

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†

柴 野 純 一* 桐 山 幸 治** 梶 原 堅 太 郎***
菖 蒲 敬 久**** 鈴 木 賢 治***** 新 居 恭 征*****
三 浦 節 男* 小 林 道 明*

Observation of Internal Crack of Steel Bar by Computed Tomography and Strain Mapping near Its Tip Using Synchrotron White X-Ray

by

Jun-ichi SHIBANO *, Kouji KIRIYAMA **, Kentaro KAJIWARA ***, Takahisa SHOBU ****,
Kenji SUZUKI *****, Takayuki ARAI ***** , Setsuo MIURA * and Michiaki KOBAYASHI *

Observation of the internal crack of steel by a computed tomography (CT) and strain mapping near its tip were investigated using a white X-ray obtained from BL28B2 beam line at SPring-8 in Japan. A low-alloy and high-tensile steel was used as a specimen prepared in the tensile bar with a parallel part of 5mm diameter. A fatigue crack was introduced into the specimen under the pulsating tension load (stress ratio $R = 0$). CT observation of the crack in the specimen was carried out by using the CCD camera that can detect indirectly the X-ray transmitted through the specimen. To measure the strain using the energy dispersive X-ray diffraction technique, the synchrotron white X-ray beam, which had a height of $100\mu\text{m}$ and a width of $100\mu\text{m}$, was incident on the specimen with the Bragg angle θ of 5 degrees. As a result, the crack in the specimen under the tensile loading could be observed by the CT using the white X-ray. The resolution of CT, which was about $18\mu\text{m}^3$, was considerably lower than it using a monochromatic X-ray reported previously. The large tensile strain was measured near the crack tip. It was, however, relatively small under the influence of the long slender gauge volume as compared with the crack tip distributed circularly. It was confirmed that the FWHM of diffracted X-ray profile measured near the crack tip was increased due to the steep change in the strain distribution.

Key words : Crack, CT, Strain mapping, Synchrotron radiation, High energy white X-ray, Energy dispersive method

1 緒 言

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。そのためには材料内部の欠陥の非破壊的観察や内部ひずみ・応力の測定が重要であり、中性子や放射光単色 X 線による測定が行われている。内部き裂の非破壊観察に関する先駆的研究として、Stock らは Cornell Storage Ring (CHESS) において、22keV の単色 X 線を用いた高分解能 CT による疲労き裂開口現象の観察と詳細な考察を行っている。¹⁾また、欧州放射光施設 (ESRF) において共同開発された高エネルギー単色 X 線による 3 次元 XRD 顕微鏡法 (3DXRD microscope method) を用いて、Poulsen や Jensen らが結晶粒の形状・方向や内部ひずみ分布の高精度評価²⁾を行い、その手法は内部

欠陥の評価法としても発展している。Toda らは放射光 X 線マイクロトモグラフィにより、内部き裂のサブミクロンオーダーの 3 次元観察を行い、き裂の開口量やき裂進展駆動力の詳細な検討³⁾や 3 次元ひずみ分布解析⁴⁾を行っている。日本の大型放射光施設である SPring-8 では、坂井田ら⁵⁾や秋庭ら⁶⁾が、放射光の高輝度・高指向性を活かして材料表面き裂先端近傍の応力・ひずみの微細な分布測定を行っている。また、佐野らは、放射光マイクロ CT を用いて、比較的直径の大きなアルミニウム合金 ($\phi 7\text{mm}$) の内部疲労き裂の可視化を行っている。⁷⁾これらの先駆的研究は、主に X 線が透過しやすいアルミニウム合金に対して行われているが、鉄鋼材料については、塩澤、中井らによる放射光マイクロトモグラフィを用いた析出硬化型ステンレス鋼のフレッティング疲労き裂の観察 (測定断面寸法 $0.3 \times 0.3\text{mm}^2$) がある。⁸⁾このように、

† 原稿受理 平成 20 年 11 月 11 日 Received Nov. 11, 2008 ©2009 The Society of Materials Science, Japan
* 正 会 員 北見工業大学工学部 〒090-8507 北見市公園町, Dept. of Mech. Eng., Kitami Inst. of Tech., Kouen-cho, Kitami, 090-8507
** 正 会 員 スプリングエイトサービス(株) 〒679-5148 兵庫県佐用郡佐用町, SPring-8 Service Co., Ltd., Sayo-gun, Hyogo, 679-5148
*** (財)高輝度光科学研究センター 〒679-5148 兵庫県佐用郡佐用町, JASRI, Sayo-gun, Hyogo, 679-5148
**** 正 会 員 (独)日本原子力研究開発機構 〒679-5148 兵庫県佐用郡佐用町, JAEA, Sayo-gun, Hyogo, 679-5148
***** 正 会 員 新潟大学教育人間科学部 〒950-2181 新潟市五十嵐 2 の町, Dept. of Tech. and Living Sci., Niigata Univ., Igarashi-2-no-cho, Niigata, 950-2181
***** 北見工業大学大学院機械システム工学専攻 〒090-8507 北見市公園町, Dept. of Mech. Eng., Kitami Inst. of Tech., Kouen-cho, Kitami, 090-8507

