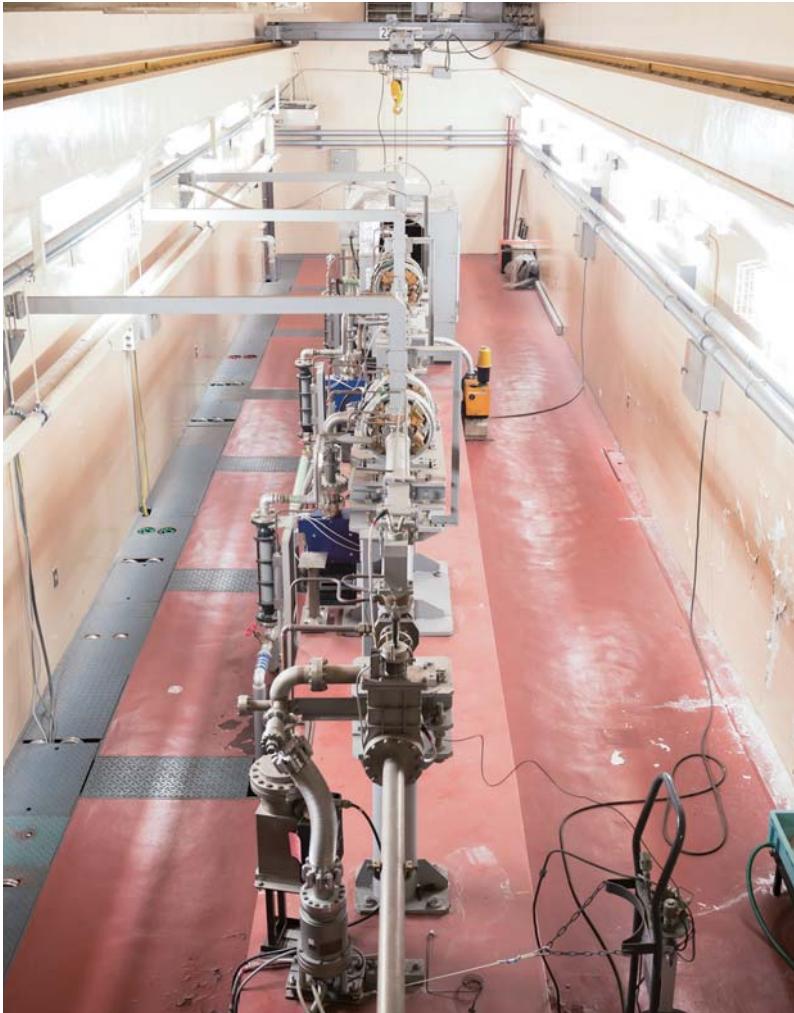


## 〔戦略・基盤研究〕 特集 材料開発を加速する「計測解析評価研究」



HUNS-I (小型中性子源) の主要装置。左がターゲット、右が加速器(北海道大学)



輸送機器の抜本的な軽量化を目指すISMAプロジェクトでは、鉄鋼、非鉄金属、CFRPなど部素材別の課題に加えて、横断的課題として「接合技術開発」と「戦略・基盤研究」を掲げています。

「戦略・基盤研究」では10年にわたる長期プロジェクトの健全性を担保するため、社会動向を踏まえた開発方向性の確認や新規研究開発テーマの提案などを行っています。その中から、実用化に向けて重要な

共通基盤的研究を行う「計測解析評価研究」を取り上げます。

今年度は「計測解析評価研究」に7大学が参加していますが、今号では中性子利用技術(北海道大学・大沼正人教授)、自動車車体構造の接合部の設計・評価技術(大阪大学・渋谷陽二教授)、金属材料の低侵襲余寿命評価法と耐水素脆化(帝京大学・横堀壽光特任教授)の3テーマを紹介します。

[戦略・基盤研究]  
**特集 材料開発を加速する「計測解析評価研究」**

**中性子利用技術の  
産業界への普及に貢献**

大沼 正人 教授  
(北海道大学 工学研究院 量子理工学部門)



