



躍動

若手研究者・技術者の取り組みと将来の夢

学問の道を歩み始めて—X線回折による研究—

Starting Academia Life -X-Ray Diffraction Study-

熊谷正芳

Masayoshi Kumagai

東京都市大学
工学部 機械システム工学科
講師

1 はじめに

現在、私は東京都市大学にて講師として勤務しており、主にX線回折を利用した応力測定やラインプロファイル解析などによる鉄鋼をはじめとした機械構造材料の評価に関する研究を行っています。学生時代は武蔵工業大学（現、東京都市大学）にて大谷眞一先生、秋田貢一先生らのご指導の下、薄膜のX線応力測定に関する研究を行っておりました。当時、秋田先生らが高エネルギー加速器研究機構の放射光施設 Photon Factoryにて実験をされており、その実験に参加させて頂いたことが研究者を目指すきっかけの一つになったと思います。

大学院修了後、前職の浜松ホトニクスに勤務しました。浜松ホトニクスといえば、カミオカンデでのニュートリノ実験に用いられた光電子増倍管が有名かと思いますが、入社後はレーザーの応用製品であるステルスダイシング技術の開発に従事しました。配属時はちょうど製品化と普及を目指した開発が進められている頃で、一番大変だけれど一番面白いときに携わることができたと思っています。うまく加工できないお客さんのウエハの加工条件を四苦八苦しなごう考えたり、トラブルで客先に呼び出されたり、といった実務や加工現象理解のための研究をしたりと幅広い経験をさせて頂きました。研究面では大阪大学の太田悦二先生、長崎県の森田英毅先生に大変お世話理になりました。また、国内外を問わず半導体メーカーの方々、半導体製造装置メーカー、関連素材メーカーなど多くの方々と一緒に仕事をさせて頂いたこともいい経験となりました。

2010年に浜松ホトニクスを退職し、同年4月より東京都市大学に勤務しております。時を同じくし新日鐵から今福宗行先生も転職され、大谷先生、今福先生、小職の3人体制で研究室での生活が始まりました。学生時代から長年にわたりお世話になった大谷先生は本年3月末をもって定年退職を迎えら

れました。そして、4月から大谷先生の後任として日本原子力研究開発機構から再び秋田貢一先生が着任され、新たな体制がスタートしました。

さて、アカデミアの世界へ転籍した小職はと言いますと、学生時代に行っていたX線応力測定に加え、何か新しいことを行いたいと考えラインプロファイル解析を用いた研究を行うことにしました。ラインプロファイル解析による研究事例は研究事例については次節でご紹介させて頂きますが、簡単に言えばX線回折強度曲線（ラインプロファイル）の逆解析によって転位密度など結晶材料の微視組織に関する物理量を求める方法です。

鉄鋼協会での活動としては2015年度からは「鉄関連材料のヘテロ構造・組織の解析研究フォーラム」、昨年度からは「鉄鋼のミクロ組織要素と特性の量子線解析研究会」などに参加させて頂き、広い意味で応力・ひずみの解析方法であるX線・中性子線回折法についての議論をさせて頂きました。また、本年度より「金属組織のマルチスケール応力・ひずみ評価研究自主フォーラム」を立ち上げさせて頂き、応力・ひずみを中心にその評価法としてのX線・中性子線回折法も含めた議論をしていく予定です。また、日本材料学会のX線材料強度部門委員会においてラインプロファイル解析小委員会を設置させて頂き、ラインプロファイル解析に関する活動を展開しております。同活動では日本鉄鋼協会のフォーラム活動とも連携し、機械工学分野や材料工学分野といった異分野の参加者を得て、幅広い議論を展開しております。

2 X線回折による評価の事例¹⁻³⁾

本節ではX線回折による残留応力測定とラインプロファイル解析の両方を適用した研究例の紹介をさせて頂くこととします。材料の機械的強度の向上を目的とした表面処理方法の一つにピーニング処理があります。ピーニング技術は金属

材料表面へ圧縮残留応力を導入することで、繰返し負荷による疲労の寿命向上や応力腐食割れ対策などの効果が期待され、特に自動車部品では圧縮残留応力導入を目的としてコイルばねへの施工が広く行われています。ここではピーニング処理方法として広く用いられているショットピーニング(以下、SP)に加え、原子力プラントなどで利用されているレーザーピーニング(以下、LP)により施工した供試材を用い、施工方式による微視組織の違いを評価しました。

供試材にはオーステナイト系ステンレス鋼SUS316を用い、受入れ後に1323 Kで1 h保持後、水冷の溶体化処理および、真空中で873 Kで30 min保持の焼きなましを行いました。その後、SP処理およびLP処理を施しました。なお、施工条件は施工方式による微視組織の違いを比較するため、それぞれの残留応力分布が等しくなる様に条件を選択しました。