放射光単色 X 線を用いた内部き裂の高精細観察や内部ひずみの高精度測定が活発に実施されているが、測定対象としてアルミニウム合金や小さい寸法の試料が多い。今後は鉄鋼系の比較的寸法の大きな試料への適用が期待されているが、その場合、より高エネルギーの X 線が必要となる。⁹⁾

一方、著者らは白色 X 線を用いたひずみ・応力測定に関する研究を行っている。白色 X 線によるエネルギー分散法では測定中、照射側、検出器側を含め稼動部がないため測定領域を確定できる。また、同じ方向を向いた異なる結晶格子面の間隔や回折強度に関する情報が同時に得られる利点がある。これによって、塑性変形域における結晶変形特性の結晶方位依存性の解析やその場観察などに対する有効性が期待されている。¹⁰⁾ 著者らはこれまでに、SPring-8 において得られる高エネルギー白色 X 線を用いて、鉄鋼材料の内部ひずみを測定するための基礎的検討を行った。^{11), 12)} その結果、高エネルギー白色 X 線は、特性 X 線では困難な数 mm レベルの深さまで侵入でき、中性子では回折強度の問題から時間的制約の大きい数 100 μ m オーダー領域のひずみ測定が可能なのことがわかった。さらに、白色 X 線を用いた内部観察¹³⁾ やき裂先端近傍のひずみ測定に関する報告^{14), 15)} が少ない中、疲労き裂を導入した梁部（厚さ 5mm）を有する溶接用低合金高張力鋼を用いて、CCD カメラによる材料内部き裂の透過イメージングと、き裂先端近傍に分布する内部ひずみの 2 次元マッピングを行い、その有用性を検討した。¹⁶⁾

本報告では、大型放射光施設 SPring-8 の共用ビームライン BL28B2 において、白色 X 線を用いて材料内部のき裂の CT による観察と、き裂先端近傍のひずみ分布測定の検討を行った。試験片には疲労き裂を導入した平行部（直径 5mm）を有する丸棒引張試験片（溶接用低合金高張力鋼）を用いた。佐野らの手法を参考に、試験片に引張り負荷をかけた状態で白色 X 線による CT を可能とする装置を作製した。CT で観察された材料内部き裂分布と、き裂先端近傍に分布するき裂直交方向内部ひずみの 2 次元マッピングから、両者の関係を検討した。

2 実験方法

2.1 試験片

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。試験片は厚さ 16mm の圧延鋼板から切り出し、旋盤により直径 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 $^{\circ}$ C で 1 時間保持の残留応力除去焼なましを行っている。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。焼なまし後、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。

2.2 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 Fig. 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負荷をかけ

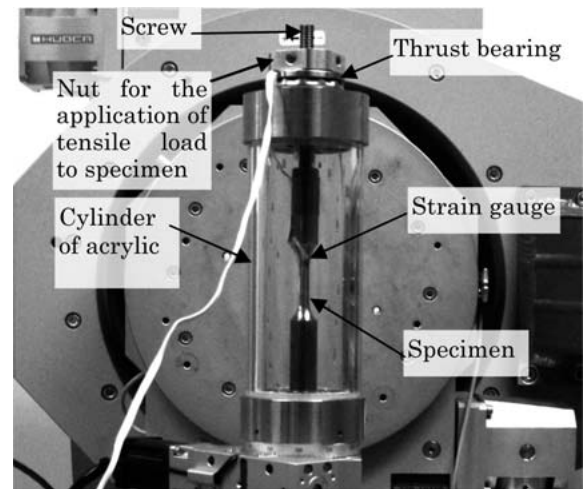


Fig. 1 Compact tension equipment for CT and internal strain measurement using synchrotron white X-ray.

るために上部にねじ部を有している。試験片にねじりモーメントができるだけ作用しないようにスラストベアリング上のナットを回転させて引張荷重を負荷する。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）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 μ 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 $^{\circ}$ ステップで 0 $^{\circ}$ から 180 $^{\circ}$ 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 3 次元表示を行った。

