

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 25 年 5 月 13 日現在

機関番号：12701
 研究種目：基盤研究(B)
 研究期間：2010 ～ 2012
 課題番号：22360046
 研究課題名（和文） 高エネルギー白色 X 線を用いた疲労過程における結晶学的損傷評価と寿命予測
 研究課題名（英文） Crystallographic damage evaluation and life prediction in the fatigue process using high energy white X-rays
 研究代表者
 秋庭 義明 (AKINIWA YOSHIAKI)
 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）：実験室 X 線装置に装着可能な空気圧式の疲労試験機を構築するとともに、微小部測定が可能なコリメータを備えた評価システムを完成させた。材料の使用における単調変形による損傷や繰返し疲労負荷に対する損傷を評価するために、高エネルギー白色 X 線を用いた複数の回折情報をもとに、材料特性の変化を抽出した。また、実験的に得られた結晶構造を反映させたモデルに対して、材料変形の数値シミュレーションを行った。

研究成果の概要（英文）：Fatigue testing device which could be attached to the laboratory X-rays equipment was developed and the material assessment system equipped with the collimator which can measure a local area was completed. In order to evaluate the damage by monotonic loading and fatigue loading, change of material characteristics was extracted using the high energy white X-rays. Moreover, the numeric simulation of deformation process was made possible to the model on which the crystal structure acquired experimentally was reflected.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2010 年度	8,800,000	2,640,000	11,440,000
2011 年度	4,100,000	1,230,000	5,330,000
2012 年度	1,700,000	510,000	2,210,000
年度			
年度			
総計	14,600,000	4,380,000	18,980,000

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：白色 X 線，材料評価，損傷，微小部，応力，高エネルギー

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、特に繰返し負荷が作用する部位においては、疲労損傷に対する残存寿命評価および延命対策などの保全、維持基準技術の確立が重要課題となっている。転位組織形成の観点から見ると、応力の繰返しとともに転位束の形成、増殖、連結そしてセル組織の形成への各過程を経るため、これらを

破壊寿命との関連から定量的に評価することができれば、寿命評価が可能となる。またこのとき、負荷レベルによっては、繰返しにともなう巨視的な変形によって結晶の配向特性が変化する。このとき、損傷がない場合でも、結晶配向変化によって回折プロファイルも変化するため、回折情報を高精度に解析するためには、配向変化を捉えることが不可欠となる。

X線法は結晶構造を非破壊的に評価可能であるため、結晶格子寸法の変化に着目することで、応力の非破壊測定が可能であり、多くの産業分野における現場での応力測定実用技術として活用されてきた。このとき利用するのは、X線回折情報の一つである回折ピーク位置である。一方、X線の回折情報には、回折ピークの他に回折プロファイル形状があり、これを定量的に解析することによって、結晶構造の乱れを抽出することができ、これより副結晶粒寸法や過剰転位密度を求めることができる。特に疲労過程における副結晶粒寸法の変化については古くから定量的評価が試みられてきた。しかしながら従来の方法では、単色の特性X線を用いて、さらに特定の回折面についてのみ着目しているために、回折面依存性が表れたり材料表面近傍の変化しか捉えることができないという問題があり、また、結晶の方位変化についての詳細な解析が容易にはできないという問題があった。

そこで申請者らは、高エネルギー白色X線に注目した。白色X線を用いることによって、検出器を走査することなしに複数の回折面からの回折情報を同時に測定することができる。近年では、放射光を利用した高エネルギー白色X線を用いたひずみ測定が、国内外で活発に行われているが、損傷評価については検討されていない。そこで、複数の回折面からの回折プロファイルを個々に解析することによって、残留応力、副結晶、転位密度等の変化の多面的な情報を得るとともに、各回折面からの回折強度の変化に着目して結晶方位変化を捉え、疲労過程における変形・損傷挙動を結晶学的観点から明らかにすることによって高精度な寿命評価技術を確立することが可能であると判断し、本研究の着想に至った。特に、ナノ結晶材料では、粒界すべりによる結晶の回転が重要な因子であり、負荷状態におけるその場結晶方位解析が不可欠であることから、本研究はナノ結晶材料の変形解析に最適な手法と判断された。