残留応力測定はX線残留応力測定装置により、Mn-K α 線による γ -Feの311回折を用いて $\sin^2\psi$ 法により測定を行いました。このときX線応力定数は単結晶の弾性スティフネスよりKrönerモデルにより求めた値 -302 deg/MPa としました。硬さ試験はマイクロビッカース硬さ試験機を用い、押し込み荷重は0.981 N、押し込み時間は15 s、繰返し数5回とてその平均値を求めました。ラインプロファイル解析のためのX線回折測定には集中法光学系により γ -Feの各回折プロファイルを測定しました。

Fig.1に残留応力測定により得られたSP材およびLP材の残留応力分布を示します。試料表面におけるSP材およびLP材の残留応力はLP材の方がやや圧縮応力が大きいものの概ね一致しており、深さ方向の残留応力分布も同傾向となっていることが確認できました。

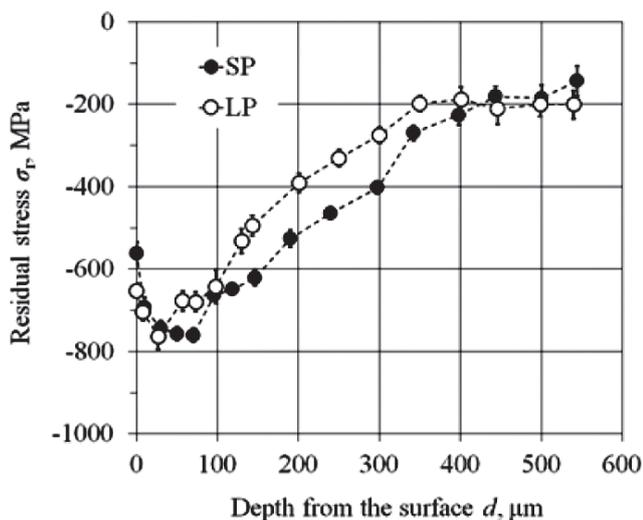


Fig.1 Residual stress profiles in the depth direction for the SP and LP specimens.

Fig.2に硬さの深さ方向分布を示します。未施工材の硬さはHV163であり、試料表面近傍においてSP試験片の硬さはHV444と2.7倍硬く、LP材の硬さはHV323と2.0倍硬くなっています。また、試料表面からの深さが大きくなるに従い、硬さは低くなり、深さ400 μm 程度では未施工材の硬さとほぼ等しくなっています。この傾向はSP材とLP材で同じ傾向ですが、各深さにおける硬さはいずれの深さにおいてもSP試験片の方がLP試験片よりも大きく、試料表面近傍では約1.3倍SP材の方が硬くなっています。SP材とLP材の残留応力の深さ分布はほぼ等しくなりましたが、硬さの分布は異なっていることがわかります。

修正Warren-Averbach法を用いて転位密度を求めた結果をFig.3に示します。未施工時の転位密度は $4 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ であるのに対し、SP材およびLP材での試料表面における転位密度は $3 \times 10^{16} \text{ m}^{-2}$ および $4 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ と増加しました。しかし、

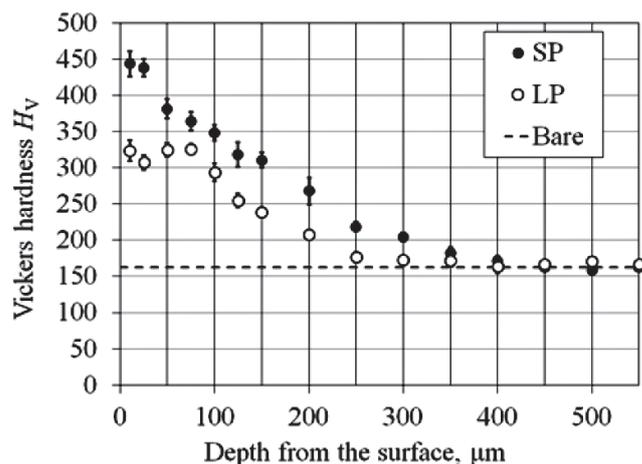


Fig.2 Hardness profiles in the depth direction for the SP and LP specimens.

