

## 高エネルギー放射光による応力評価の国際動向と測定標準化

新潟大学 教育人間科学部  
鈴木 賢治

### 1. はじめに

高エネルギー放射光X線による材料特性とひずみ解析に関する国際会議 (International Workshop on Hard Synchrotron X-rays for Texture and Strain Analysis) に参加し、高エネルギー放射光を利用した応力評価の研究動向を知る機会を得た。この会議は、ドイツ・ハンブルグの放射光施設 DESY (Deutsches Elektronen-Synchrotron) において開催され、2003年4月9日から11日の3日間で講演69件が予定された (図1)。



図1 会場となったDESYの正面ゲート

さらに、この国際会議に付随して4月12日に VAMAS会議のTWA20の会合が開催された。日本からの出席を強く要請され、TWA20の会合にも参加した。今回のVAMAS-TWA20は高エネルギー放射光X線による応力測定標準を策定するために開催され、放射光施設にとって重要な国際共同が提案された。これについての詳細は後述する。

4月7日の春を思わせる陽気の中、成田空港から飛び立ったが、折しもテロ、イラク攻撃、株の安値などの政治・経済の混乱に加え、SARSの騒ぎでマスクをした人たちが多く、心の晴れない出国となった。

フランクフルトも肌寒く、ハンブルグでは雪が空から舞っていた。しかしながら、4月8日から13日まで、DESYのゲストハウスを用意していただき、とても心地よく滞在できた。

### 2. ワークショップにみる国際動向

3日間のワークショップは、毎朝午前8時半に開始し夕方7時までホールでの発表と討論が繰り広げられた。一ヶ所の会場に百人近くが集中し、ロビーに休む人もなく、このように熱心かつハードな会合は初めてであった。日本人は小生ひとりだけであり、東南アジアからの出席者はほとんどなく、ヨーロッパと米国からの参加者で占められた。

これまで、中性子回折を利用して材料の深部の变形と応力評価が積極的に研究され、また低エネルギーX線による材料表面の同様の研究も大きく体系化されている。そのため近年は、この中性子の深部と低エネルギーX線の表面部の中間領域を研究する方法として高エネルギー放射光に大きな期待が寄せられて、各研究者がしのぎを削っている。その成果を一同に介して講演される本ワークショップはたいへん有意義であり、放射光による日本の材料研究の今後の方向を定める上でも大いに役立つものであった。本稿では、放射光による材料評価の研究の特徴とその動向について記す。

#### 2-1. 徹底した微小領域の研究

放射光X線は高輝度を最大の特徴とする。その利点を積極的に生かしたテーマは、微小領域の研究である。微小領域にX線ビームを絞り、それを高精度、高速に測定することは放射光の得意とする分野である。特に、二次元検出器の進歩には目を見張るものがあり、日本の研究の立ち後れを感じた。

二次元検出器の分解能は、どの発表もほぼ1 $\mu$ mの単位であり、その高分解能を生かした研究が多かつ

た。材料の変形による多結晶の集合組織の発達挙動を追跡し、各結晶単位でのマップを作成するX線顕微鏡的研究がすでに完成している。

このような研究は、放射光があれば簡単にできるものではなく、微小領域の研究には、光学系、試験片および負荷装置、位置決め精度などが決定的に重要になる。彼らの成果の陰には、地道な研究の積み重ねによる経験とノウハウの蓄積があることが感じられた。二次元検出の方法は、蛍光をCCDで読みとる簡単なことに思えるが、決してそうではない。検出部は、1) X線を発光させるコンバータ部、2) 発光を処理するフィルター、レンズなどのカップリング部、3) CCDセンサー部、4) 読み取りシステム部の4つの構成部分からなり、それぞれに研究と工夫がある。特に、発光体の膜が厚くなると厚さ方向に発光が生じ解像度が低下するので、微小領域の発光体ほど薄膜化を必要とする。今回の報告では、微小領域に対応して薄膜化蛍光板の開発が進んで0.8 $\mu$ mの厚さまで到達している。また、高エネルギーX線に適した発光材料の選定も研究の対象となっている。