2. 研究の目的

本研究の目的は、高エネルギー領域までの回折情報をもとに、平滑部材、切欠き部材および薄膜や複合材料などの構造部材における疲労損傷の進行を検出するとともに、余寿命を予測する技術を開発するために、以下の3点を目標とする。

(1) 疲労過程におけるX線回折パラメータの抽出

損傷検出の基礎データの取得を目的として、平滑材を対象に疲労過程における転位密度や副結晶粒寸法の変化を種々の応力レベルで繰返し数の関数としてとらえ、回折パラメータ変化による損傷評価を試みる。白色X

線源には、実験室白色X線および白色放射光を用い、汎用性および高精度化の観点から測定法の特徴を抽出する。また、得られた結晶学的情報については、結晶塑性理論に基づく数値解析結果と比較し、測定された結晶方位データの物理的意味を明らかにする。

(2) 応力集中部からのき裂発生および伝ば寿命の評価

切欠き材を対象として、切欠き底に発生した疲労き裂の検出を目指す。き裂の発生前であれば、き裂発生寿命の予測、き裂が発生した後は、き裂進展挙動の評価を可能とする技術を開発する。

(3) 複合材料および薄膜の損傷評価

粒子強化金属基複合材料およびスパッタ金属薄膜に開発した予測手法を適用する。複合材料の疲労では、強化材の破壊や母材との界面での離れなどともなる各相の応力負担の変化が疲労損傷の重要なパラメータとなる。また、薄膜材料では、基板による面外変位拘束下におけるナノ結晶の変形が特徴であり、結晶粗大化や粒界すべりによる結晶回転が重要なパラメータとなる。疲労過程におけるこれらの変化及び役割を明らかにすることによって各種材料の疲労損傷の検出と、寿命予測技術の汎用性を高める。

3. 研究の方法

(1) 現有のX線発生装置に装着可能な、その場観察用繰返し負荷装置を新規に試作開発する。負荷には空気圧を利用し、周波数10Hz、最大負荷荷重1000Nとし、一定負荷荷重での保持が可能な仕様とする。また、H23年度に実施予定の切欠き材の測定が可能となるように、ゴニオメータに固定されたX、Y、Zステージ上に装着可能なものとする。

(2) 対象材料としてSUS316Lの圧延平滑材の疲労強度特性を明らかにした後、破壊繰返し数が 10^4 回~ 10^7 回相当の応力を選択してX線その場測定を実施する。回折角 2θ は20度から30度とし、対象とする有効な回折面が5~8個程度となるように複数の回折プロファイルを記録する。測定対象領域は $3\times 3\text{mm}^2$ 程度として、板厚全体の平均的な挙動を対象とする。残留応力評価に際しては、申請者らが提案する $\cos^2\chi$ 法(試料の面内回転走査による方法)を用いて、高精度に測定する。

(3) 回折プロファイルの数値シミュレーション法(リートベルト)を用いた全プロファイル解析と、個々の回折に対する単一プロファイル解析ソフトを用い、転位密度、副結晶粒寸法および配向特性を定量化するとともに、疲労寿命の関数として検討することによって寿命評価が可能パラメータを抽出する。

(4) 静的な単調負荷過程における巨視的変

形特性およびX線パラメータ変化を明らかにするとともに結晶塑性理論に基づく数値シミュレーション結果と比較することから、X線測定法の有効性を示す。

(5) 白色放射光を用いて、SUS316LのX線パラメータ変化を同様に検討する。放射光は十分な輝度を有するため、既存の制限スリットを用いて $100 \times 100 \mu\text{m}^2$ 程度まで照射領域を絞り込み、材料表面から内部にわたる損傷の分布をも明らかにすることを旨とする。また、実験室X線による測定結果と比較検討することによって、実用技術としての実験室X線の測定精度を明確にする。

(6) 上記SUS316Lについての(2)~(5)の検討と同様の手順にて、6061-T6アルミニウム合金圧延材およびS45C中炭素鋼の変形および損傷挙動のX線解析を実施する。

4. 研究成果

(1) 図1に示すような、現有のX線発生装置に装着可能な、その場観察用繰返し負荷装置を新規に試作開発した。負荷には空気圧を利用し、周波数1~10Hz、最大負荷荷重100N以上とし、一定負荷荷重での保持が可能な仕様を目指した。本装置の特性を明らかにするとともに、仕様を満足することを確認した。また、その場X線観察用繰返し負荷装置に試料を装着した状態で、切欠き底やき裂先端に集