2.3 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。測定装置の概観を Fig. 2 に示す。試験片上流側に放射光減衰板としてアルミニウム板 7mm を設置した。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ー 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。予め既知のエネルギーを有するサンプルを測定し、検出エネルギーとチャンネルとの較正を行わなければならない。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 $Pb-K\alpha 1$ (74.9694keV)、 $Pb-K\alpha 2$ (72.8042keV) と放射性同位元素 Co-57 (122keV) を用いて求め、式 (1) となった。

$$E_n = 0.0541 \times CH + 0.2539 [\text{keV}] \quad (1)$$

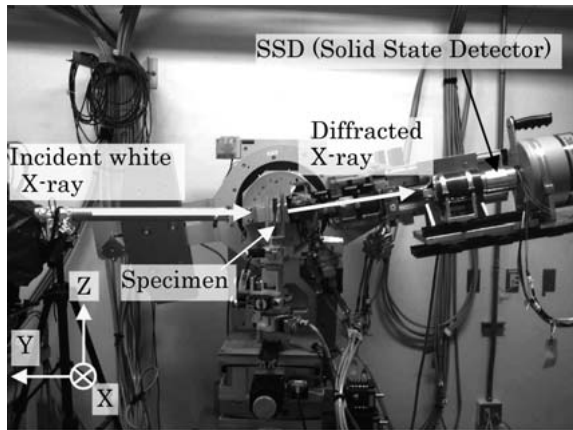


Fig. 2 Experimental setup of strain mapping using high energy white X-ray at BL28B2 in SPring-8.

ここで、 CH はMCAのチャンネルナンバーである。式(1)から明らかなように、本実験では1チャンネルあたりのエネルギー幅は 54.1eV であり、4096チャンネルで約 221keV までのエネルギーの弁別が可能となっている。

Fig. 3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。利用できるマシンタイムの制約からき裂直交方向(Fig. 3のZ方向)ひずみのみ測定した。ひずみ測定は、試験片に引張負荷として約 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

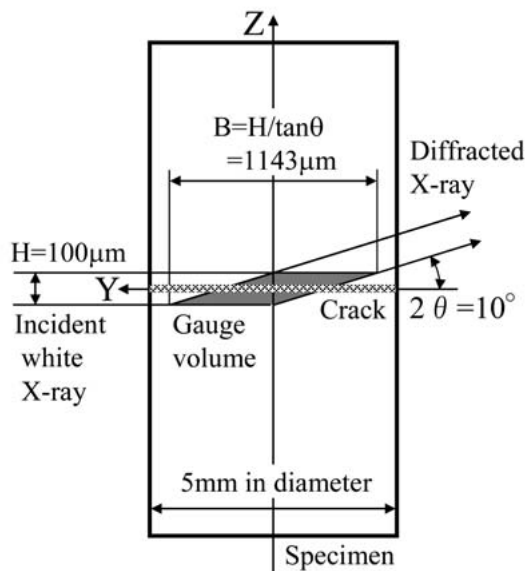


Fig. 3 Setup of specimen for strain measurement and schematic diagram of gauge volume using transmission diffracted X-ray.

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 から式(2)で求める。

$$\varepsilon = \frac{d - d_0}{d_0} = \frac{E_{n0} - E_n}{E_n} \quad (2)$$

ここで、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なまししたもの測定して求めた。

ひずみ測定に先立ち、Fig. 3の試験片Y軸と放射光ビームを一致させ、その直線上にイオンチャンバーを設置した。測定位置の設定のためイオンチャンバーを用いてノッチ底の検出をゲージボリュームの半割り(ゲージボリュームが試験片に半分だけ架かる状態)により行った。その後、イオンチャンバーを撤去し、Fig. 3のY-Z面内で検出器SSDを $2\theta = 10^\circ$ (回折角)の位置に設置した。試験片はCT撮影とマッピングする際のステージ移動の制御を考え傾けていない。したがって厳密にはZ軸に対して 5° 傾いた方向のひずみを測定しているが、違いは極わずかである。

き裂の内部進展の大きな位置を把握するため、試験片の中心軸からノッチ方向に直径上を $200\mu\text{m}$ 間隔で11点測定した。その結果、中心から 0.4mm 付近に明らかにエネルギー値が変化、すなわちひずみの大きな領域が存在した。このことから、き裂先端のおおよその位置が確認できたので、試験片平行部軸中心を $X=Y=0$ 、ノッチ底中央を $Z=0$ とし、き裂近傍にFig. 4に示すひずみ測定領域を設定した。X-Z面内で軸中心から($Z = \pm 600\mu\text{m}$) \times ($X = 0 \sim 1000\mu\text{m}$)の範囲を間隔 $\Delta Z = 200\mu\text{m}$ 、 $\Delta X = 100\mu\text{m}$ で77点測定した。Z=0のX-Y面内で軸中心から($X = 0 \sim 1400\mu\text{m}$) \times ($Y = 0 \sim -2500\mu\text{m}$)の範囲内を間隔 $\Delta X = 100\mu\text{m}$ 、 $\Delta Y = 500\mu\text{m}$ で71点測定した。測定間隔は、X、Y、Z軸のそれぞれの方向で計測範囲が接するように設定した。Fig. 3に示すように計測範囲のYZ断面が平行四辺形であるので、Y軸に沿った測定間隔については、Y軸方向長さの約1/2にし、少し重なるようにしている。