微小領域をめざせば、いくら高輝度の放射光であっても回折強度は低下する。そのため、点検出器では自ずと測定時間が長くなり測定効率がよくない。その場合、二次元検出器の利用は避けることができない。二次元検出器を利用した材料特性の評価の研究を早急に立ち上げる必要を痛感した。

## 2-2. その場観察の積極的利用

「百聞は一見にしかず」と言われるごとく、その場観察が与える知見は多い。放射光の研究動向の特徴の一つが、その場観察である。たとえば、X線源の輝度の低い研究室X線では、炉内の試料の測定は困難を伴うが、放射光施設では炉内に入れた測定もあまり障害にはならない。また、大きな負荷装置を研究室のX線装置に組み込むことも難しいが、放射光は大きな実験ハッチ内で測定するので、装置も組み込み易い利点がある。放射光実験では、その場観察を行うにはとても都合がよい。

講演では、アルミ合金中にトレーサー(タングステン粉末)を入れ、押し出し加工によるアルミの流動をその場観察する報告があった。また、軽量化で期待の大きいマグネシウム合金の圧延による変形挙動を高エネルギー放射光で極点図を作成して研究していた。材料特性評価の基礎研究が、軽量化の研

究・開発と結びついており、基礎と応用の研究がうまくかみ合いながら放射光を利用していることは、学ぶべき点である。その他、SiC繊維強化材の引張りによるSiC繊維の破壊の応力と様子を各繊維に放射光ビームを当てながら測定をしている研究、PLZT(Pb, La, Zr, Ti)O<sub>3</sub>の電極電圧とひずみ挙動のその場測定例もあった。

研究室レベルで実験が困難なその場観察の研究を積極的に展開するためには、ビーム担当者をはじめとするスタッフと利用者のよりよい協力関係もますます大切になる。よい研究を産み出すためには、SPring-8の利用者懇談会などソフト面での発展・充実なども軽視できない。

## 2-3. 高エネルギーの透過力を生かした研究

高エネルギーX線の魅力はその透過力にある。好例が、高エネルギーX線CTである。非常に優れた透過力と微小に絞られたビームにより、これまで見られなかった対象の三次元像を測定している。たとえば、疲労き裂の開閉挙動の三次元イメージなどの研究分野を刺激する研究も報告された。また、ウニの歯、耳骨、初期腫瘍などのXCTもあり、生体材料の微小領域の透過観察手法として高エネルギーX線CTはますます利用されるであろう。

入射・受光スリットで切られた体積(ゲージ体積)の格子面間隔を回折角の変化から測定し、試料のゲージ体積を機械的に移動しながら三次元の応力・ひずみマップを作成するひずみスキニング法については、多くの報告があった。溶接・接合、表面改質、複合材など多くの応力測定例が紹介された。残念ながら、日本ではまだ高エネルギー放射光を利用したひずみスキニングの実験は進んでいない。ひずみスキニング法は、中性子応力測定標準で使用される方法であり、高エネルギーX線による応力測定標準の方法として採用されるはずである。そのためにも、ひずみスキニング法の実験技術を早急に確立する必要がある。

## 2-4. 白色X線とエネルギー分散への挑戦

高エネルギー放射光X線の透過力をさらに追求した方法として、白色X線による研究の報告が数件あった。ゲージ体積も0.05 mm×0.06 mm×0.5 mmの微小化を実現して溶接部のひずみスキャンを行っていた。エネルギー分散法による応力測定では、検出器の分解能が課題となっている。分解能が向上すれ

ば、この方法も優れた方法として見過ごせず、実験手法の追求とノウハウの蓄積を軽視できない。その他、恐竜の化石の内部の解析例もあり、化石などの文化財の非破壊測定など工学とは異なるところでも役立っている。ただし本人の弁によれば、恐竜の化石は粗粒かつ複雑形状で研究用の試験片のように簡単ではないとのことである。

