

令和 2 年 5 月 15 日現在

機関番号：13101

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2017～2019

課題番号：17K06046

研究課題名(和文) X線応力測定法の粗大粒および微小領域への拡張

研究課題名(英文) Extension of X-ray stress measurement to coarse grained materials an small area

研究代表者

鈴木 賢治 (Suzuki, Kenji)

新潟大学・人文社会科学系・教授

研究者番号：30154537

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,600,000円

研究成果の概要(和文)：粗大粒のX線応力測定困難は、回折中心が定まらないことを明らかにした。回折中心が結晶粒ごとに異なるので、回折中心の仮定は破綻する。二重露光法を提案した。本方法では、回折斑点のビームを2カ所で測定し、その2カ所の斑点位置から直線関係を導いて、入射ビームと回折ビームの直線関係を用いて、回折角度と回折位置の両方を導くことができる。本方法を粗大粒や微小領域の応力測定に応用することで、精度のよくX線応力測定を実現した。それを利用して、アルミニウム合金のくさびによる塑性変形部の残留応力のマップを測定した。これらの結果と数値シミュレーションはよく対応した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

これまで、X線応力測定は、粗大粒(微小領域)、集合組織、溶接部に適用困難とされていた。本研究はその原因を明らかにしたことの意義は大きい。また、その原因を克服するために、回折中心を仮定するこれまでの測角方法を止揚して、独創的な測角法を提案した。その手法は、回折ビームと入射X線の直線関係から角度を決定し、かつ回折位置も解析できる優れた手法である。この回折測定方法は新しい方法であり、学術的にも工業製品の開発にも大いに役立ち注目に値する。

研究成果の概要(英文)：In this study, it was clarified that difficulty in an X-ray stress measurement is caused by not fixed a diffraction centre. As the countermeasure, we proposed a double exposure method (DEM). In the DEM, the diffraction points were measured at two different points and the line of the diffracted X-ray beam is determined by the two points. The stress of the coarse-grained materials can be measured using the DEM. For example, the residual stress distribution of the indented specimen was measured using the DEM. Our residual stress map corresponded to the simulated results.

研究分野：材料力学

キーワード：X線応力測定 粗大粒 シンクロトロン放射光 二重露光法 DEM 残留応力

## 様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

### 1. 研究開始当初の背景

第10回残留応力に関する国際会議(ICRS-10, シドニー, 平成28年7月開催)において, 2次元検出器による応力評価のセッションがはじめて設けられた。これは, 近年の2次元検出器を利用したX線応力測定の研究の機運を象徴する出来事である。

1979年に, 田中らは2次元検出器を利用した応力評価法としてcos法[1]を提唱した。cos法は日本独自の優れた技術でありながら, 当時は写真法しかなく測定効率と精度の面から, その威力を発揮できなかった。今日では2次元検出器の開発が進み, 2次元検出器を利用したX線応力測定方法が注目され, cos法の他に2D法[2]も提唱されている。連続な回折環で, かつ回折中心の精度が確保されれば, 2次元検出器によるX線応力測定法は十分に実用化できる。以上の情勢を受け, 平成27年に2次元検出器小委員会が日本材料学会X線材料強度部門委員会に設置された。研究代表者も策定委員に加わり標準化に向けた作業を進め, 2020年2月に標準がついに刊行された[3]。これらの研究活動と装置メーカーの開発も相まって, 2次元検出器による新たな応力測定のパラダイムシフトが起きることも予想される。

一方, 粗大粒による回折斑点に対しては, 連続環の手法が適用できないことが問題となっている。本来, 2次元検出器の応用は, 粗大粒, 集合組織および溶接部の応力測定のカギ・テクノロジーであったはずである。にもかかわらず, 粗大粒のように回折斑点を呈する材料へ適用できないならば, 前述のパラダイムシフトは期待はずれになる。