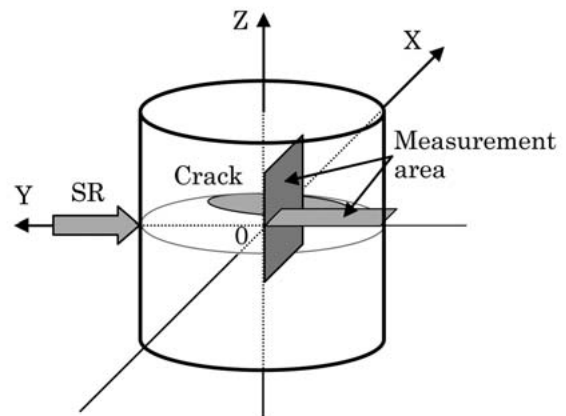


Fig. 4 Measurement area for strain mapping near the crack tip.

3 実験結果と考察

3・1 き裂面平行方向におけるき裂観察

X-Y 断面 ($Z = 0$) における CT 画像を Fig. 5 に示す。Fig. 5 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 $+54\mu\text{m} \sim -30\mu\text{m}$ 程度の範囲で 3 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、Fig. 5 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。

試験片内部き裂進展状況を直接観察するため、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荷重をかけた状態で、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。Fig. 6 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内部に存在していた。

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るため、分解能としてはこの積算処理の影響を受けて実質的に $18\mu\text{m}^3$ 程度になっていると考えられる。ここで、測定時の引張荷重を単調荷重とした場合の、き裂先端開口変位 CTOD を Dugdale-Barrenblatt モデルを用いて推定する。まず、一様引張りを受ける片側半楕円状き裂を有する丸棒のモー

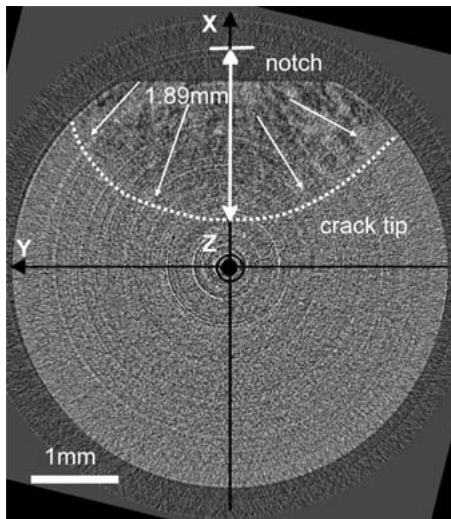


Fig. 5 CT image of the fatigue crack at X-Y section ($Z = 0$).

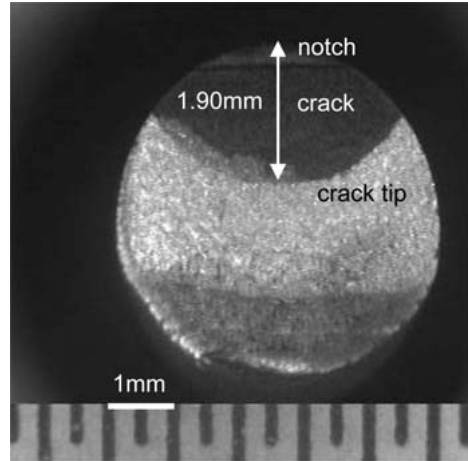


Fig. 6 Photograph of the fatigue crack by heat tinting method.

ド I の応力拡大係数 K_I は、西谷ら¹⁷⁾が体積法を用いて求めているが、厳密には求め難いので、ここでは帯板で近似を試みる。この場合、応力拡大係数 K_I は、例えば Tada ら¹⁸⁾により以下のように定義されている。

$$K_I = \sigma \sqrt{\pi a} F(\xi), \quad \xi = a/W \quad (3)$$

$$F(\xi) = \sqrt{\frac{2}{\pi \xi} \tan \frac{\pi \xi}{2}} \frac{0.752 + 2.02\xi + 0.37 \left(1 - \sin \frac{\pi \xi}{2}\right)^3}{\cos \frac{\pi \xi}{2}} \quad (4)$$

式 (4) において、 W は帯板の幅、 a はき裂長さ、 σ は引張応力である。式 (3)、(4) の W に丸棒の直径を帯板の幅に見立てた 5mm、 a にはノッチの深さに加熱着色法により得られた直径上のき裂長さを加えた 1.90mm、 σ に引張最大公称応力の 150MPa をそれぞれ代入すると、応力拡大係数 K_I は式 (5) となる。

$$K_I = 23.18 \left[\text{MPa} \sqrt{\text{m}} \right] \quad (5)$$

材料内部のき裂先端開口変位 CTOD は式 (6) で算出する¹⁸⁾

$$\delta_t = \frac{K_I^2 (1 - \nu^2)}{\sigma_y E} \quad (6)$$

式 (6) から CTOD は約 $3.2\mu\text{m}$ となり、き裂先端を判定するには $18\mu\text{m}^3$ の分解能では明らかに不足していることがわかる。白色 X 線を用いた CT の分解能の向上については、単色 X 線による方法を参考に検討を行う。