いずれにしても、放射光を利用した地道な研究にも力を注いでいることが伺える。これらの努力が、やがて質的発展の原動力になることは間違いない。

#### 2-5 . ヨーロッパの産業支援体制の取組み

今回のワークショップ参加で忘れてはならない講演の一つとして、英国サルフォールド大学のP. J. Webstar教授の講演したFaME38 ( Facility for Materials Engineering 38 ) について述べなければならぬ。

2002年にESRFに隣接したヨーロッパの中性子と放射光の研究施設ILL ( Institute Laue Langevin ) に材料工学のための中性子、放射光の利用施設としてFaME38プロジェクトが開始された。世界に中性子と放射光の施設があり、そこには高度の科学と技術がある。しかし、それらと材料技術者との隔たりは大きく、材料技術者にとって不可欠な中性子や放射光の利用が進んでいないのも事実である。Webstar教授らは、これにいち早く気づいて、材料技術者に対して中性子や放射光の利用の橋渡しをするセンターの必要性を訴えた。そのセンターとして500万ユーロの資金援助の基にFaME38が設立された。FaME38では、学術研究者には実験立案、データの処理や解析の援助を行い、産業利用者には必要に応じて全測定からデータ解析の処理まで提供できる。

中性子および放射光による応力測定施設のFaME38の準備は進んでいる。中性子応力測定標準も作業が完了している。しかし、高エネルギー放射光の応力測定標準の草案はまだないと、Webstar教授は強調した。また、Webstar教授は中性子応力測定施設の教訓を踏まえ、高エネルギー放射光応力測定に以下の3点を検討事項 ( must be improved ) と示した。

- 1 . Positioning
- 2 . Repeatability
- 3 . Efficiency ( cost )

高エネルギー放射光応力測定標準化において、これらの指摘に留意して作業を進めることは重要で

ある。また、高エネルギー放射光応力測定標準ができたならば、FaME38は中性子応力測定に加え、高エネルギー放射光の応力測定でもめまぐるしい活躍をすることは間違いない。

日本において、放射光施設と材料技術者の隔たりは、ヨーロッパ以上に大きい。日本にもFaME38のようなプロジェクトが必要と感じるのは、私だけであろうか。現在も、放射光の利用は常に申請と採択待ちを繰り返している。個人の努力だけでは、放射光による応力測定の研究の立ち遅れを克服することは困難である。この状況のままでは、世界一の放射光施設を持ちながら、材料技術分野の産業利用ではますます立ち遅れ、取り返しのつかないことになることを危惧する。しかし、FaME38のような戦略をいま持つならば、組織的に集中的に遅れを取り戻せる好機にもなり得るであろう。なお、FaME38のパンフレット ( pdf ) は、URL=<http://www.ill.fr/FaME38/> からダウンロードできる。

#### 2-6 . DESYの見学

ワークショップ2日目に講演のキャンセルによる40分ほどの空き時間を利用してガーデンウォークと称してDESYの見学会が特別に計画された ( 予定されていれば、カメラを用意したのだが ) 。天候は肌寒だったが、広大な敷地で歴史あるドイツの放射光施設を見学する幸運に恵まれた。見学した実験施設はPETRA1とDORISの二カ所であった。

PETRA1は大型の装置が入るようにビームラインが大きく開放された状態にあり、日本のPFやSPring-8しか見たことのない私は驚かされた。日本では実験装置がハッチの中であり、ハッチの中が照射室になる。しかし、PETRA1の実験等ではハッチの中にコンピュータや椅子があり、人の方がハッチの中に入り、日本とは逆であった。

DORISの中はいろいろな手製の実験装置が所狭しと並び、また多様な実験を長年経て手を加えられ、各サイトが個性的かつ複雑な様子が一目でわかる。また、ビームラインのギャラリーには年季の入ったサッカーゲームがあり、まさにサッカー王国のドイツを思わせる。