代表者らの研究では粗大粒を持つ部材のX線応力評価の確立に着手し, 回折斑点の回折角の測定に影響する原因を検討し, 次の要因を明らかにした。

- (1) 粗大粒においては, 回折に寄与する結晶の位置が個々の結晶粒の位置に依存する。そのため2次元検出器の回折中心(入射X線中心)と異なり, 正確な回折半径が求められない。
- (2) 入射X線ビームの発散および回折角の発散が誤差に含まれ, 正確な回折角度が測定できない。従来の連続回折環(細粒)では, これらの2つの問題が平均効果により巧みに相殺されていたのである。

### 2. 研究の目的

本申請では, 前述の2つの課題に取り組み, 粗大粒のX線応力測定を解決する。

- (1) 課題1に対して, 「二重露光法」を提案し解析方法を確立する。
- (2) 課題2に対してシンクロトロン放射光(入射X線の発散がない)を利用して, 二重露光法により応力測定を実施する。特に, 放射光は入射X線の発散がなく, 二重露光法による高精度応力測定ができる可能性が高い。
- (3) 併せて, ラボX線においても発散のない入射ビームの実現を試みる。

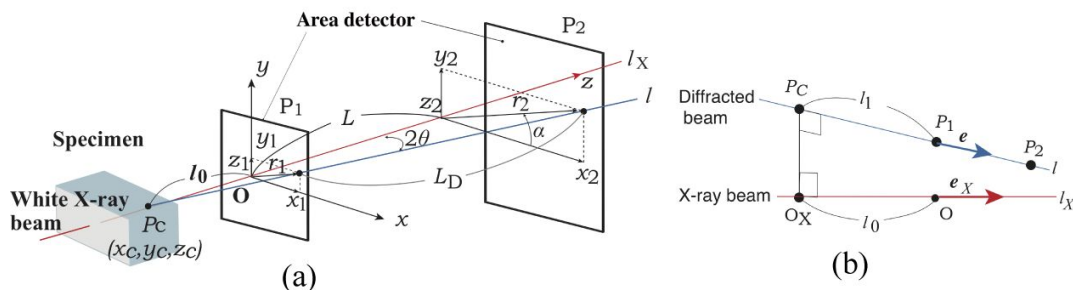


図1. 二重露光法の光学系と検出器の配置

### 3. 研究の方法

二重露光法では図1(a)に示すように, 2次元検出器(PILATUSなど)を位置 $P_1$ および $P_2$ に設定し, それらの2カ所で回折斑点を測定する。画像解析により回折斑点の位置を決定し, その位置を $P_1(x_1, y_1)$ と $P_2(x_2, y_2)$ とする。また,  $P_1$ と $P_2$ の検出器の移動距離を $L$ とする。回折斑点の位置 $P_1(x_1, y_1)$ と $P_2(x_2, y_2)$ を用いて回折X線ビームの直線 $l$ を決定する。さらに, 入射X線ビームから入射X線の直線 $l_X$ も決定する。これらの2直線の交差を解析すると, 図1(b)に示すように $l$ と $l_X$ に直交する直線を決定することができる。内積の和が零になる条件を用いて, その交点 $P_c$ を決定することができる。両直線の交差角度が回折角 $2\theta$ を与え, 交差点 $P_c(x_c, y_c, z_c)$ がその結晶粒の回折位置(回折中心)を与える。研究代表者らは, この独創的な方法を二重露光法(DEM: double exposure method)として提案した。これらの詳細は文献[4]にて述べられている。

二重露光法は, これまで提案されている Poulsen らが発案した 3DXRD 法と同様に見えるが, その考え方と解析はまったく異なる。3DXRD は試料を回転させて, その回折像を利用して結晶の解析を行う。そのため, 試料は高々1mm程度の寸法の小さいサンプルに限られる。これに対して二重露光法は, 試料の回転は不要であり, 回折ビームの直線関係を利用して回折位置とひずみを測定する手法である。二重露光法は, X線が透過するならばその透過厚さに制限はない。また, 試料の回転は不要なので, 大きな長さを持っていても差し支えない。透過X線を利用して, サンプルステージをx-y方向に移動することで3次元の応力マップも作成することが可能である。二重

露光法の実際においては、装置は、スリット系などの複雑な光学系の機構も不要であり、検出器を載せる3軸方向の直動ステージとサンプルを載せる2軸ステージでよい。

本研究の実験は、大型放射光施設 SPring-8 を利用した。利用したビームラインは日本原子力開発研究機構専用ビームライン BL22XU、量子科学技術研究開発機構専用ビームライン BL14B1 および高輝度光科学研究センター共用ビームライン BL28B2 にて実施している。

