厚が2mm程度の超細粒鋼に、片側疲労き裂を導入して、疲労き裂伝ば挙動を明らかにするとともに、白色放射光による、微小部のひずみマッピング測定を行うことによって、き裂の危険性評価を検討する。

(5) 白色X線は、高エネルギー成分を含んでおり、部材内部の情報が得られることを利用し、部材内部まで進展したき裂をイメージングによって同定するとともに、試料をセット

したままで、き裂近傍のひずみ測定を実施し、イメージングとひずみ測定を有機的に結合することによって、本手法の適用分野を拡大する。

4. 研究成果

(1) Ge 半導体検出器ならびに、Mo の回転アノードをターゲットに採用して、白色X線を利用したX線回折装置を開発した。管出力として200mA、60kVの負荷が可能である。これによって55keV程度までの高エネルギーX線の発生を可能とした。Fe55の半値幅で160eV以下のエネルギー分解能が達成できることを示した。光学系は、散乱側にソーラスリットを設置し、受光側にはソーラスリットもしくは同じ発散角のダブルスリットを設置可能とした。受光側にダブルスリットを設置する場合の方が、ソーラスリットの場合よりもエネルギー分解能がよいが、回折強度が弱くなるため、多く場合は、ソーラスリットの方が測定精度がよいことを示した。

(2) 回折法により得られた格子ひずみから応力を算出するためには、回折弾性定数を決定する必要がある。そのため、変形（負荷）過程の応力測定および変形損傷検出が可能な負荷装置を新規に試作開発した。負荷にはDCモータを用いて、2000Nまでの一軸負荷が可能な引張装置を開発した。ロードセルによる荷重検出、伸び計による試料の変位測定が可能であり、負荷荷重は、測定中に常に一定値となるようにフィードバック機構を取り入れた。

(3) 材料中に負荷されるひずみは、無ひずみ状態の回折エネルギーと変形後の回折エネルギーの差から求められるが、エネルギーの算出には高精度な回折エネルギーの決定が要求されるため困難な場合が多い。本研究では、試料を面内で回転させることによって、一軸負荷された状態での格子ひずみと負荷応力の関係を用いることによって回帰法によって高精度に一軸応力を導出する方法を開発した。

(4) 60keV までの高エネルギー白色X線を用いて、SUS304の薄板の一軸引張負荷下における応力測定を実施した。回折角を25度程度にすることによって、111面から622面までの複数の回折情報が得られた。弾性域から塑性域までの格子ひずみ変化を明確に捉えるとともに、半価幅変化および回折強度変化を抽出することができ、回折面依存性を考慮することによって材料の変形特性を評価する手法として有効であることを示した。塑性変形過程においては、回折面によって伸びとともに強度が減少する回折面と増加する回折面があることを示した。このことは、変形にともなう結晶の回転が生じていることを示唆しており、変形解析に有効な情報が得られ

ることがわかった。また、回折線幅の変化についても同様に回折面依存性が存在することが示された。

(5) SUF 鋼の片側切り欠き材に、4点曲げによって疲労き裂を導入し、き裂先端近傍のひずみ分布を、白色放射光を用いて負荷状態でひずみのその場観察を行った。複数の回折面情報をもとにして、それぞれの回折面に対する2次元ひずみ分布および回折線幅分布を捉えることによって、種々の回折面からのプロファイルを解析し、測定に最適な回折面を明らかにした。また、き裂材の三次元弾塑性有限要素解析を実施し、測定結果と比較検討した。測定されたひずみ分布は、解析によって得られた結果とよく一致しており、白色放射光の有効性が示された。

(6) 白色および単色の高エネルギー放射光を用いて、丸棒に発生した表面き裂近傍に注目して、CTイメージング法によって、き裂の可視化を実施した。ついで、ひずみスキニング法によってき裂近傍のひずみ測定を行った。このとき、試料はゴニオメータに固定したままで、イメージングによって得られたき裂形状に対応したひずみ分布を評価した。本手法によってき裂近傍のひずみマッピングも可能であり、応力分布の評価が可能であることを示した。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計18件)

①R. Yokoyama, J. Harada and Y. Akiniwa, Re-evaluation of formulae for X-ray stress analysis in polycrystalline specimens with fibre texture: experimental confirmation, J. Appl. Cryst., 査読有, Vol.42(2009)pp.776-782

②柴野純一, 桐山幸治, 梶原堅太郎, 菫蒲敬久, 鈴木賢治, 放射光白色X線による丸棒鋼内部き裂先端近傍のCTとひずみマッピング, 材料, 査読有, Vol.58(2009)pp.596-602

③菫蒲敬久, 田中啓介, 橋本篤, 成田純一, 高エネルギー放射光単色X線を用いた鉄鋼丸棒の内部疲労き裂のCTとひずみ分布のハイブリッド測定, 材料, 査読有, Vol.58(2009)pp.588-595