図1 疲労負荷装置

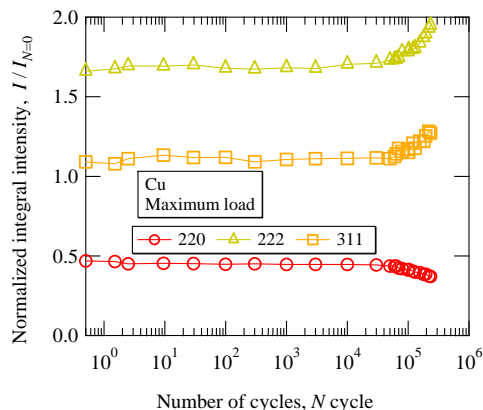


図2 繰返しにともなう回折強度変化

中してX線を照射できるようなコリメータを試作した。コリメータ直径は0.1mmから2mmとして、照射領域の制限を可能とした。

(2) 銅箔の繰返し過程においては、半価幅変化はさほど大きくなく、図2に示すように回折強度変化が大きく変化し、損傷評価には有効であることを示した。これは、繰返し負荷によってラチェット変形が進行し、結晶回転に起因する配向の促進が原因と考えられた。

(3) アルミニウムの薄板を対象として、片側切欠き材を用意し、おおよそ塑性域寸法が2mmとなるような負荷状態で、切欠き前方のひずみ測定を行った。その結果、コリメータ直径を0.5mmとした場合、管電流100mA、管電圧50kVとすることによって十分な回折強度が得られることを確認し、得られたひずみ分布が有限要素法によって解析的に得られた結果とよく一致することを示した。また、コリメータ直径0.1mmでもひずみ分布が測定できることを示した。

(4) 圧延材を用いた場合、加工塑性変形による粒間ひずみの存在によって、位置による回折エネルギーのばらつきの影響が大きいことを示し、負荷による半価幅変化が極めて小さいことを示した。アルミニウムを対象とした場合には、初期の塑性変形の影響が極めて大きいことがわかった。また、銅箔を対象とした場合、塑性変形による回折線幅の変化が大きく生じることから変形損傷を捕らえることが可能であるものの、回折パターンが分離し、電着銅箔のひずみ測定のためには工夫が必要であることがわかった。

(5) 中炭素鋼S45Cを対象とし、コリメータ直径寸法1mmにて応力測定が可能であった。これよりコリメータ径が小さい場合には、X線照射面積に対する結晶粒径の大きさが無視できなくなり、連続的な回折環が得られないためにプロファイルが乱れるため応力測定が困難となることがわかった。

(6) 従来の透過型白色X線を用いた応力測定方法では、無ひずみ状態での格子面間隔の高精度な評価が不可欠で、残留応力測定の際の障害となっていたが、ゴニオメータの χ 軸回転を使用することによって、複数の χ 軸データを総合的に利用する応力測定法を用いて、精度良い測定が可能であることを示した。これは、従来の応力測定法である $\sin^2\psi$ 法とほぼ同程度の精度であった。またこのとき、材料特性を精度よく評価するためには、回折強度が4000カウント程度以上必要であることを示した。

(7) 繰返し面外曲げを受けるエルボの疲労損傷機構を破面解析によって検討し、マルチ破壊モードに伴う低サイクル疲労損傷とラチェット変形の役割を明らかにするとともに、有限要素解析による複雑な破壊モードの

再現に成功した。

(8) 錫薄膜表面の残留応力を駆動力とする微小欠陥発生挙動を検討し、粒界三重点での核生成と既存の結晶の粒成長が重要因子であることを示した。

(9) EBSD 観測データから多結晶金属の構造を自動的に抽出し、数値シミュレーションに必要な幾何情報を出力するプログラムを開発し、従来は不可能であった実際の多結晶構造に対する数値シミュレーションが実現できた。

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 6 件)