図2は単色X線と検出器 PILATUS を用いて A5052 の回折と斑点解析を測定した結果である。図2(a)の P1 と P2 斑点イメージからマッチングを行い、斑点の対を決定した結果が図2(b)のクロスマークの結果である。この結果から直線関係により回折角  $2\theta$  を決定して2方向のひずみを測定して応力を決定した。

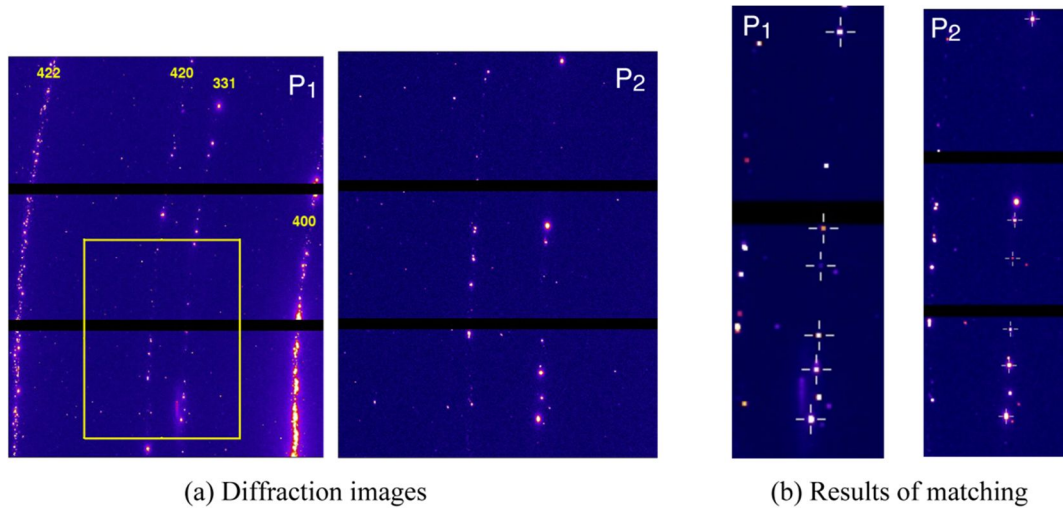


図2. 単色X線と検出器 PILATUS を用いて A5052 の回折と斑点解析

#### 4. 研究成果

提案した二重露光法の有効性を実証するために、SPring-8 の日本原子力開発研究機構専用ビームライン BL22XU にて、波長エネルギー30 keV、 $0.2 \times 0.2 \text{ mm}^2$  の寸法の高エネルギーX線を透過入射して二重露光法を実施した。その一例として図3に示すアルミニウム合金 A5052 材の圧こん試験片を用意した。板厚は3 mm、高さ4.75 mmである。1回目は斜めに圧こんを導入し、2回目は垂直に入射し、図3の右側の写真に示す圧こん試験片を製作した。