**ナノ組織の解析フローを一新する中性子**

最新の鉄鋼材料はナノスケールまで高度に組織制御された製品が市販されています。その開発を支える金属組織評価は透過型電子顕微鏡(TEM)を使用した薄膜による二次元的な観察が中心で、試料の薄膜化や研磨などに手間と熟練が必要なことから、時間的にも人的コストにおいても、新材料開発のボトルネックとなっています。そこで本研究では中性子の隠れたポテンシャルに着目し、「簡単」で「早い」ナノ組織評価法を開発しています。

中性子は陽子とともに原子核を構成する粒子で、電荷を持たないため、物質への透過率が高く、物質内部の構造を調べるのに適しています。ただし中性子を取り出すには、原子核を壊さなければならないので、研究用の原子炉や大型の加速器といった大規模な施設を使う必要があります。国内では茨城県東海村にある研究用原子炉JRR-3やJ-PARCが中性子利用の中心機関ですが、世界中の研究者が必要としていることから、日常的に使用することはできません。そのような状況の中、北海道大学にはHUNS-I(小型中性子源：瞬間強力パルス状放射線発生装置)がありました。出力は1kWと小さいのですが、1~20nm程度の金属材料の微細組織を

見る目的に特化した解析装置(図1)を開発したところ、大型施設と変わらない測定結果が得られることがわかりました。この研究はナノ組織の解析フローを一新できる、という手ごたえを感じました。

**試料のスクリーニングに効果大**

中性子は材料を三次元で「ざっくり見る」ことに優れています。その特性から簡便な解析手法が生まれました。まず試料の準備は、材料を試料ホルダーに収まるサイズに切り出し、測定装置に置くだけです。そして新合金開発の際、初期段階で中性子を利用すると、試料のスクリーニングに必要な組織平均情報が、煩雑な統計処理なしで取得できるので、詳細解析に進むべき試料が簡単に選択できます(図2)。試料準備と解析プロセスの省略により、開発にかかる時間と費用を大幅に圧縮できるというわけです。

試料は非破壊的(薄膜化や研磨が不要)に扱うため、測定後は実際の使用環境に戻し、ナノ構造の変化を定点観測することもできます。また中性子を利用すると、合金ごとの組織平均情報の違いが一目でわかるところから(図3)、標準材と比較して微細組織の差異が簡単に判定でき、生産段階では製品管理での利用が期待できます。

また中性子とX線を複合利用することで、これまで解析できなかったナノ組織の組成が判定できることもわかつてきており、最先端の材料科学の研究にも活用していきます。

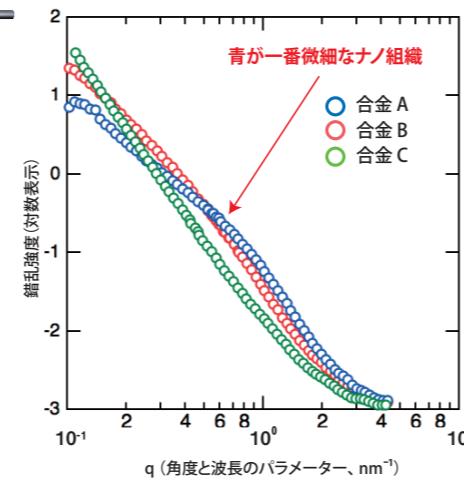
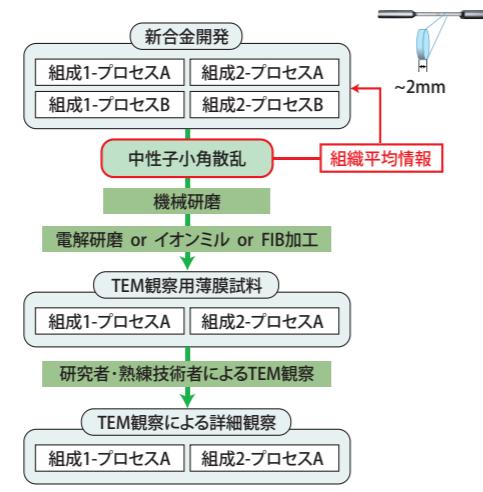


図2 小型中性子源普及後の材料開発の組織解析フロー



図1 HUNS-IIに増強されたナノ組織解析装置(北海道大学)