④秋庭義明, 渡邊拓也, 木村英彦, 維配向したTiN硬質薄膜における残留応力と強度評価, 材料, 査読有, Vol.58(2009)pp.581-587

⑤秋庭義明, 木村英彦, 坂上卓, 銅スパッタ薄膜内部の残留応力分布のX線測定, 材料, 査読有, Vol.58(2009)pp.575-580

⑥Y. Akiniwa, H. Kimura, and T. Sasaki, Effect of residual stresses on fatigue strength of severely surface deformed

steels by shot peening, Powder Diffraction, 査読有, Vol.24, S1(2009)pp.S37-S40

⑦柴野純一, 梶原堅太郎, 桐山幸治, 菫蒲敬久, 鈴木賢治, 放射光白色X線による内部き裂先端近傍のイメージングとひずみマッピングの検討, 材料, 査読有, Vol.57(2008) pp.667-673

⑧松本恵介, 菫蒲敬久, 秋庭義明, ステンレス鋼レーザ溶接部の負荷荷重下における高エネルギー放射光によるひずみ分布測定, 材料, 査読有, Vol.57(2008)pp.654-659

⑨秋庭義明, 小島由梨, 木村英彦, 侵入深さ一定法による表面強加工材の残留応力分布の予測, 材料, 査読有, Vol.57(2008) pp.660-666

⑩秋庭義明, 鈴木剛, 木村英彦, 単軸負荷下における銅薄膜の変形挙動のX線的评价, 日本機械学会論文集(A編), 査読有, Vol.74(2008) pp.356-362

[学会発表] (計 34 件)

①Y. Akiniwa, H. Kimura, J. Shibano, K. Kiriya, T. Shobu, Strain Measurement near Fatigue Crack in Ultrafine-Grained Steel by Polychromatic Synchrotron Radiation, Int. Conf. Mech. Stress Evaluation by Neutron and Synchrotron Rad., (Nov.10-12, 2009) 151, Mito

②K. Tanaka, T. Shobu, H. Kimachi, Hybrid Measurement of CT and Strain Distribution of Internal Crack using Synchrotron High-Energy Monochromatic X-Rays, Int. Conf. Mech. Stress Evaluation by Neutron and Synchrotron Rad., (Nov.10-12, 2009) 113, Mito

③K. Kiriya, T. Shobu, J. Shibano, T. Fujishiro, Strain Measurement of Aged Duplex Stainless Steel using SR White X-ray, Int. Conf. Mech. Stress Evaluation by Neutron and Synchrotron Rad., (Nov.10-12, 2009) 91, Mito

④秋庭義明, 平村太郎, 木村英彦, 巨陽, 白色X線によるオーステナイト系ステンレス鋼薄板の特性評価, 日本材料学会 第43回X線材料強度に関するシンポジウム (2008年6月10-11日) 149-154, 東京

⑤菫蒲敬久, 田中啓介, 高エネルギー放射光単色X線を用いた丸棒内部の疲労き裂のCT観察とひずみ分布の同時測定, 日本材料学会 第43回X線材料強度に関するシンポジウム (2008年6月10-11日) 120-125, 東京

⑥柴野純一, 桐山幸治, 梶原健太郎, 菫蒲敬久, 鈴木賢治, 放射光白色X線CTで検出した材料内部き裂先端近傍のひずみマッピング, 日本材料学会 第43回X線材料強度に関するシンポジウム (2008年6月10-11

日) 114-119, 東京

⑦桐山幸治, 柴野純一, 梶原健太郎, 菫蒲敬久, 放射光白色X線CTを用いた鉄鋼材料内部疲労き裂分布の詳細観察, 日本材料学会 第43回X線材料強度に関するシンポジウム (2008年6月10-11日) 109-113, 東京

⑧桐山幸治, 柴野純一, 梶原健太郎, 菫蒲敬久, 鈴木賢治, 放射光白色X線を用いた鉄鋼材料内部のき裂イメージングと応力マッピング, 日本材料学会, 第57期通常総会・学術講演会 (2008年5月24-25日), 299-300, 鹿児島

⑨ J. Shibano, T. Shobu, K. Suzuki, K. Kiriya, K. Kajiwara, H. Kaneko, M. Kobayashi, Measurement of internal strain in materials using high energy white X-rays at SPring-8, Int. Conf. Stress Evaluation, MECASENS 4(Sep. 24-26, 2007) 78, Vienna

⑩ Y. Akiniwa and H. Kimura, Measurement of Residual Stress Distribution in Severe Surface Deformed Steel by Shot Peening, Int. Conf. Stress Evaluation, MECASENS 4(Sep. 24-26, 2007) 8, Vienna

6. 研究組織

(1) 研究代表者

秋庭 義明 (AKINIWA YOSHIKI)

国立大学法人横浜国立大学・大学院工学研究院・教授

研究者番号 : 00212431

(2) 研究分担者

田中 啓介 (TANAKA KEISUKE)

名城大学・理工学部・教授

研究者番号 : 80026244

木村 英彦 (KIMURA HIDEHIKO)

名古屋大学・大学院工学研究科・講師

研究者番号 : 60345923

(H19→20)

菫蒲 敬久 (SHOBU TAKAHISA)

原子力機構・量子ビーム応用研究部門・研究員

研究者番号 : 90425562

(3) 連携研究者

()

研究者番号 :