

博士論文

エネルギー分析型中性子イメージングの  
自動車用モータ材料への応用

名古屋大学大学院工学研究科

総合エネルギー工学専攻

笹田 星児

## 目次

## 第1章 序論

1.1	自動車を取り巻く環境の変化	1
1.2	磁石材料加工開発	4
1.2.1	配向磁石	4
1.2.2	配向磁石の評価の課題	5
1.2.2.1	破壊をともなう磁石材料評価	5
1.2.2.2	逆問題解析による非破壊磁石材料評価	10
1.3	モータコア材料加工開発	11
1.3.1	無方向性電磁鋼板と打ち抜き加工	11
1.3.2	加工にともなう残留ひずみ評価の課題	14
1.3.2.1	硬度分布によるひずみ評価	14
1.3.2.2	EBSDによる局所ひずみ評価	15
1.3.2.3	X線・中性子回折を用いたひずみ評価	16
1.4	中性子を用いたイメージング技術	18
1.4.1	中性子の特徴	18
1.4.2	エネルギー弁別型パルス中性子イメージング	19
1.4.2.1	パルス中性子源	19
1.4.2.2	飛行時間法を用いたエネルギー分析	20
1.4.2.3	エネルギー分析型中性子イメージング装置 螺鈿(RADEN)	21
1.4.3	偏極中性子を用いた磁場イメージング	23
1.4.3.1	磁場イメージングの原理	23
1.4.3.2	偏極中性子を用いた磁場イメージングの既存研究	25
1.4.4	ブラッグエッジ法を用いたひずみイメージング	27
1.4.4.1	中性子ブラッグエッジイメージングの原理	27
1.4.4.2	ブラッグエッジ法を用いたひずみイメージングの既存研究	32
1.5	本研究の目的	34
1.6	本論文の構成	36
1.7	参考文献	37

## 第2章 配向磁石の磁化分布評価

2.1	偏極中性子を用いた磁場イメージングの磁石内部への応用	42
2.2	偏極中性子イメージング実験体系	45
2.2.1	偏極中性子イメージング装置	45

2.2.2	測定試料	47
2.2.2.1	磁化水準試料	48
2.2.2.2	磁化分布試料	49
2.2.3	漏洩磁束低減のためのヨーク	49
2.3	磁石内部の磁化定量評価	51
2.3.1	偏極度波長依存性結果	51
2.3.2	磁化の定量評価に関する考察	53
2.4	磁石内部の磁化分布評価	56
2.4.1	偏極中性子イメージング	56
2.4.1.1	偏極度波長依存性結果	56
2.4.1.2	磁化分布イメージング結果	59
2.4.2	破壊手法による磁化計測結果	60
2.4.3	逆問題解析による磁化推定	62
2.4.3.1	逆問題解析手法	62
2.4.3.2	推定磁化分布結果	63
2.4.4	各手法の結果比較および考察	65
2.4.4.1	磁化分布比較	65
2.4.4.2	推定漏洩磁束比較	67
2.4.4.3	偏極中性子イメージングの課題	69
2.5	まとめ	71
2.6	参考文献	72

### 第3章 電磁鋼板の打ち抜きひずみ分布評価

3.1	ブラッグエッジイメージングの打ち抜きひずみ評価への適用	74
3.2	ブラッグエッジイメージング実験体系	76
3.2.1	ブラッグエッジイメージング実験装置	76
3.2.2	測定試料	77
3.2.2.1	磁束方向ひずみ計測試料	78
3.2.2.2	打ち抜き方向ひずみ計測試料	79
3.2.3	解析手法	81
3.2.3.1	RITS コードによるシングルエッジ解析	81
3.2.3.2	3段階シングルブラッグエッジ解析	82
3.3	磁束方向ひずみ計測	85
3.3.1	ブラッグエッジイメージング結果	85
3.3.1.1	ブラッグエッジスペクトル解析	85