**中性子を「高級品」から「日用品」に**

2013年の本研究開始から、中性子がナノ構造の組織評価に有効なことがわかつてきましたが、1973年から40年以上にわたって使用してきたHUNS-IIは、もはや修理のための部品もありません。小型中性子源の加速器は大型TEMと同程度の費用で導入できるので、今年度は加速器(出力3kW)や高周波電源を更新し、HUNS-IIとして来年度初頭にファーストビームを目指しています。これまで1試料の測定に6時間かかっていましたが、更新後は1~2時間程度に短縮されます。そうなれば企業の研究者の方々が北大に来て、実際に中性子を利用し、スクリーニングに必要な試料を1日で測定できるようになります。大型施設でしか利用できなかつた「高級品」の中性子を、産業界がいつでも使える「日用品」に変え、材料開発の加速化に貢献していきたいと考えています。

また中性子とX線を複合利用することで、これまで解析できなかったナノ組織の組成が判定できることもわかつてきており、最先端の材料科学の研究にも活用していきます。

**多軸応力を考慮した  
マルチマテリアルのための  
接着・接合破損則の提案**

渋谷 陽二 教授  
(大阪大学 工学研究科 機械工学専攻)



従来の接着・接合領域の強度評価には、引張せん断試験とはく離試験が別々に行われています。一方、実際の自動車部材として使用されるマルチマテリアル部材には、成型加工時から稼働状態に至るまで、常に多軸の応力状態が

作用します。したがって、信頼性ある部材設計には、多軸応力状態を反映した破損則が必要であり、それを用いた部材の最適設計が今後の車両設計には不可欠と言えます。

この目的のもとで、多軸応力状態を評価するパイプ状接合試験片(図4)を用いた簡便な引張試験(図5)を行い、応力テンソルの第1不変量 $I_1$ と偏差応力テンソルの第2不変量 $J_2$ で整理された破損則を求めました(図6)。

接着・接合層は、層の厚さのみならず、その表面状態、接着・接合材および母材の強度と剛性に強く依存することはよく知られた事実です。その中でも、接着・接合層の厚さ

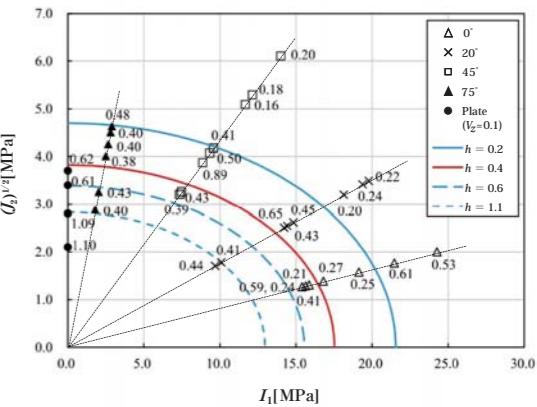


図6 接着厚さ $h$ (mm)に応じた多軸応力破損曲線の一例

は現場での工程管理に強く依存するため、接着・接合後の厚さの測定データに応じた破損則が望ましいことになります。図6は、その厚さに依存した破損曲線となり、より実用的な活用が期待されます。

今後、デジタル画像相関法による局所的なひずみの計測や破損の起点に関する観察を行うとともに(図7)、鉄とアルミニウム材の異種接合材料への適用を検討します。そして、その破損則を導入した位相最適化アルゴリズムを持つ最適構造設計解析法の実用化を目指していく予定です。



図4 傾斜角を持つ接着パイプ試験片

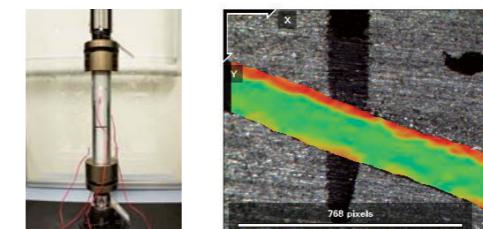
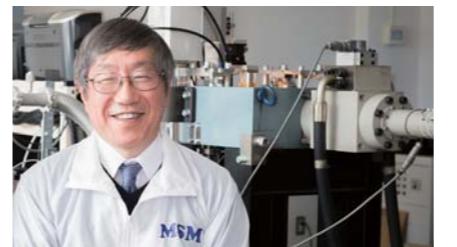


