

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成24年5月31日現在

機関番号：10106

研究種目：基盤研究（C）

研究期間：2009～2011

課題番号：21560074

研究課題名（和文）材料深部き裂の検出とき裂近傍ひずみマッピングを可能とする
白色X線システムの開発研究課題名（英文）Development of White X-ray system for detection of internal
crack in material and strain mapping near it

研究代表者

柴野純一（Shibano Jun-ichi）

北見工業大学・工学部・教授

研究者番号：60206141

研究成果の概要（和文）：シンクロトロン放射光から得られる高エネルギーの白色X線を利用して、破壊の原因となる材料内部のき裂をCTで非破壊検出し、その近傍のひずみマッピングを同じ装置環境で行うことを可能とする測定システムを検討した。その結果、白色X線を用いたCTによる内部き裂検出と内部き裂近傍のひずみマッピングのための個々の測定技術が開発できた。統合した測定システムの構築には至らなかったが、その可能性を示すことができた。

研究成果の概要（英文）：We examined the measurement system which makes it possible to perform a nondestructive detection of a crack in a material leading to destruction by CT and strain mapping near it in the same apparatus environment by using the high energy white X-ray obtained from synchrotron radiation. As a result, each measurement technique for the internal crack detection by CT and the strain mapping near it was developed. The possibility was able to be indicated although it did not result in construction of the integrated measurement system.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2009年度	1,200,000	360,000	1,560,000
2010年度	1,300,000	390,000	1,690,000
2011年度	1,000,000	300,000	1,300,000
総計	3,500,000	1,050,000	4,550,000

研究分野：材料強度学

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：白色X線、シンクロトロン放射光、き裂、ひずみ、X線CT、非破壊評価

1. 研究開始当初の背景

(1) 稼働中の構造部材に生じたき裂による破壊事故が続いている。人命にかかわる重大な事故となることも多いため、き裂の発生原因や進展メカニズムの解明と対策の確立が急がれている。進展に影響を及ぼすき裂先端近傍の応力を評価するには、まず、材料深部のき裂先端の位置を非破壊的に正確に検出する必要がある。さらに、き裂先端近傍の応力分布は複雑に変化していると予想される

ので、正確に評価するにはひずみ分布を細かく測定する方法を確立しなければならない。数10 μ m程度の材料表層の残留応力を非破壊測定するには従来の特性X線法が有効であるが、10数mmレベルの深さの応力測定にはこれまで中性子による測定しか無い。しかし、中性子測定ではビーム強度の関係で測定領域の大きさや測定時間に難点がある。き裂先端のように材料内部欠陥位置を非破壊的に特定し、その近傍微小領域のひずみを高精度

に測定する手法が開発できれば、当該分野の研究のみならず産業界にとっても、き裂の進展メカニズムの解明や対策を講じる上でたいへん有用となる。

(2) 研究代表者らは、シンクロトロン放射光から得られる高エネルギー白色X線 (50keV ~150keV) に着目して、高輝度、高指向性を活かした材料内部の微小領域ひずみ測定に関する研究を行っている。2005年から2006年の2年間に、科学研究費補助金基盤研究(C)(一般)の補助を受けて実験を行い、高エネルギー白色X線による内部ひずみ測定のための基礎的な条件を明らかにすることができた。また、厚さ5mmの高張力鋼内部のき裂先端の透過イメージングに成功した。これらの成果から、本研究を遂行するための理論的・実験的環境が整った。

2. 研究の目的

これまでに得られた研究成果を統合・高度化し、以下に示す研究目標の達成を目指す。

- (1) 白色X線を用いたCTによる内部き裂検出の自動化と高精度化
- (2) 内部き裂近傍のひずみマッピングの微細化と高精度化
- (3) CTによる内部き裂検出とき裂近傍ひずみマッピングの統合測定システムの開発

3. 研究の方法

(1) 白色X線を用いたCTによる内部き裂検出の自動化と高精度化

①き裂を検出するプログラムの作成

き裂などの欠陥ではCT画像の輝度が低下する。それを利用して欠陥を検出するプログラムを作成する。

②き裂検出プログラムの検証と高精度化

直径5mm程度の丸棒型引張試験片(低合金高張力鋼)に人工的に疲労き裂を導入する。き裂試験片に引張荷重を負荷しながら高エネルギー白色X線を一方から照射し、透過側にCCDカメラを設置して撮影する。試料を回転させて撮影を行い、CT画像を得る。き裂の大きさやその先端位置を加熱着色法などの破壊法により確認し、検出プログラムによって得られた結果と比較検討する。輝度値からき裂と判定する基準や方法を検討し検出プログラムの高精度化を図る。