3・2 き裂先端近傍のひずみ分布

Fig. 7 に本実験で使用した試験片の回折 X 線プロファイルを示す。バックグラウンドが若干高いが、個々の回折ピークの強度も高く測定には支障ない。回折 X 線のピークエネルギーはガウス曲線近似し求めた。

ひずみ分布の一例として、Fig. 8 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。

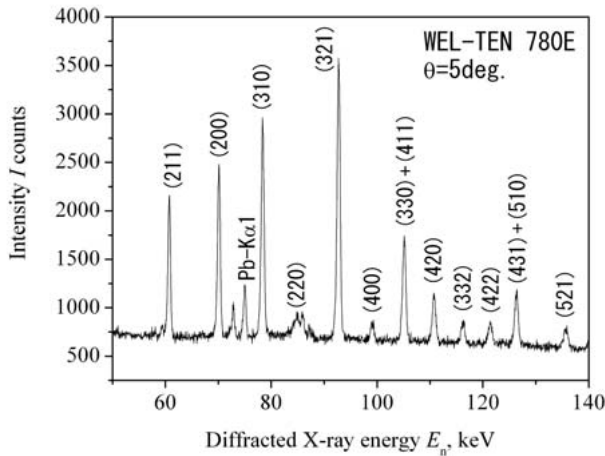
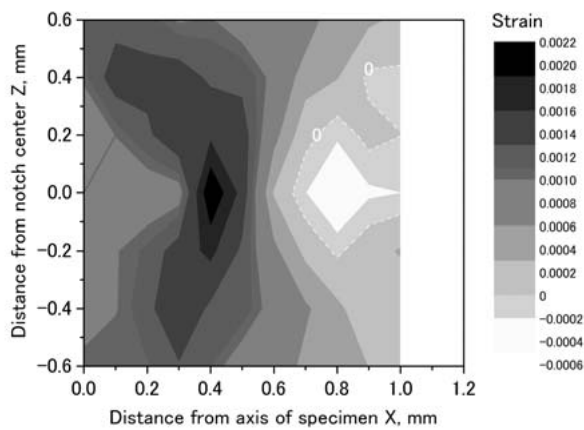


Fig. 7 Diffraction profile of specimen using white X-ray.

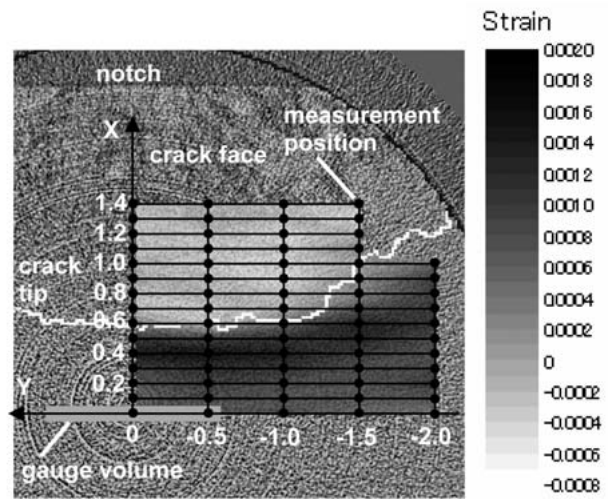
Fig. 8 Internal strain ϵ_z distribution of α -Fe321 in X-Z section near the crack tip under tensile loading.

試験片表面の平面応力状態とみなせる領域の単調塑性域寸法は式 (7) で表される.

$$2r_p = \frac{1}{\pi} \left(\frac{K_I}{\sigma_Y} \right)^2 \quad (7)$$

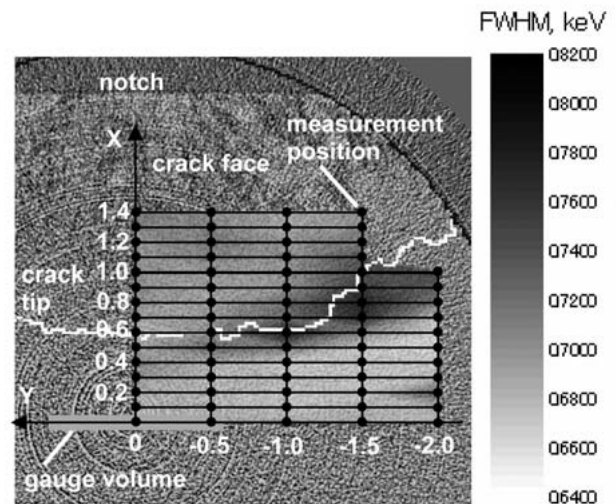
式 (7) に試験片の降伏応力 $\sigma_Y = 779\text{MPa}$ と式 (5) を代入すると, 単調塑性域寸法は約 0.282mm となる. 試験片内部の平面ひずみ状態とみなせる領域の単調塑性域寸法は式 (7) の $1/3$ とされており, その場合は約 0.094mm となる. Fig. 8 のき裂先端近傍に見られる引張負荷による最大ひずみ領域の幅は 0.1mm 程度であり, この領域が降伏していると考えると妥当な大きさと考えられる.