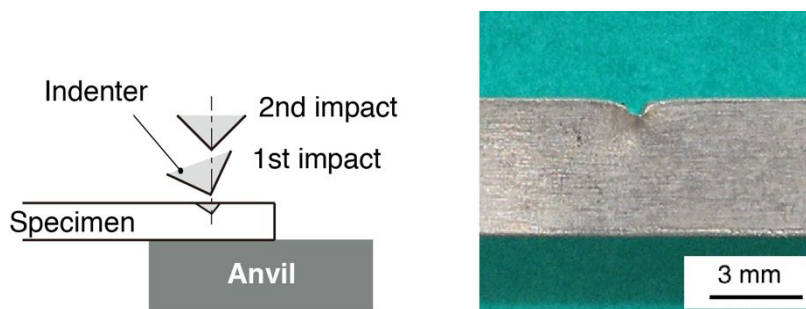


図3 非対称2段階圧こん導入したアルミニウム合金試験片

垂直および水平方向にそれぞれ0.2 mm 間隔で試料ステージを動かして、X線を透過させながら PILATUS 検出器にて Al の 331 回折(回折角  $2\theta$  は約  $26^\circ$ )の像を P1, P2 で水平方向の撮影した。L=711.889 mm である。試験片を  $90^\circ$  回転させて同一位置の回折像を測定した。測定したそれぞれのひずみを利用して、試験片高さ方向のひずみ  $\epsilon_1$  長手方向のひずみ  $\epsilon_2$  を求めた。平面応力を仮定して得られたひずみマップを図4(a)に示す。垂直方向の残留応力  $\sigma_1$  を見ると、圧こん導入により圧縮変形が除荷後戻ること、圧こん直下には引張の残留応力の領域が形成されている。また、その引張残留応力の領域を囲むように圧こん部から  $45^\circ$  方向に圧縮残留応力が現れている。二重露光法で測定された水平方向の残留応力  $\sigma_2$  をみると、圧こんの両脇表面部には大きな引張残留応力が発生している。両脇に押された部分が戻ること、引張の残留応力が形成されたものである。それとバランスして圧こん下には圧縮の残留応力が発生している。圧こん下部から  $45^\circ$  方向に引張残留応力領域が伸びてアンビル端の下面に引張残留応力部が発生している。

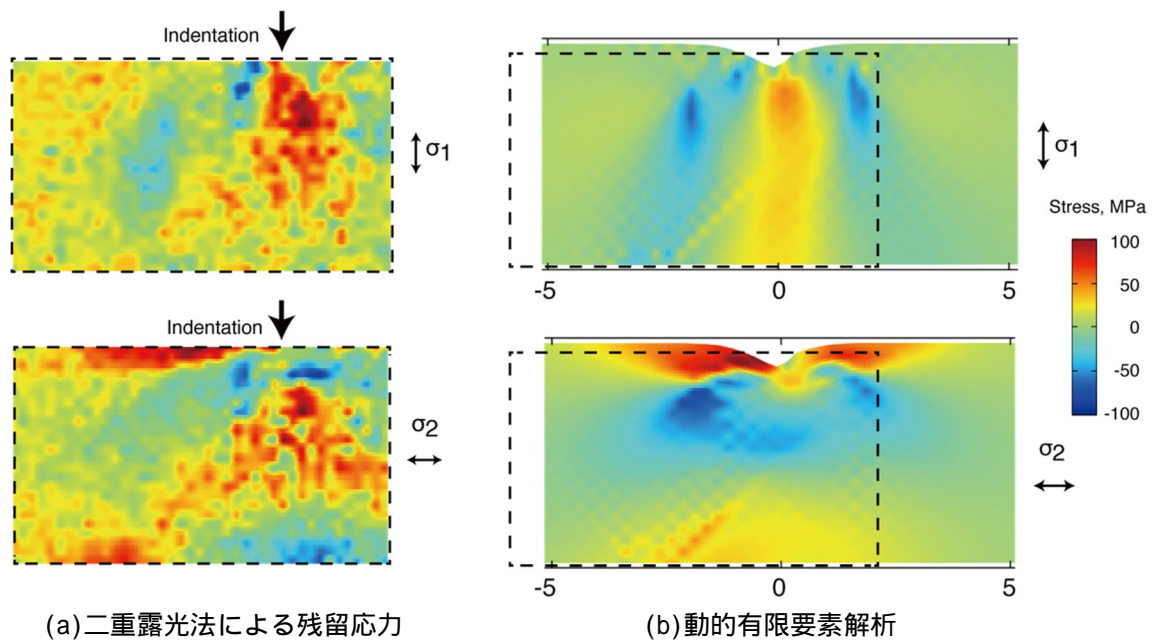


図 4 圧こん試験片の残留応力マップ

さて、二重露光法で測定された圧こん周囲の残留応力分布は、特徴的なパターンを示している。それが本当の姿を表しているのかを検証する必要があるため、動的有限要素解析を実施した。そのオープンソースプログラムは Impact である[6]。そのシミュレーション結果を図 4 (b)に示す。二重露光法で捉えた特徴的なパターンを有限要素法でも得ることができた。このことは、二重露光法による解析の信頼性を示すものである。