(2) 内部き裂近傍のひずみマッピングの微細化と高精度化

き裂先端の単調塑性域の大きさや結晶粒径を考慮した測定領域(照射ビームの高さや幅)の最適な微細化を検討する。高エネルギーの白色X線を使う場合、回折角が低角になるため、測定領域は細長くなる。そのため、測定領域内にひずみ勾配がある場合、得られる値は平均値となり正確な評価が困難となる。その影響についても検討する。

(3) CTによる内部き裂検出とき裂近傍ひずみマッピングの統合測定システムの構築

①CTで検出した材料内部き裂先端の位置の近傍ひずみを測定するために、試験片とCCDカメラ及びSSD検出器を同一座標系に設置する。

②き裂検出プログラムとひずみマッピングプログラムを統合し、同一の処理プログラムでデータ処理及びデータ解析などの作業が行える操作環境を構築する。

4. 研究成果

(1) 疲労き裂を有する試験片の作製

試験片材料として溶接構造用低合金高張力鋼 WEL-TEN780E (JIS G3128 SHY685)を使用した。試験片は直径5mmの平行部(長さ約20mm)を有する丸棒形引張試験片(長さ117mm)に成形した。平行部中央にワイヤ放電加工により幅0.23mm、深さ0.37mmのノッチ加工を施した。一連の加工後、アルゴン雰囲気中540°Cで1時間保持の残留応力除去焼鈍を行っている。この材料のヤング率は200GPa、ポアソン比は0.29である。また、降伏応力は779MPaである。焼鈍後、島津SERVOPULSERを用いて、平均引張荷重2940N、荷重振幅2940N(応力比R=0)、最大公称応力として約300MPaを20Hzの周期(sin波形)で負荷し、繰返し回数278965回でノッチ底から円周に沿って1mm弱の疲労き裂を導入した。

(2) CTによる疲労き裂の内部進展状況の観察

本実験では大型放射光施設 SPring-8 の共用ビームライン BL28B2 を利用した。試験片を図1に示す小型引張試験機に設置した。この装置は試験片に引張荷重をかけるために上部にねじ部を有している。また、CT撮影が可能のように厚さ6mmのアクリル円筒で覆い、それが負荷荷重も支持する。き裂を開口させるため約2900Nの引張荷重をかけておこなった。内部き裂のCTによる断層撮影には空冷CCDカメラ(浜松ホトニクス C4880-10-14A)およびビームモニタ(浜松ホトニクス AA40P)

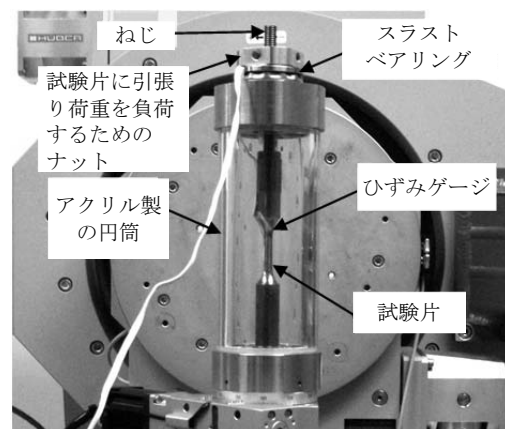


図1 小型引張試験機

を用いた。このカメラにより得られる画像の画素サイズは縦横共に $5.83\mu\text{m}$ であり、画素数は横 1000 個および縦 1018 個である。直径 5mm の試料を透過させるため白色 X 線のエネルギーを 50keV 以上とした。ひずみ測定と同じ光学系で測定するためのスリット設置などの制約から CCD カメラを試験片後方約 530mm に設置し、回転ステージ上の鋼棒を透過した X 線を検出した。試験片を 0.5° ステップで 0° から 180° まで回転させ、き裂近傍の透過像を取得した。露出時間は各ステップ 0.2 秒とした。得られたデータの CT 画像再構成には SPring-8・JASRI 上杉健太郎氏により提供されている Convolution back projection 法を用いたソフトウェアを利用した。再構成後の視点や角度の変換にはソフトウェア Image J を使用し、き裂面直交方向と平行方向から、き裂の三次元表示を行った。