Fig. 9 に $Z = 0$ の X-Y 面内で測定された α -Fe321 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. 図中の白線は加熱着色法により確定されたき裂先端である. Fig. 9 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ると予想されるが, 現時点では明らかにできていない.

Fig. 9 Strain ϵ_z distribution of α -Fe321 plane superimposed upon the CT image in the X-Y section at $Z = 0$.

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. 今後, 計測範囲の大きさや測定位置・方向について検討が必要と考えている.

Fig. 10 に, $Z = 0$ の X-Y 面内で測定された α -Fe321 面の回折 X 線半価幅 FWHM を同じ位置の CT 画像に重ねて示す. Fig. 10 より最大の FWHM の増大が見られる領域が最大ひずみの発生している領域と異なっていることがわかる. FWHM は塑性ひずみの発生に相関して増大することが知られているが, Fig. 10 の結果は逆の傾向を示しているようにも見える. この原因として, 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¹⁹⁾によって表され, 式 (8) に示すガウス関数となる.

Fig. 10 FWHM distribution of α -Fe321 plane superimposed upon the CT image in the X-Y section at $Z = 0$.

$$R(E_n, E_n^p) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}\hat{s}(E_n^p)} \exp\left[-\frac{(E_n - E_n^p)^2}{2\hat{s}(E_n^p)^2}\right] \quad (8)$$

この式は、エネルギー E_n^p の X 線が E_n のエネルギーを有するものとして測定される確率を示す。また、式 (8) の $\hat{s}(E_n^p)$ はガウス分布の標準偏差であり式 (9) で求められる。

$$\hat{s}(E_n^p) = \frac{\Delta E_{FWHM}(E_n^p)}{2\sqrt{2\ln 2}} \quad (9)$$

ここで、 ΔE_{FWHM} は単一エネルギー E_n^p を測定したときに得られるプロファイルの半価幅 FWHM (分解能) であり式 (10) で表される。^{20, 21)}

$$\Delta E_{FWHM}(E_n^p) = \left[\Delta E_{amp}^2 + \left\{ 2.355(F\beta E_n^p)^{1/2} \right\}^2 \right]^{1/2} \quad (10)$$

ここで、 ΔE_{amp} はプリアンプを含めた電子回路における分解能低下量、 F は Fano ファクター (約 0.1)、 β は SSD に用いられている半導体の電子・正孔対生成エネルギーであり、Ge の場合 2.8eV である。したがって、白色 X 線の回折線スペクトルが $I(E_n^p)$ とすると、実際には応答関数によってフォールディングされ式 (11) となる。¹⁹⁾

$$M(E_n) = \int_0^\infty R(E_n, E_n^p) I(E_n^p) dE_n^p \quad (11)$$

さらに、MCA のチャンネル i (エネルギー間隔 ΔE) に記録されるカウント数は式 (12) となり、離散的なプロファイルとなる。²²⁾

$$M_i = \int_{E_i - \Delta E/2}^{E_i + \Delta E/2} M(E_n) dE_n \quad (12)$$

回折線スペクトル $I(E_n^p)$ が分布を持たず、単一エネルギー E_n^p において強度 I のみを有する場合、式 (12) は式 (13) で近似することができる。

$$M_i = I \cdot R(E_n, E_n^p) \quad (13)$$

ここで、仮想的に $I = 1.0$ 、 $\Delta E_{amp} = 0$ 、 $F = 0.1$ 、 $\beta = 2.8\text{eV}$ とし、無ひずみ状態の αFe321 面で回折する X 線のエネルギー E_n^p を 92.840keV (回折角 $2\theta = 10^\circ$) とし、式 (13) によりプロファイルを作成すると Fig. 11 となる。さらに、き裂先端近傍のように降伏応力に対応したひずみ (回折 X 線エネルギー $E_n^p = 92.478\text{keV}$) 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

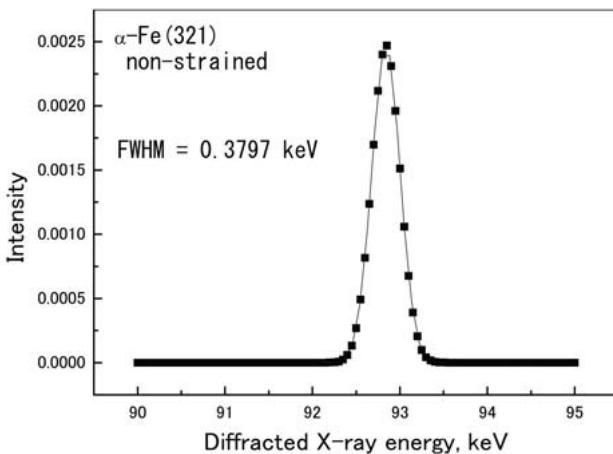


Fig. 11 Diffraction profile of αFe321 plane under non-strained condition.