DESYには、食堂、カフェテリア、ピストロがそれぞれあり、特にピストロはワイン、ビールから立派な料理 ( ポリウムもある ) を提供して、23時まで営業をしており、実験をする人にとっては実にありがたい。ゲストハウスも新旧様々あり、長期滞在

から短期まで対応している。DESYはハンブルグの静閑な住宅街にあり、Sバーンのオートマルシェン駅から休日でもバスが1時間に3本もあり、全く不便を感じさせない。

日本の放射光施設は、街から離れ立地しているために、正直なところ不便を感じることも多い。出張して実験する旅行日程、滞在中の生活などは、放射光実験とは直接関係ないが、DESYを体験するとちょっとうらやましくなった。

### 3. 高エネルギー放射光の応力測定標準に向けて

今回の国際会議で報告しなければならない重要なことは、VAMAS-TWA20ミーティングについてである(図2)。VAMASとは、The Versailles Project on Advanced Materials and Standardsの略語である。VAMAS会議の歴史と使命について次に簡単に述べる(詳しくは、<http://www.vamas.org/>を参照)。

近年、各先進国の材料開発は非常に激しい競争にあり、速いテンポで展開される傾向にある。そのため、材料評価の標準が開発速度に追いつかなくなっている。新素材の設計・利用においては、多種多様な材料評価の標準が不可欠であり、このままでは、各国の産業・貿易に不都合が生じることが危惧されていた。1982年にG7ベルサイユ・サミットが開催され、先進材料の標準化に関する国際協力が合意され、その実現のためにVAMAS会議が発足した。5年ごとに参加国の代表者による調印を経て継続、1997年には無期限の延長の覚書を締結した。その目的は、G7参加国間で新材料に関連した新技術の発展と国際標準化を促進することにより、先端技術製品の貿易および、経済的交流を活性化することにある。VAMASでの国際ラウンドロビンテストの結果を取りまとめ、TTA文書(Technology Trends



図2 VAMAS-TWA20の出席者(左端がDr M. R. Daymond)

Assessments)としてISOに提案することで、標準の成立までの時間を短縮できる。これまでに、VAMASの活動はISO, IEC, ASTMなどの標準作成と改訂に貢献している。現在、技術作業部会(TWA: Technical Working Area)は28組織あり、TWA20は、まさに残留応力測定をテーマとした技術作業部会である。TWA20は2001年で、中性子回折を利用した応力測定の標準の作業を完了した。今回のTWA20ミーティングにより、高エネルギー放射光X線による応力測定標準化が開始された。

4月12日のVAMAS-TWA20の会合には約15人の出席があり、ほとんどがAPS, ESRF, ILL, DESYなどの欧米の研究施設の利用者であった。

自己紹介の後、Rutherford Appleton Lab.のDr M. R. Daymond議長により会が進行し、彼は1996年から2001年にかけて作成された中性子応力測定標準の作業の経緯を説明した。中性子応力測定に関わるTWA20の活動では、40ヶ所を越えるラウンドロビン試験が測定精度を向上させたことが力説され、興味深く聞いた。社会的影響を及ぼす標準の作成作業では、いかに多くの機関と関係者が共同することが標準の信頼性の向上に不可欠かを肝に命ずる必要がある。その後、配付資料はなく自由な討論に移った。

40から100keVの放射光を利用することで、中性子では応力測定できなかった精度、微小領域および高速測定が実現できると、参加者からの期待が集まり、作業を進めることになった。参加者の発言により、検討事項を出し合い、今後の検討事項として

- ・装置  
光源、光学系、ビーム安定性検出器など
- ・測定方法  
回折条件の選定方法、位置決め、ケージ体積、キャリアレーション方法、測定時間、弾性定数、その他の物性値、無ひずみ試料と測定、有効な板厚、吸収補正など
- ・試料  
対象材料、粒径、応力タイプ、処理、形状、表面とコーティング、溶接、単純から複雑形状、微小領域(電子デバイス)、複合材
- ・測定施設  
APS, ESRF, DESY, DF, Swiss, ALS, Anka, NSLS, SPring-8, PF, etc