図5 引張試験(傾斜角0°のパイプ試験片)  
図7 デジタル画像相関法による接着層のひずみ成分の計測例

**余寿命を3時間で非破壊的に  
予測できるハンディ装置を目指す**

横堀 勝光 特任教授  
(帝京大学 戰略的イノベーション研究センター)



**材料の高強度化に対応した  
低侵襲余寿命評価法の確立**

従来、構造材料の安全評価は、比較的低強度の延性材料を対象になされており、実験による寿命則をもとにした適切な安全率をかけ、点検を行うことにより、その安全性が保

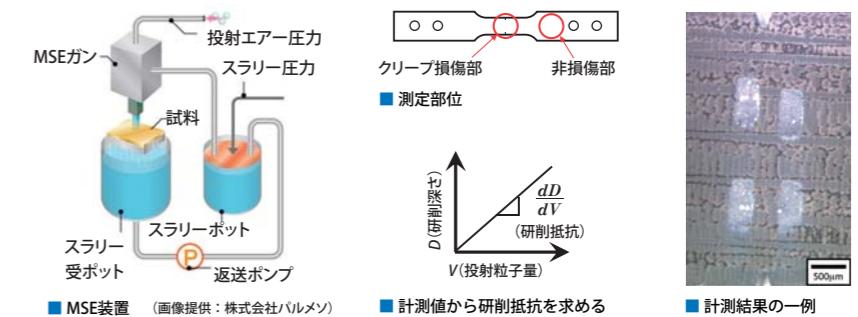


図8 MSE試験法(1~5 μm径のシリカ粒子を試料表面に投射し、数ミクロン深さの微視研削を行う非破壊検査)。

たれてきました。しかし近年、特に輸送機器は軽量化を図る動きが顕著で、使用材料は高強度化が進み、低強度材料に比べて脆性的な材料に変わりつつあります。脆性材料は微視損傷から短時間で破壊に至ることから、疲労条件下で非破壊的に余寿命を予測する法則の構築は緊要な課題です。

このような背景から本研究では、自動車溶接部の非破壊損傷計測による低侵襲余寿命評価法の確立を目指しています。疲労により生じた溶接部の損傷を、MSE (Micro Slurry-jet Erosion) 試験法(図8)により得られる計測部材の研削抵抗から求め、疲労余寿命則と関連させて、余寿命

を非破壊的に予測するものです。

2013年から本手法確立の第一段階として、航空機エンジン材料に使用される単結晶および多結晶ニッケル(Ni)基超合金を用いました。高温強度クリープ疲労実験を行い(図9)、切欠き周りの微視損傷をMSE法の研削抵抗から測定し、余寿命評価パラメーター( $QL^*$ )と対応させて、余寿命( $t_{fr}$ )を求めました。この組み合わせによる成果は世界初の発明であり、特許を出願しています。その後、実験を続け、 $QL^*$ による余寿命とMSEによる研削抵抗との間に普遍的な関係が証明されました(図10)。 $QL^*$ の結果を得るには1~2年かかるクリープ試験が必要ですが、数時間の計測で終了するMSE試験で材料の余寿命予測が可能になりました。

今年度は、この手法を自動車用高強度

鋼溶接材(引張強度780、980MPaの試験片)に応用し、疲労試験(途中止めを含む)を実施しています。今年度中にMSE法で研削抵抗を測定し、余寿命予測式の構築を試みます。

今後は第一段階として提案したNi基超合金の高温クリープき裂余寿命則は、高温クリープ/疲労条件まで拡張させます。また自動車用溶接材に関しては、MSE法を用いた非破壊的疲労余寿命則を構築していきます。将来的には、ハンディサイズのMSE装置の開発を目指します。MSE法では一つの試験片を約3時間で非破壊的に測定できることから、ハンディサイズになれば航空機のメンテナンス現場での使用も可能です。そうなれば安全性が向上するだけでなく、材料の使用限度を最大まで伸ばすことができ、材料をムダなく使い切ることができます。