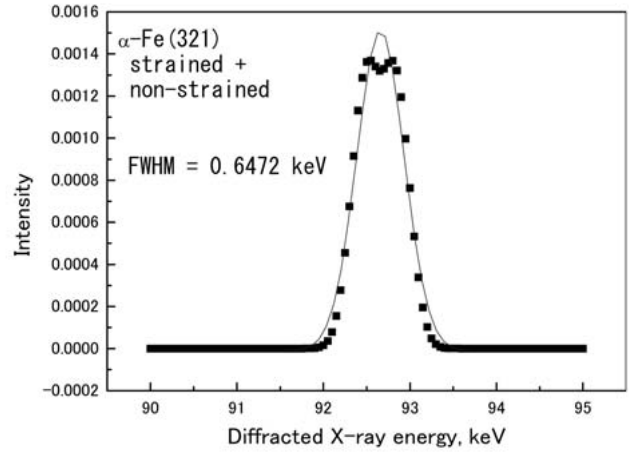


Fig. 12 Diffraction profile of αFe321 plane under condition of mixed strained and non-strained area.

合わせにより Fig. 12 が得られる。Fig. 12 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 線プロファイルの半価幅は増加するため、塑性ひずみ発生量との相関を議論することは困難といえる。一方、き裂先端近傍で FWHM が最大となる位置はき裂先端位置とほぼ重なっており、その位置検出に利用できる可能性がある。き裂先端近傍から得られる回折 X 線プロファイルには、急激なひずみ変化や勾配、塑性ひずみなど、さまざまな情報が含まれることが考えられる。それらの分離や正確な評価方法について今後検討を行う。

4 結 言

大型放射光施設 SPring-8 の共用ビームライン BL28B2 において、高エネルギー白色 X 線を用いた材料内部き裂の CT による観察と、き裂先端近傍のひずみ測定の検討を行った。試験片には表面観察で長さが約 1mm 程度の疲労き裂を導入した溶接用低合金高張力鋼製の丸棒引張試験片 (平行部直径 5mm) を用いた。得られた主な結果を以下に示す。

(1) 50keV 以上の高エネルギー白色 X 線を用いることで、直径 5mm の丸棒鋼内部き裂の CT 観察の可能性を確認した。しかしながら本法では、き裂先端検出時の測定分解能が $18\mu\text{m}$ レベルであり、実用的には 1 けた以上の分解能向上が望まれる。

(2) 材料内部に進展したき裂先端近傍に、き裂面直交方向の大きな引張りひずみを確認した。しかし、細長い平行六面体となった計測範囲に対しき裂先端が円弧状の場合、ひずみの平均化による影響が顕著であり、計測範囲や測定位置の検討が新たな課題となった。

(3) き裂先端近傍で見られた X 線回折プロファイルの半価幅増大は、計測範囲におけるひずみの急激な変化による回折エネルギーの変動が主な原因であることが明らかになった。半価幅の増加は、従来、塑性域発生の評価に用いられてきたが、き裂先端近傍ではひずみ変化の影響を考慮する必要がある。

なお、本研究は (財) 高輝度光科学研究センターの SPring-8 利用研究 2007B1543 の援助を受けた。本研究を遂行するにあたり、(財) 高輝度光科学研究センターの今井

康彦博士に多大なご協力をいただいた。また、装置および試験片作製では北見工業大学技術部の堂田誠治氏、山田忠永氏、石澤真也氏にご協力をいただいた。ここに記して感謝の意を表する。