などを絞り込みながら、ラウンドロビンの具体的方向を決定することになり、2年で一度目の測定を完了したいとDr Daymondより提案があった。

今回のTWA20の会合を英国マンチェスターで開催予定の第2回中性子および放射光による応力評価に関する国際会議<sup>(注1)</sup>にて開催することが確認された。それまでに各参加者は、参加委員、参加機関、ひずみスキャンニングとマイクロフォーカスのどちらの実験方法が可能か、希望サンプルなどについて検討することが要望された。

#### 4. おわりに

以上、国際会議での研究動向とVAMAS-TWA会議について報告した。世界の放射光X線による応力測定は、高エネルギー領域で成果を上げ実用化に達しており、日本の遅れは否めない。卓越した研究を世に産み出すことは、SPring-8の大切な使命である。しかし、世界に水を開けられている高エネルギー放射光による応力評価の実験技術を引き上げる努力も同様に重要である。

日本国内でもラウンドロビンを遂行できるしっかりした体制を作る必要があり、参加機関、参加者などの組織化が急務となる。また、ラウンドロビンや標準策定を通して日本の放射光による応力測定技術をレベルアップできる。特に、SPring-8がTWA20の中軸となり、高エネルギー放射光による応力測定標準の作成を遂行することを、世界が期待している。

中性子による応力測定の標準化においては、日本原子力研究所が日本の中心機関となり、実験体制の組織、研究の推進でも献身的な活動を展開し、国際社会で日本の責任を果たし、高い評価を得ている。その他、日本国内でもその成果に基づき日本材料学会X線材料強度部門委員会から中性子応力測定法として今年度内に発行される予定である。

余談であるが、小生は、第2日目の最後に Applications on hard synchrotron X-rays to thermal barrier coatings の題名で40分の招待講演を行った。この講演は、ガスタービンの遮熱コーティングを対象に72keVの高エネルギーX線を利用して温度変化に伴うコーティングの内部応力のその場測定をした結果、また低・高エネルギーX線の侵入深さの差を利用してコーティングのはく離応力を測

定するハイブリッド法を提案し、その酸化損傷したコーティングのはく離応力の測定結果を発表した。講演後の2件の質問にも何とか回答できた。講演後“Good presentation”と声をかけてくださる方もあり、ホッとした次第である。また、VAMAS会議の後、遅い昼食を参加者と取りFaME38の研究員Dr Sitepuと意気投合し、ハンブルグ市内を見物することになり、市庁舎と内アルスター湖などの景観も楽しませていただいた(図3)。



図3 ハンブルグのシンボルの内アルスタ湖

ドイツ放射光機構DESYより渡航および滞在に関わる全費用の援助をいただいた。また、デンマーク・リソ国立研究所のDr. H. F. Poulsenおよび高輝度光科学研究センターの産業応用・利用支援イググループリーダー古宮 聡博士の両氏から講演の機会を与えていただいた。名古屋大学田中啓介教授に講演の準備のお世話になった。ここに記して感謝の意を表する。



鈴木 賢治 SUZUKI Kenji

新潟大学 教育人間科学部 生活環境学科  
〒950-2181

新潟市五十嵐2の町8050番地

TEL・FAX : 025-262-7087

e-mail : suzuki@ed.niigata-u.ac.jp

【略歴】

1958年 生まれ

1980年 新潟大学工学部機械工学科卒業

1982年 新潟大学大学院工学研究科修了

1982年 新潟大学教育学部助手

1989年 新潟大学教育学部助教授

1993年 学位取得 博士(工学)名古屋大学

1998年 新潟大学教育人間科学部助教授 現在に至る

(注1) 2nd International conference MECA-SENS, Stress Evaluation By Neutron and Synchrotron Radiation, 8-9 September 2003, Crawford House, Manchester, UK. URL= <http://www.MecaSens.org/>