3.3.1.2	重ね合わせ処理の効果に関する考察	88
3.3.1.3	残留ひずみ分布計測結果および考察	91
3.3.2	EBSD 観察結果との比較および考察	96
3.4	打ち抜き方向のひずみ計測	101
3.4.1	ブラッグエッジイメージング結果	101
3.4.1.1	ブラッグエッジスペクトル解析	101
3.4.1.2	残留ひずみ分布計測結果および考察	103
3.4.2	EBSD 観察結果との比較および考察	107
3.5	鉄損値との比較	111
3.6	加工解析による内部ひずみ分布推定	112
3.6.1	解析条件	112
3.6.2	解析結果と実測結果の比較および考察	114
3.7	ひずみ計測におけるブラッグエッジイメージングの優位性	117
3.8	まとめ	119
3.9	参考文献	120
<b>第4章 結論</b>		
4.1	本研究の総括	122
4.2	今後の課題と展望	124
4.2.1	偏極中性子イメージングの実仕様磁石への適用課題	124
4.2.2	ブラッグエッジイメージングのひずみ計測性能向上の課題	125
4.2.3	中性子応用の展望	126
4.3	参考文献	127
	謝辞	128
	本論文を構成している発表論文	129

---

# 第1章 序論

---

自動車部品の電動化にともない、モータに用いられる磁石・コア材料は、小型・高出力化に向けた材料・加工技術開発が行われている。これらの材料は、磁化・結晶配向・ひずみといった材料内部の物性がモータ性能へ影響を与える。材料内部の物性を評価する技術は加工条件の最適化に重要な技術である。

本研究は、自動車用モータ材料への、エネルギー分析型中性子イメージングの応用に関する研究である。本章では、磁石・コア材料の材料・加工技術と評価技術の現状と課題についてまとめ、本研究の目的を述べる。

## 1.1 自動車を取り巻く環境の変化

自動車産業は、100年に一度といわれる変革期を迎えている。その象徴的な出来事として、2016年に独 Daimler の Dieter Zetsche 会長が“CASE”という新しいトレンドを提唱した。“CASE”とは、Connected (つながる車)、Autonomous (自律走行)、Shared & Services (シェアリング)、Electric (電動化)の頭文字からなる造語であり、今後の自動車産業における変革を意味している。

これらの変革の中でも、モノづくりの視点に立つと、最大の変革は電動化といえる。欧州を中心として、カーボンニュートラル社会の実現に向け世界中が動き出す中、日本政府も2035年までに新車販売で電動車100%を表明した。Fig. 1.1に、自動車販売台数のパワートレイン別将来予測を示す[1]。今後、ガソリン・ディーゼルといったエンジンだけを駆動力とする車は減少していき、ハイブリッド自動車(HV : Hybrid Vehicle)、プラグインハイブリッド自動車(PHV : Plug-in Hybrid Vehicle)、電気自動車(BEV : Battery Electric Vehicle)、燃料電池車(FCV : Fuel Cell Vehicle)といった、電気を駆動力として走る自動車へ大きく変化していく。

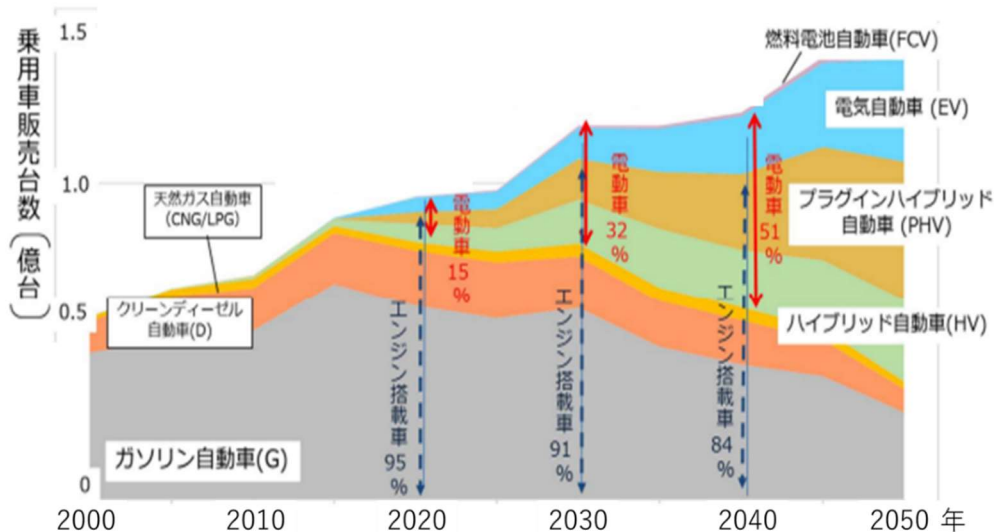


Fig. 1.1 自動車のパワートレイン別将来予測 [1]