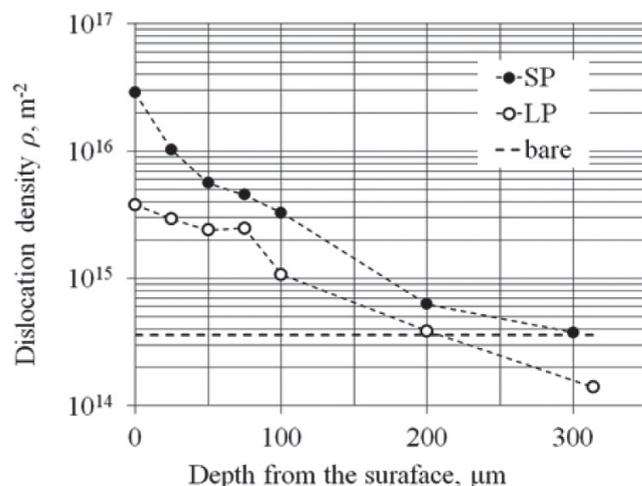


Fig.3 Dislocation density profiles toward depth direction of SP and laser peening LP specimens.

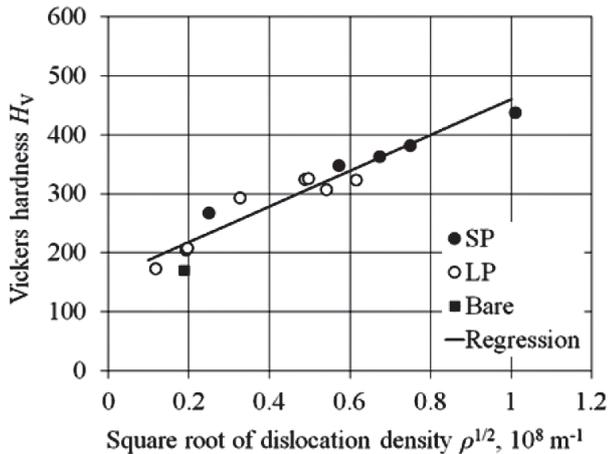


Fig.4 Relationship between the dislocation density and the hardness of Bare, SP, and LP specimens.

SP材の転位密度はLP材の7.5倍と転位の増加率が大きくなります。また、SP材およびLP材ともに表面からの深さが大きくなるに従い転位密度が低下し、200から300 μm 付近において未施工材の転位密度とほぼ等しくなっており、表面からの深さが大きくなるとピーニング処理による影響が小さくなることわかりますが、SP材と比べLP材の方が各深さにおける転位密度は低く、影響深さも浅いことがわかります。また、光学顕微鏡による観察において深さ100 μm 程度ではSP材はすべり帯が存在するのに対しLP材では存在しないことを確認しており、ラインプロファイル解析による転位密度分布と深さ方向の塑性変形量分布が対応していることがわかります。

この研究ではSP材およびLP材における深さ方向の残留応力分布がほぼ等しい試験片を用いましたが、それぞれの硬さ分布は異なり、SP材の方がLP材に比べ硬くなりました。これはラインプロファイル解析による評価結果からSP材の方が加工の程度が大きく、加工硬化による硬さの上昇の程度が大きいためであると考えられます。一般に転位密度の平方根と降伏応力の間には直線関係があり、また十分に加工硬化した材料において硬さと降伏応力の増分は比例関係にあることが知られています。そこでラインプロファイル解析により得られた転位密度の平方根と硬さの関係でまとめると

(Fig.4)、未施工材、SP材、およびLP材における結果によらず、横軸と縦軸の間には直線関係があることがわかります。

本研究ではオーステナイト系ステンレス鋼に方式の異なるSPおよびLPの二つのピーニング施工を行い、施工方式の違いにより生じる微視組織の違いをラインプロファイル解析によって定量的に評価しました。その結果、SP処理およびLP処理によって同程度の残留応力分布となるよう加工した場合、SPの転位密度はLPと比べ十倍程度高いことがわかりました。また、残留応力の深さ方向分布は同等であったが、硬さはSP材の方がLP材と比べ各深さにおいて大きくなる傾向がありました。この結果は転位密度の上昇による加工硬化によって説明できることがわかりました。

3 おわりに

早いもので大学に勤め始め8年が過ぎました。十分な取組ができていたか、結果を出せてきたかを問えばまだまだ、全然というのが答えであるかと思いますが、その道を歩みきかけを与えてくださった先生方、転身を認め暖かく送り出して頂きました皆様、迎え入れご指導・ご指導頂きました諸先生、諸先輩方のおかげで、ここまでは歩んでこれたと思います。この紙面をお借りし皆様にお礼申し上げます。8年ということで前中後と3期に分ければちょうど前期が終わろうとしている頃かと思えます。少年(?)老いやすく学成り難し、ということでははだんだん流れていきますので、この執筆を一つのきっかけに前期を振り返り、中期、後期へと向かっていきたいと思えます。

参考文献

- 1) M. Kumagai, K. Akita, Y. Itano, M. Imafuku and S. Ohya: J. Nucl. Mater., 443 (2013), 107.
- 2) M. Kumagai, K. Akita, M. Imafuku and S. Ohya: Adv. Mater. Res., 996 (2014), 39.
- 3) M. Kumagai, K. Akita, M. Imafuku and S. Ohya: Mater. Sci. Eng., A 608 (2014), 21.