X-Y 断面 ($Z=0$) における CT 画像を図 2 に示す。図 2 において見られる明灰色部分が試験片であり、試験片内部の暗色の影はき裂を示している。き裂はノッチ底を起点として放射状に広がっており、表層に比べ内部でより深く進展している様子が観察された。また、き裂面はノッチ底を中心に Z 軸方向に $+54\mu\text{m}$ ~ $-30\mu\text{m}$ 程度の範囲で三次元的な分布を示していた。

CT 画像の輝度値の差からき裂先端の検出を試みた。1 枚の断面画像からでは判別が困難だったため、画像上の 1 点の輝度値を、上下の画像を含め周囲合計 27 点の輝度値の平均値に置き換える平滑化を施した。さらに、ノッチ底に直交するライン上で ± 25 列の輝度値を積算する平均化を行った。その結果、図 2 に白線で示したき裂先端位置を明らかにすることができた。最も進展したき裂先端は、試料表面から 1.89mm の位置であると推定された。

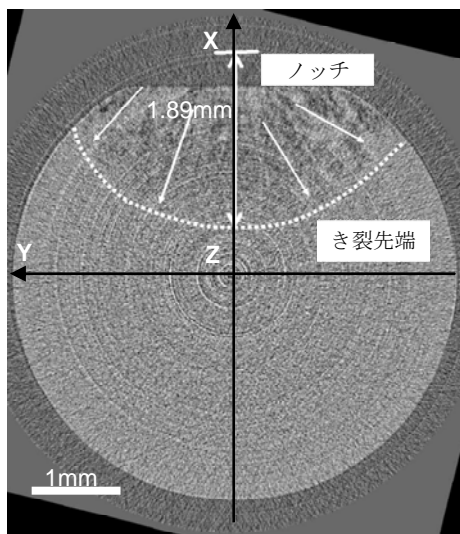


図 2 疲労き裂の CT 画像 (X-Y 断面)

試験片内部き裂進展を検証するため、CT および内部ひずみ分布測定後、加熱着色法による検出を試みた。CT 観察およびひずみ測定時と同じ引張負荷をかけた状態で、まず常温より 30 分かけて 300°C まで昇温させ、30 分間保持したのち 60 分間炉内で冷却した。着色を施した後、疲労き裂導入時と同条件で再びき裂を進展させ破断させた。図 3 は加熱着色によりマーキングされた試験片断面写真である。破断面上部の黒く着色された部分がき裂面であり、CT と同様に内部にかけて放射状に広がっている様子が観察された。市販の画像処理ソフトウェアにより破断面画像の 2 値化処理を行い、濃淡領域の境界線からき裂先端を確定した。最も深いき裂先端位置は試料表面から 1.90mm であり、CT で検出したき裂先端よりもさらに内部に $10\mu\text{m}$ 進展していた。CT 画像からき裂先端の検出処理の際には周囲 27 個の画素データを平均する必要があったため、分解能としてはこの積算処理の影響を受けて実質的に $18\mu\text{m}$ 程度になっており、それが検出誤差に影響したと考えられる。

(3) き裂先端近傍のひずみ分布測定

CT と同様に SPring-8 の共用ビームライン BL28B2 を利用した。エネルギー分散法では、エネルギーの検出に半導体検出器 SSD、検出エネルギーの弁別にマルチチャンネルアナライザ-MCA を利用する。本実験では Ge 素子の SSD と 4096 チャンネルの MCA を用いた。エネルギー較正式は、光軸近傍の遮蔽材から得られる鉛の蛍光 X 線 Pb-Ka1 (74.9694 keV), Pb-Ka2 (72.8042 keV) と放射性同位元素 Co-57 (122 keV) を用いて求めた。

図 4 に試験片の設置方向と白色 X 線の入射・回折方向およびき裂面を X 軸負側からみた場合の測定領域 (ゲージボリューム) の概略図を示す。ひずみはき裂直交方向 (図 4 の Z 方向) を測定した。ひずみ測定は試験片に

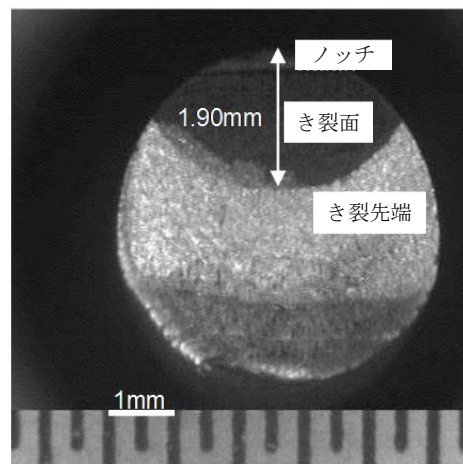


図 3 加熱着色法による疲労き裂の断面画像

引張負荷として約 2900N をかけて行った。負荷ひずみは平行部に貼り付けたひずみゲージで直接計測し、ひずみ値として 748×10^{-6} になるように調整した。