Tab. 1.1 に、ガソリンエンジン車と電気自動車の比較を示す。内燃機関を搭載したガソリンエンジン車は、エンジンやトランスミッションといった機械系部品が主要部品である。これらの部品の力学的なエネルギー伝達によって駆動力を生み出す。電気自動車と比べ、部品点数が多く、各部品のすり合わせによってシステムとしての競争力を生み出している。

一方、モータを搭載した電気自動車は、バッテリー、インバータ、モータが主要部品である。これらの部品の電氣的なエネルギー伝達によって駆動力を生み出す。ガソリンエンジン車に比べ、部品点数が少なくシンプルなシステムとなることから、部品を構成する材料固有の性能、材料の性能を最大限に引き出す加工技術が競争力となる。そのため、電気自動車において、これらの材料・加工の評価・解析技術は、競争力の源泉である。

Tab. 1.1 ガソリンエンジン車と電気自動車の比較

	ガソリンエンジン車	BEV
動力源		
	エンジン	モータ
部品点数	約3万点	約2万点
競争力	部品間の最適化/すり合わせ	部品/材料固有の性能

自動車用モータに要求される課題は、①高効率化、②小型化、③低コスト化があげられる。

①高効率化について、自動車用モータは、起動・登坂時の高トルク特性、高速運転時の高速回転特性と同時に、一度の充電で走れる航続距離を拡大する、高電費なモータが要求される。これらの実現に向け、発生する磁束を最大限利用するために、モータ動作時の損失を極限まで低減させる高効率なモータが要求される。

②小型化について、将来自動運転が実現した場合、自動車は単なる移動手段ではなくなり、より広く快適な車室空間が要求される。車載空間の拡大に向けて、モータの搭載環境は狭小化し、必然的にモータの小型化が要求される。

③低コスト化について、カーボンニュートラル社会の実現に向けた電気自動車の普及には必須の課題といえる。

Fig. 1.2 に、一般的なモータの構造を示す。モータは、電流が流れ磁束を発生させるコイル、発生した磁束の通り道となるステータコア・ロータコア、磁束を受けてトルクを発生させる磁石から構成される。これらの各要素において、上記の課題を実現する要素技術開発が行われている。以下に、本研究の対象である磁石材料とコア材料に関する要素技術と、その開発に必要なとなる評価技術の課題について述べる。

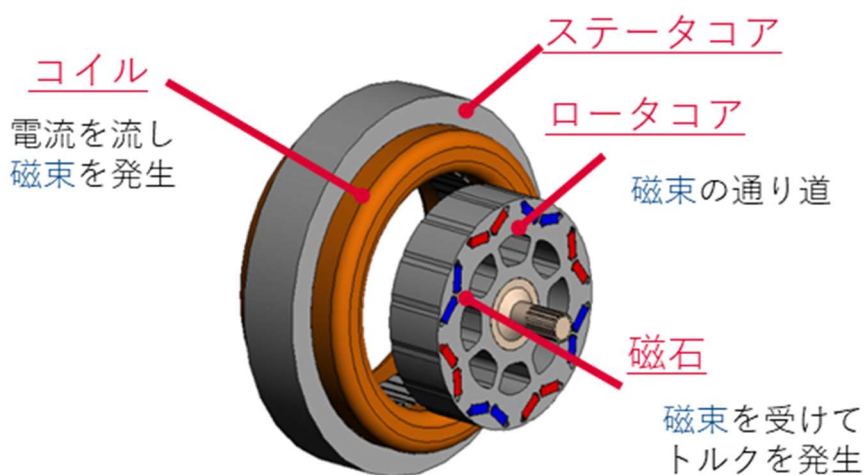


Fig. 1.2 モータ構造

## 1.2 磁石材料加工開発

自動車用モータに用いられる磁石には、近年、磁粉の結晶方位をそろえることで磁束の流れる方向を制御し、高磁束密度を実現する配向磁石が採用されている。本節では、この配向磁石の製造工程と、評価の課題について述べる。

### 1.2.1 配向磁石

Fig. 1.3(a)に、自動車用モータに用いられる配向磁石の例を示す。この配向磁石は内部の磁粉の結晶方位を配向し、Fig. 1.3(b)に示すように内部磁束の流れを制御している。流したい方向に磁束を制御し、磁束密度の高密度化を実現している。その結果、モータの小型化、磁石点数および組付け工数の低減による低コスト化が期待される [2-4]。