#### 5. 白色 X 線による挑戦とそのほか

前述の研究においては、シンクロトロン放射光の単色 X 線による研究であり、30 keV の X 線エネルギーの結果であった。2 次元検出器 PILATUS の検出効率は 30keV 以上で急激に低下する。それより高い X 線エネルギーに対応した検出器がないと鉄鋼材料の計測には利用できない。また、粗大粒においては、回折に与る結晶粒の数を増やすことも必要である。シンクロトロン放射光の強い透過力を持つ高エネルギー白色 X 線を利用すれば、寸法の大きい鉄鋼材料の応力評価も可能となり、鉄鋼材の溶接部の応力評価に道を拓くことができる。近年、対応した新しい検出器である CdTe ピクセル検出器が幸運にも開発された。早速、放射光白色 X 線と CdTe ピクセル検出器による二重露光法を試してみた。そのための解析ツールやシステムの開発[7]も着手して少しずつ成果を上げている[8]。

グラファイト(0002)、単結晶 Si (111)モノクロメータによる平行 X 線ビームと揺動を組合わせた二重露光法により、発散角が回折角度に影響しない測定手法を新たに試してみた。グラファイトでは明るいが平行度が不足している。また、Si (111)のウエファでは平行度が優れていたが、輝度が大幅に低下して実用には至らなかった。この点についても、まだ改良の余地がたくさんある。

#### 謝辞

大型放射光施設 SPring-8 における放射光実験は、No. 2018A3653, No. 2018B3653, No. 2018B3684, No.2019A1636 および No. 2019B3684 の各課題番号として実施した。これらの実験に際して高輝度光科学研究センター、量子研究機構、原子力研究機構の協力を頂いた。また、放射光実験に際しては、文部科学省のナノテクノロジープラットフォーム事業(No. A-18-QS-0032, No. A-19-QS-0037)の支援を得ている。

ここに記して感謝の意を表する。

#### <引用文献>

- [1] S.Taira and K.Tanaka, Local residual stress near fatigue crack tip, Trans. ISIJ, Vol. 19, pp.411-418 (1979).
- [2] B.B. He, Two dimensional X-ray diffraction, pp.272-303 (2009), Wiley.
- [3] JSMS-SD-14-20, cos 法による X 線応力測定標準(フェライト系鉄鋼材料編), (2020), 日

本材料学会 .

- [4] 鈴木賢治, 菖蒲敬久, 城 鮎美, 二重露光法による粗大粒材の応力測定, 材料, Vol.68, pp. 312-317 (2019).
- [5] H.F. Poulsen, Three-Dimensional X-Ray Diffraction Microscopy, (2004), Springer, Berlin.
- [6] <https://sourcrforge.net/project/impact/>
- [7] <http://kikai.ed.niigata-u.ac.jp/CdTe/>
- [8] 鈴木賢治, 城 鮎美, 豊川秀訓, 佐治超爾, 菖蒲敬久, CdTe ピクセル検出器による応力評価の実証的研究, 材料, Vol.69, pp. 293-299 (2019).

## 5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計6件（うち査読付論文 6件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 5件）

1. 著者名 K. Suzuki and T. Shobu	4. 巻 10
2. 論文標題 Intergranular Strains of Plastically Deformed Austenitic Stainless Steel	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 E-Journal of Advanced Maintenance	6. 最初と最後の頁 9-17
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） なし	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 -
1. 著者名 K. Suzuki, T. Shobu and A. Shiro	4. 巻 6
2. 論文標題 Stress Measurements of Coarse Grain Materials using Double Exposure Method with Hard Synchrotron X-Rays	5. 発行年 2018年
3. 雑誌名 Materials Research Proceedings	6. 最初と最後の頁 69-74
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） <a href="http://dx.doi.org/10.21741/9781945291890-12">http://dx.doi.org/10.21741/9781945291890-12</a>	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 -
1. 著者名 鈴木賢治, 苅蒲敬久	4. 巻 67
2. 論文標題 オーステナイト系ステンレス鋼の塑性変形による微視的残留応力	5. 発行年 2018年
3. 雑誌名 材料	6. 最初と最後の頁 708-714
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） <a href="https://doi.org/10.2472/jsms.68.312">https://doi.org/10.2472/jsms.68.312</a>	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 -
1. 著者名 Suzuki Kenji	4. 巻 92
2. 論文標題 Proposal for a direct-method for stress measurement using an X-ray area detector	5. 発行年 2017年
3. 雑誌名 NDT and E International	6. 最初と最後の頁 104 ~ 110
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） <a href="https://doi.org/10.1016/j.ndteint.2017.07.012">https://doi.org/10.1016/j.ndteint.2017.07.012</a>	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 鈴木賢治, 菟蒲敬久, 城 鮎美	4. 巻 68
2. 論文標題 二重露光法による粗大粒材の応力測定	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 材料	6. 最初と最後の頁 312-317
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) <a href="https://doi.org/10.2472/jsms.68.311">https://doi.org/10.2472/jsms.68.311</a>	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 -