参 考 文 献

- 1) A. Guvenilir and S. R. Stock, "High resolution computed tomography and implications for fatigue crack closure modeling", *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, Vol.21, No.4, pp.439-450 (1998).
- 2) H. F. Poulsen, S. F. Nielsen, E. M. Lauridsen, S. Schmidt, R. M. Suter, U. Lienert, L. Margulies, T. Lorentzen and D. Juul Jensen, "Three-dimensional maps of grain boundaries and the stress state of individual grains in polycrystals and powders", *Journal of Applied Crystallography*, Vol.34, pp.751-756 (2001).
- 3) H. Toda, I. Sinclair, J. Y. Buffiere, E. Marie, K. H. Khor, P. Gregson and T. Kobayashi, "A 3D measurement procedure for internal local crack driving forces via synchrotron X-ray microtomography", *Acta Materialia*, Vol.52, pp.1305-1317 (2004).
- 4) J. J. Ahn, H. Toda, M. Niinomi, T. Kobayashi, T. Akahori and K. Uesugi, "True-3D strain mapping for assessment of material deformation by synchrotron X-ray microtomography", *Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation*, Vol.760, pp.1423-1430 (2005).
- 5) Y. Sakaida, K. Tanaka, Y. Akiniwa and Y. Sawaki, "In-situ local stress measurement near notch tip in alumina ceramics using synchrotron radiation source", *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, Vol.52, No.10, pp.1225-1230 (2003).
- 6) Y. Akiniwa, H. Kimura and K. Tanaka, "Measurement of stress distribution near notch and fatigue crack in ultra-fine grained steel by synchrotron radiation", *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, Vol.53, No.7, pp.752-757 (2004).
- 7) Y. Sano, K. Masaki, Y. Ochi, K. Akita and K. Kajiwara, "Imaging of fatigue cracks in aluminum alloy by micro computed tomography with synchrotron radiation", *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, Vol.57, No.4, pp.395-400 (2008).
- 8) D. Shiozawa, Y. Nakai, T. Kurimura, Y. Morikage, H. Tanaka, H. Okado, T. Miyashita and K. Kajiwara, "Observation of cracks in steels using synchrotron radiation X-ray micro tomography", *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, Vol.56, No.10, pp.951-957 (2007).
- 9) T. Shoubu and K. Tanaka, "Simultaneous measurement of CT observation and strain distribution of fatigue crack in steel bars using high energy synchrotron radiation X-rays", *Proceedings of the 43rd Symposium on X-Ray Studies on Mechanical Behaviour of Materials*, pp.120-125 (2008).
- 10) Y. Akiniwa, T. Hiramura, H. Kimura and Y. Ju, "Evaluation of characteristics of an austenitic stainless steel foil by polychromatic X-rays", *Proceedings of the 43rd Symposium on X-Ray Studies on Mechanical Behaviour of Materials*, pp.149-154 (2008).
- 11) T. Hirata, J. Shibano, T. Shobu, K. Suzuki, H. Kaneko and M. Kobayashi, "Strain measurement in the depth of the order of millimeter using high energy white X-rays", *Key Engineering Materials*, Vols.324-325, pp.1225-1228 (2006).
- 12) J. Shibano, T. Shobu, K. Suzuki, T. Hirata, H. Kaneko and M. Kobayashi, "Measurement of internal strain in materials using high energy synchrotron radiation white X-rays", *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, Vol.56, No.10, pp.985-992 (2007).
- 13) S. W. Whilkins, T. E. Gureyev, D. Gao, A. Pogany and A. W. Stevenson, "Phase-contrast imaging using polychromatic hard X-rays", *Nature*, Vol.384, No.28, pp.335-338 (1996).
- 14) M. Croft, Z. Zhong, N. Jisrawi, I. Zakharchenko, R. L. Holtz, J. Skaritka, T. Fast, K. Sadananda, M. Lakshmiopathy and T. Tsakalakos, "Strain profiling of fatigue crack overload effects using energy dispersive X-ray diffraction", *International Journal of Fatigue*, Vol.27, pp.1408-1419 (2005).
- 15) M. Rahman, M. E. Fitzpatrick, L. Edwards, S. Pratihari, M. Peel, A. Steuwer and T. Buslaps, "Investigation of the stress fields around a fatigue crack in aluminium alloy 5091", *Materials Science Forum*, Vols.571-572, pp.119-124 (2008).
- 16) J. Shibano, K. Kajiwara, K. Kiriyama, T. Shobu, K. Suzuki, S. Nishimura, S. Miura and M. Kobayashi, "Study on imaging and strain mapping in the vicinity of internal crack tip using synchrotron white X-ray", *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, Vol.57, No.7, pp.667-673 (2008).
- 17) H. Nishitani and D. Chen, "Stress intensity factor for a semi-elliptic surface crack in a shaft under tension", *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers (Series A)*, Vol.50, No.453, pp.1077-1082 (1984).
- 18) H. Tada, P. C. Paris and G. R. Irwin, "The stress analysis of cracks handbook 3rd ed.", pp.52-53, pp.432-433 (2000) *The American Society of Mechanical Engineers*.
- 19) N. Tsoulfanidis, "Measurement and Detection of Radiation", p.283, p.337 (1983) *McGraw-Hill*.
- 20) T. Fukamachi, S. Hosoya and O. Terasaki, "The Precision of Interplanar Distances Measured by an Energy-Dispersive Diffractometer", *Journal of Applied Crystallography*, Vol.6, pp.117-122 (1973).
- 21) T. Takama and S. Sato, "Energy Dispersive X-ray Diffraction Method and Its Application", *Advancement of X-ray Analysis IX*, pp.17-25 (1977).
- 22) J. Shibano, T. Ukai and S. Tadano, "New polychromatic X-ray method for stress measurements along the depth direction in a subsurface layer", *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers (Series A)*, Vol.60, No.571, pp.784-791 (1994).