(2018年6月20日受付)

先輩研究者・技術者からのエール

茨城大学 大学院理工学研究科 量子線科学専攻 教授

佐藤 成男

熊谷先生に初めてお目にかかったのは、2010年に主催したX線を用いたマイクロひずみ解析シンポジウムの折でした。当時、X線回折ラインプロファイルによる転位の解析が国内では必ずしも一般的ではない中、それに同じく興味を持つ熊谷先生は心強い相談相手となりました。また、機械系の熊谷先生と材料系の私では金属組織、材料強度への視点が微妙に異なりました。このちょっと違った立場がお互いの知識を補完し、ラインプロファイル解析の理解の解釈、その問題点の議論にもつながりました。

ラインプロファイル解析は、X線や中性子の回折ピークの形状をもとに転位密度を導きます。ただし、透過電子顕微鏡のような直接観察法とは異なり、転位による結晶のひずみを解析する必要があります。熊谷先生は多少難解な理論を独力で理解し、解析プログラムを開発しました。ラインプロファイル解析理論の強み、弱みを検証すると共に、実験室X線、SPring-8、J-PARCでの実験に取り組み、国内のラインプロファイル解析の第一人者として活躍されております。

先に記したとおり熊谷先生は機械系の出身であり、構造材として材料が持つ寿命について関心をお持ちです。材料表面の残留応力は材料の寿命に影響し、圧縮の残留

応力を材料表面に付与することで材料の寿命を高め、一方で引張応力は割れの発生原因にもなります。したがって、材料強度、破壊には残留応力の理解が不可欠となります。熊谷先生はX線残留応力解析に関する見識も深く、残留応力と転位の関係を調査し、本稿にあるような研究成果を得ています。また、伸線加工パーライト鋼に形成する残留応力についても解析を行い、独自に残留応力形成モデルを提案しています。

さて、熊谷先生の指導学生が笑いながら話してくれた逸話があります。「居室を掃除した後、熊谷先生が来て机に残ったほこりを指でこすり、『これで掃除したつもりか!』と叱られました」と…。学生は面食らったかもしれませんが、材料分析において清浄な環境は不可欠であり、「良い環境なくして良い研究なし」という姿勢の現れかと思えます。このように熊谷先生は常にきっちりされており、それは材料分析、解析にも一貫しております。ただし、単に厳しいだけではなく、普段は朗らかであり学生に慕われ、また、材料分野、機械分野の多くの研究者に広いつながりをお持ちです。今後も学生、共同研究者に慕われる人格者として研究活動に邁進し、X線材料強度分野の育成、進展に貢献頂ければと思います。

ImPACT (革新的研究開発推進プログラム) プログラム・マネージャー (元 (株) 東芝)

佐野 雄二

熊谷さんとの出会いは彼が武蔵工業大学の修士1年のときであったと記憶しています。当時私は東芝で原子力プラント用のレーザーピーニング技術を開発しており、熊谷さんの指導教員の秋田貢一先生と共同研究をしていたのが縁で、一緒に研究を始めることになりました。熊谷さんは活発で、時には後輩をたしなめることもあり、良い伝統の研究室と感じていました。共同研究では、レーザーピーニングによる残留応力の発生メカニズムを高エネルギー加速器研究機構のフォトンファクトリー (PF) を使って調べていました。当時のPFは現在のSPring-8の様な恵まれた環境にはなく、ビームラインに回折計を持ち込んで組み上げ、調整して初めて実験ができるという状況でした。測定も自動化されておらず不眠不休での実験でしたが、世界初の技術を最先端の手法を駆使して開発しているというワクワク感がありまし

た。熊谷さんにとって初めてのPFでの実験であったと思いますが、準備から測定まで積極的に動いてくれたことを思い出します。

大学院修了後は民間企業へ就職されたのですが、レーザー関係の仕事を通して偶然学会でお会いするなど、不思議なご縁が続いてきました。

大学へ戻られてからは元々取り組まれていたX線応力測定に加え、ラインプロファイル解析に関するご研究に取り組まれていると伺っていますが、新たな研究領域を切り開いていただけるものと期待しています。

私も4年前に東芝からJSTへ出向し、ImPACTのプログラム・マネージャーとして新たな仕事に取り組んでおりますが、またどこかで熊谷さんと一緒に仕事ができることを楽しみにしています。