放射光白色 X 線の照射時間は 1 点当たり 360 秒とした。この装置の SSD の X 線エネルギー検出効率が高いエネルギー範囲と主要な格子面の回折 X 線エネルギーが 100keV 前後に入るように考慮し、回折角 2θ は 10° とした。入射側のスリットは高さ $100 \mu\text{m}$ 、幅 $100 \mu\text{m}$ 、受光側の 2 台のスリットは高さ $100 \mu\text{m}$ 、幅 $500 \mu\text{m}$ に設定した。受光側スリットの幅を広くすることで回折に預かる結晶粒数を増加させる効果が期待できる。このとき、測定により得られるひずみは材料内部の長さ $1.14\text{mm} \times$ 幅 $0.1\text{mm} \times$ 高さ 0.1mm の極めて細長い平行六面体領域の平均値となる。また、計測領域（ゲージボリューム）中の結晶粒数は約 2600 個である。

ひずみは、エネルギー分散法により無ひずみ時の回折 X 線エネルギー E_{n0} と有ひずみ時の回折 X 線エネルギー E_n から求める。無ひずみ時の回折 X 線エネルギーは、試験片と同一材料、同一形状でき裂を導入していない試験片を残留応力除去焼鈍したものを測定して求めた。

ひずみ分布の一例として図 5 に αFe321 面で算出した X-Z 面内 ($Y=0$) の Z 方向ひずみ分布を示す。図から、き裂先端近傍にたいへん大きな引張りひずみが生じていることがわかる。繰返し負荷によりノッチ底からき裂が進展してきた領域では、引張塑性ひずみの発生による圧縮応力の残留に伴う圧縮ひずみが大きくなっている。これらはき裂進展近傍のひずみ分布の特徴を良く表している。

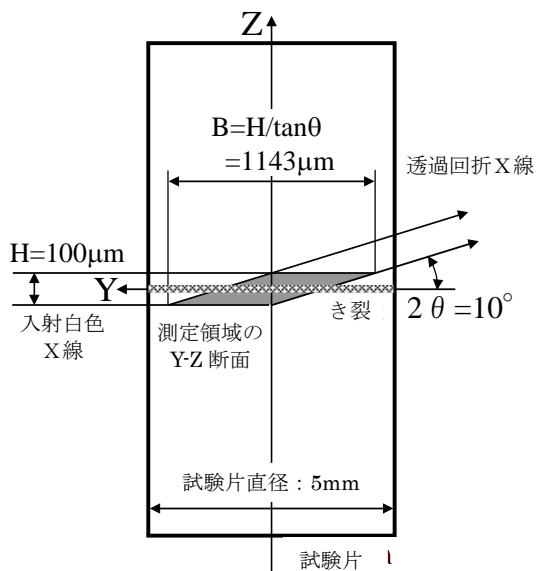


図 4 白色 X 線による試料内部測定領域

図 6 に $Z=0$ の X-Y 面内で測定された αFe321 面の Z 方向ひずみ分布を同じ位置の CT 画像に重ねて示す。図中の白線はき裂先端である。図 6 より、ひずみ分布がき裂先端に沿って円弧状に分布していることがわかる。最大の引張りひずみの分布位置は軸中心に近い領域に見られる。しかし、き裂先端近傍では降伏応力に対応したひずみが分布すると考えると、ひずみ値で 3.9×10^{-3} となるが、実際の測定値は最大でもその半分程度である。また、最大ひずみの発生位置もき裂先端と推定された位置から外れている。繰返し引張負荷による残留圧縮ひずみと測定時の引張負荷による引張りひずみが重畳し、ひずみ分布が複雑になっていると予想される。また、き裂前縁が曲線の場合、細長い平行六面体の計測範囲では平均化の問題が大きい。測定領域がき裂先端をまたぐことによるひずみ値の急激な変化の影響が考えられた。そこで、測定領域内にき裂先端がある場合に X 線回折プロファイルがどのように変化するか、検討した。白色 X 線の回折線の検出には半導体検出器 SSD が使われる。SSD に入射した X 線は、そのエネルギーに比例した電子・正孔対を生成