図9 横堀式高温クリープ試験機(島津製作所、1981年)。試験片切欠き近傍に生じるクリープや疲労損傷を試験中、画面で確認しながら連続測定し、損傷域などが解析できる世界初、かつ唯一の方式の装置で、現在まで改良が進められている(帝京大学)。

## 水素脆化評価も

### 小型試験機・小型試験片で効率的に

また本研究ではもう一つ、燃料電池車の電磁バルブに使用する電磁ステンレス鋼の耐水素脆化に寄与する材料工学的要因を特定することに成功しました。通常、水素脆化試験は大型の装置を必要としますが、卓上の小型試験機、小型試験片(20mm×20mm×0.8mm)を使った簡便な方法を考案し、多くの試験を行うことが可能となり、早期に結論を得ることができました。

材料強度の研究は、1970年代までに構築された基礎理論の発展的研究に加えて、現在はその実用化研究の時代に入っていると考えます。これらの研究には产学連携が重要であり、ISMAプロジェクトはこの目的に沿う貴重な研究プロジェクトと考えています。

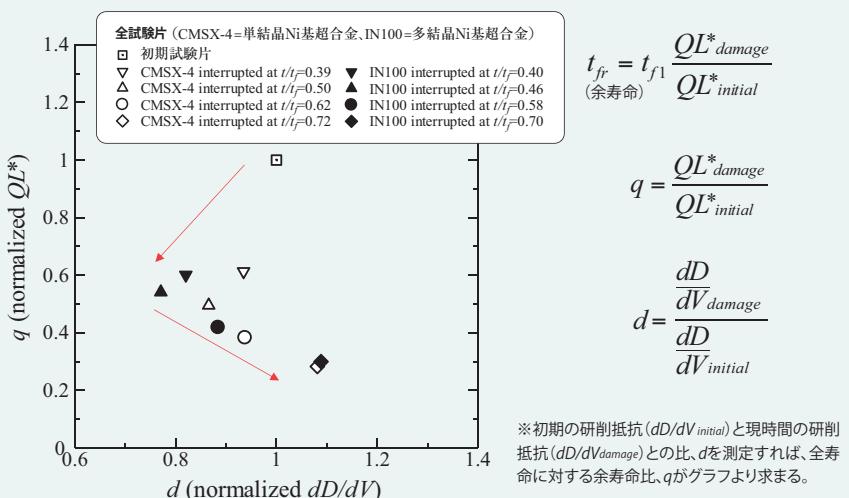


図10  $QL^*$ と研削抵抗の関係

※ $QL^*$ は横堀提案の $Q^*$ と切欠き材の定常ひずみ速度を用いてクリープ余寿命を予測する方法。破壊力学と異なり、寿命予測を目的として提案されたパラメーター。しかしクリープき裂成長試験を行う必要があり、パラメーター作成に1~2年を要する。 $q$ と $d$ の相関性が示されたので、ほぼ $d$ の計測時間程度で、 $q$ が求まり、 $q$ から余寿命が求まる。

## ISMAの活動についての報道

### ● プレスリリース

2017年10月16日 「熱可塑性CFRPを用いた自動車用シャシーの製作に世界で初めて成功」  
朝日新聞(東海版)朝刊、中日新聞朝刊、中部経済新聞(17日)、電気新聞(19日)、日経産業新聞(20日)、化学工業日報(17、23日)、日刊自動車新聞(17、25日)、日刊工業新聞(20日、11月8日)ほか

2017年11月1日 「機械特性を飛躍的に改善した難燃性マグネシウム合金押出材の作製に成功」  
日刊産業新聞(2日)、化学工業日報、鉄鋼新聞(6日)、日刊建設産業新聞(9日)ほか

## ISMA REPORT December 2017, No.9

©Innovative Structural Materials Association. 2017 All rights reserved.

### 発行 新構造材料技術研究組合(ISMA)

お問い合わせ先 新構造材料技術研究組合 (ISMA) 技術企画部  
〒100-0006 東京都千代田区有楽町1-9-4 蚕糸会館10階  
Tel : 03-6213-5655 Fax : 03-6213-5550  
制作協力 : サイテック・コミュニケーションズ  
デザイン : 高田事務所 撮影 : 石川典人(表紙ほか)