1. 著者名 鈴木賢治, 城 鮎美, 豊川秀訓, 佐治超爾, 菟蒲敬久	4. 巻 69
2. 論文標題 CdTeピクセル検出器による応力評価の実証的研究	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 材料	6. 最初と最後の頁 293-299
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) <a href="https://doi.org/10.2472/jsms.69.293">https://doi.org/10.2472/jsms.69.293</a>	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 -

〔学会発表〕 計7件 (うち招待講演 1件 / うち国際学会 3件)

1. 発表者名 鈴木賢治, 菟蒲敬久, 城 鮎美
2. 発表標題 二重露光法による粗大粒の応力測定
3. 学会等名 日本保全学会第15回学術講演会要旨集, pp. 143-148, 2018/7/11, 福岡国際会議場
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 鈴木賢治, 菟蒲敬久, 城 鮎美
2. 発表標題 二重露光法による粗大粒の応力測定
3. 学会等名 第52回X線材料強度に関するシンポジウム講演論文集, pp. 82-85, 2018/7/13, 静岡県産業経済会館.
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 Kenji Suzuki <sup>1</sup> , Takahisa Shobu and Ayumi Shiro
2. 発表標題 Stress measurements of coarse grain materials using double exposure method with hard synchrotron X-rays
3. 学会等名 The 10th European Conference on Residual Stresses in Leuven, Kingdom of Belgium (国際学会)
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 Kenji Suzuki <sup>1</sup> , Takahisa Shobu and Ayumi Shiro
2. 発表標題 A new stress measurement for coarse grain materials using hard synchrotron radiations
3. 学会等名 The 4th International Conference on Maintenance Science and Technology, Tohoku University, Oct. 10-23-24/ (2018) (国際学会)
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 Kenji Suzuki, Takahisa Shobu
2. 発表標題 Diffraction plane dependence of micro-residual strain by plastic deformation
3. 学会等名 The 9th International Conference on Mechanical Stress Evaluation by Neutron and Synchrotron Radiation (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2017年

1. 発表者名 鈴木賢治, 菖蒲敬久
2. 発表標題 塑性変形による微視的残留応力の回折面依存性
3. 学会等名 第51回X線材料強度に関するシンポジウム
4. 発表年 2017年



1. 発表者名 鈴木賢治, 菫蒲敬久
2. 発表標題 オーステナイト系ステンレス鋼の微視的残留応力の回折面依存性
3. 学会等名 日本保全学会 第14回学術講演会
4. 発表年 2017年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

<p>CdTe検出器ツール  <a href="http://kikai.ed.niigata-u.ac.jp/CdTe/">http://kikai.ed.niigata-u.ac.jp/CdTe/</a></p>
--

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究分担者	城 鮎美 (瀬ノ内鮎美)  (Shiro Ayumi)  (60707446)	国立研究開発法人量子科学技術研究開発機構・関西光科学研究 所 放射光科学研究センター・研究員(定常)    (82502)	
研究分担者	菫蒲 敬久  (Shobu Takahisa)  (90425562)	国立研究開発法人日本原子力研究開発機構・原子力科学研究 部門 原子力科学研究所 物質科学研究センター・サブリー ダー    (82110)	