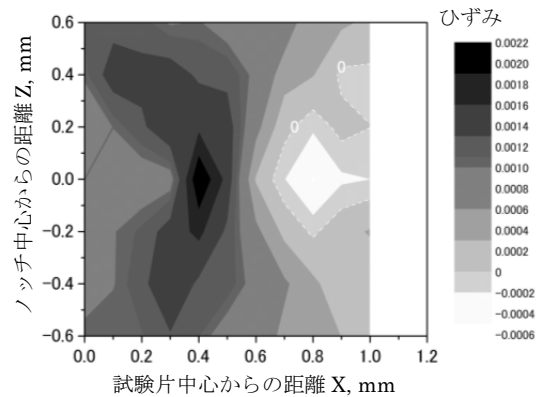


図 5 き裂近傍の Z 方向ひずみ分布 (X-Z 断面: $Y=0$)

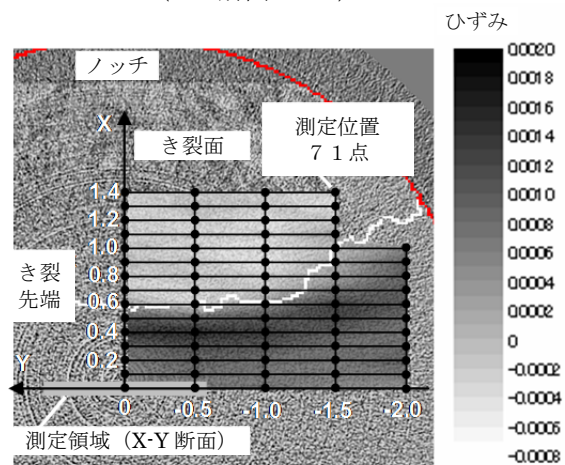


図 6 き裂面の CT 画像とき裂近傍の Z 方向ひずみ分布 (X-Y 断面: $Z=0$)

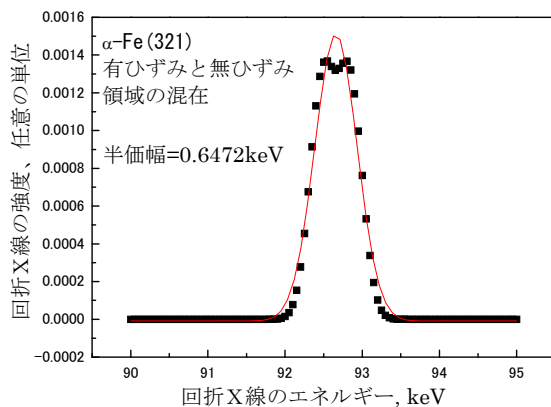


図7 き裂先端のように測定領域内に急激なひずみ変化がある場合の回折プロファイルの数値シミュレーション

し、その数に比例した高さを持つ電子パルスに変換される。SSD の特性として電子・正孔対の生成数は統計的揺らぎの影響を受ける。統計的揺らぎは応答関数によって表されガウス関数となる。この関係を基に数値シミュレーションを行った。き裂先端近傍のように降伏応力に対応したひずみ領域が半分だけ混在すると仮定すると、プロファイルの重ね合わせにより図7が得られる。図7から、半価幅は大幅に増加し、回折ピークエネルギーも平均化していることがわかる。このようにひずみ分布が急激に変化する領域を測定する場合、回折X線プロファイルのピーク位置が変化するためひずみを正確に評価するためにはその点も考慮しなければならないことが明らかとなった。

(4) CTによる内部き裂検出とき裂近傍ひずみマッピングの統合測定システムの構築

高エネルギーX線を利用する場合、回折角が数度と低角となるため、現状の実験環境ではSSD検出器とCCDカメラが干渉しあい同時に稼働させることが困難であった。しかし、CCDカメラを光軸上の最後部に固定することで、装置の載せ替えなしにCCDカメラでのCT撮影とSSD検出器による回折X線の測定が交互に可能となった。このことから、CCDカメラとSSD検出器の同一制御の可能性を確認できた。

(5) 研究成果のまとめ

本研究では、シンクロトロン放射光から得られる高エネルギーの白色X線を利用して、構造部材の破壊の原因となる材料内部のき裂をCTで非破壊検出して位置を特定し、その近傍のひずみマッピングを同じ装置環境で行うことを可能とする測定システムを検討した。その結果、白色X線を用いたCTによる内部き裂検出を可能とし、内部き裂近傍のひずみマッピングの微細化を図ることが