① 秋庭義明, 天野雅大, 回折プロファイルに及ぼす X 線照射領域内のひずみ分布の影響, 材料, 査読有, Vol.61, 2012, 620-626

② Y. Akiniwa, X-ray evaluation of deformation behavior of sputtered Cu thin films under tensile loading, International Journal of Modern Physics, 査読有, Vol.6, (2012) pp.497-502

③ 秋庭義明, 平村太郎, 透過白色 X 線によるオーステナイト系ステンレス鋼薄板の応力測定, 材料, 査読有, Vol.60, (2011) pp.598-603

④ 秋庭義明, 中性子による残留応力測定的基础, 非破壊検査, 査読有, Vol.60, (2010) pp.72-78

⑤ R. Yokoyama, J. Harada and Y. Akiniwa, Least-square refinement of biaxial stress components and unit-cell parameter in a <111> textured cubic TiN polycrystalline thin film by X-ray diffraction, Powder diffraction, 査読有, Vol.25, (2010) pp.25-30

⑥ 澁谷忠弘, 赤塚広隆, 小林英男 事故統計解析による冷凍設備における事故の要因と問題点, 高压ガス, 査読有, Vol.47 (2010) pp.887-896

[学会発表] (計 12 件)

① T. Shibutani, In-situ observation of whisker nucleation in air by AFM, IEEE CPMT Symposium, 2012 年 12 月 10 日, 京都

② Y. Akiniwa, Stress Measurement of an Austenitic Stainless Steel Foil by $\cos^2 \chi$ Method Using Polychromatic Laboratory X-Rays, 9th International Conference on Residual Stresses, 2012 年 10 月 7 日, Garmisch-Partenkirchen, Germany

③ 松井和己, 有限被覆法によるき裂進展解析の高精度化, 日本機械学会材料力学部門講演会, 2012 年 9 月 21 日, 愛媛

④ 秋庭義明, 白色実験室 X 線によるアルミニウム切欠き板のひずみ測定, 日本材料学会第

46 回 X 線材料強度に関するシンポジウム, 2012 年 7 月 5 日, 京都

⑤ 中垣真美, 澁谷忠弘, 中村いづみ, 大谷章仁, 地震荷重下における減肉配管系のパラメトリック解析による疲労損傷評価, 安全工学研究発表会, 2012 年 02 月 13 日, 米沢

⑥ N. Matsutani, K. Matsui and T. Yamada, Automatic Generation of Polycrystalline FE-model Directly from the EBSD Orientation Maps, COMPLAS XI, 2011 年 9 月 7 日 Barcelona, SPAIN

⑦ T. Shibutani, I. Nakamura, A. Otani, Failure Analysis of Piping Systems with Thinned Elbows on Tri-Axial Shake Table Tests, ASME 2011 Pressure Vessels & Piping Conference, 2011 年 7 月 19 日, Baltimore, USA

⑧ 秋庭義明, 清水暢昭, 透過白色 X 線による薄板の疲労損傷評価, 第 45 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

⑨ 松谷哲嗣, 松井和己, 山田貴博, EBSD 結晶方位マップに基づく 3 次元多結晶モデルの自動生成, 第 16 回計算工学講演会, 2011 年 5 月 27 日, 東京

⑩ 佐々木貴俊, 松井和己, 石井建樹, 山田貴博, 有限被覆法による 3 次元亀裂進展解析, 日本機械学会第 23 回計算力学部門講演会, 2010 年 9 月 23 日, 北見

⑪ 櫻井勇太, 須田智志, 松井和己, 石井建樹, 山田貴博, 延性材料におけるき裂進展解析, 日本機械学会第 23 回計算力学部門講演会, 2010 年 9 月 23 日, 北見

⑫ 秋庭義明, 天野雅大, 栗林一久, 回折プロファイルに及ぼす照射領域内のひずみ分布の影響, 日本材料学会 X 線材料強度に関するシンポジウム, 2010 年 7 月 8 日, 京都

6. 研究組織

(1) 研究代表者

秋庭 義明 (AKINIWA YOSHIAKI)

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

澁谷 忠弘 (SHIBUTANI TADAHIRO)

横浜国立大学・大学院環境情報研究院・准教授

研究者番号: 10332644

松井 和己 (MATSUI KAZUMI)

横浜国立大学・大学院環境情報研究院・准教授

研究者番号: 00377110