できた。特にCTにより検出された内部き裂とその近傍のひずみ分布の同時比較は他に例がなく、国内並びに国際学会でも高い関心を集めた。CTによる内部き裂検出とき裂近傍ひずみマッピングの統合測定システムの構築には至らなかったが、その可能性を示すことができた。

(6) 今後の展望

本研究成果において回折面によってき裂先端近傍のひずみの分布に違いが見られた。このことは、き裂の進展が結晶方位の影響を受けている可能性を示している。これを解明するためには結晶方位が明らかな単結晶を用いた実験的検証が必要となる。2011年度にSPring-8においてアルミ単結晶を用いた予備実験を行ったところ、塑性変形時に内部に亜結晶粒が生じその結晶方位も逐次変化していることを確認した。そのため、これまで利用してきた0次元検出器である半導体検出器SSDでは単結晶の塑性変形時の挙動を追跡することが困難であることが予想された。そこで今後は、放射光白色X線と2次元検出器を利用し結晶内部のき裂先端近傍の延性損傷進展挙動に関する研究を推進する。

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6件)

- ① J. Shibano, K. Kajiwara, K. Kiriya, T. Shobu, K. Suzuki, S. Nishimura, S. Miura and M. Kobayashi, Transmission Imaging and Strain Mapping in The Vicinity of Internal Crack Tip using Synchrotron White X-Ray, Materials Science Forum, 査読有, Vols. 638-642, 2010, pp. 2476-2481
- ② 柴野純一, 桐山幸治, 梶原聖太郎, 菖蒲敬久, 鈴木賢治, 新居恭征, 三浦節男, 小林道明, 放射光白色X線を用いたCTによる丸棒鋼内部き裂の観察とその先端近傍のひずみマッピング, 材料, 査読有, 58巻, 2009, pp. 596-602
- ③ J. Shibano, K. Kajiwara, K. Kiriya, T. Shobu, K. Suzuki, T. Arai, S., Miura and M. Kobayashi, Study on Computerized Tomography and Strain Mapping Near The Internal Crack Tip of Steel Bar using Synchrotron White X-Ray, Advances in X-ray Analysis, 査読有, Vol. 52, 2009, pp. 376-382

[学会発表] (計10件)

- ① 柴野純一, 放射光白色X線によるアルミ単結晶の延性損傷進展挙動の検証、SPring-8利用者懇談会、中性子利用推進

- 協議会、日本材料学会 X 線材料強度部門、
2012 年 3 月 8 日 (東京)
- ② 柴野純一、小関 亨、木曾 稔、梶原堅太郎、桐山幸治、三浦節男、小林道明、片側ノッチを有するアルミ単結晶の延性損傷の進展、日本材料学会第 4 5 回 X 線材料強度に関するシンポジウム、2011 年 7 月 7 日 (東京)
- ③ 柴野純一、鈴木孝是、三浦節男、桐山幸治、菫蒲敬久、石川和宏、青木 清、小林道明、放射光白色 X 線による NbTiNi 系複相合金の相ひずみと結晶構造の検討、日本機械学会 M&M2010 材料力学カンファレンス、2010 年 10 月 9 日 (長岡)
- ④ 小関 亨、柴野純一、三浦節男、小林道明、白色 X 線エネルギー分散法による測定データの解析システムの開発、日本機械学会北海道支部講演会、2009 年 11 月 7 日 (札幌)
- ⑤ J. Shibano, K. Kajiwara, K. Kiriyama, T. Shobu, K. Suzuki, S. Nishimura, S. Miura and M. Kobayashi, Transmitted imaging and strain mapping in the vicinity of internal crack tip using synchrotron white X-ray, International conference on processing and manufacturing of advanced materials, 2009 年 8 月 25 日 (Berlin, Germany)

6. 研究組織

(1) 研究代表者

柴野 純一 (SHIBANO JUN-ICHI)
北見工業大学・工学部・教授
研究者番号：60206141

(2) 研究分担者

(3) 連携研究者

菫蒲 敬久 (SHOBU TAKAHISA)
日本原子力開発機構・研究副主幹
研究者番号：90425562
梶原 堅太郎 (KAJIWARA KENTARO)
高輝度光科学研究センター・副主幹研究員
研究者番号：40443551
桐山 幸治 (KIRIYAMA KOJI)
総合科学研究機構・研究員
研究者番号：00425563