Fig. 1.4 に配向磁石の製造工程を示す。磁石の粉末原料である磁粉は、その結晶方位によって磁気特性が異なる磁気異方性をもつ[5]。この磁粉を、配向型と呼ばれる専用の型でキャビティー内に磁場を印加しながら成形する。その際、磁粉は磁場から駆動力を受け、磁気特性のよい結晶方位軸(磁化容易軸)がそろえるように、物理的に回転し配向する。その後、着磁工程にて磁化し、配向磁石は作られる。

配向磁石は大きく分けると、磁粉のみを高温で焼き固める焼結磁石と、磁粉にバインダー(結合剤)として樹脂を混ぜて固化成形するボンド磁石が用いられる。焼結磁石はボンド磁石に比べ非磁性である樹脂を含まない分、磁気特性が優れるが機械強度は弱い。ボンド磁石は焼結磁石に比べ磁気特性は低下するが、加工の寸法精度が高く、機械強度も強いことから、複雑形状の製品が製作可能である。

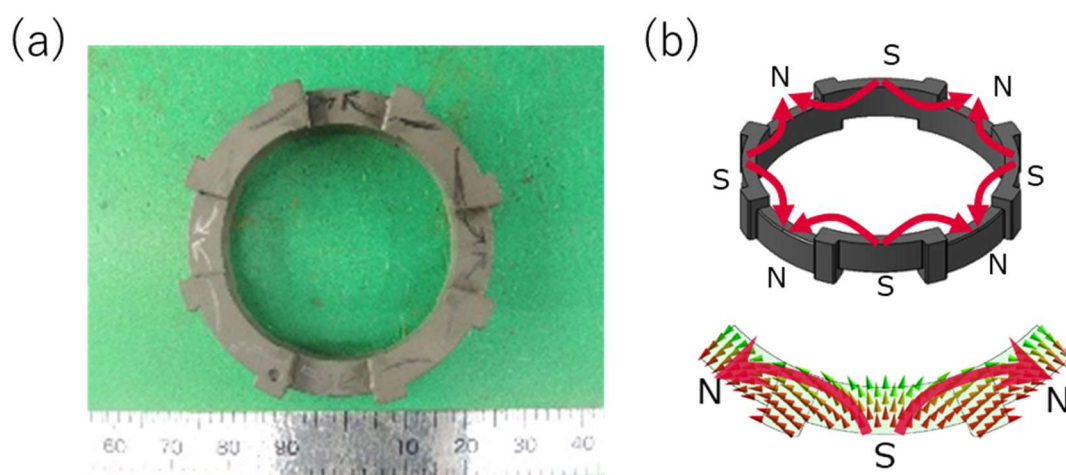


Fig. 1.3 配向磁石 (a) 外観 (b) 磁束配向 模式図



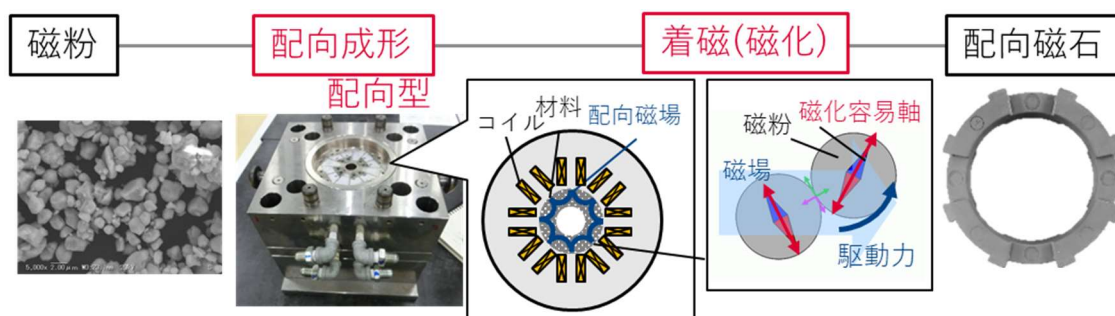


Fig. 1.4 配向磁石製造工程

## 1.2.2 配向磁石の評価の課題

配向磁石の要求仕様は、磁石から漏れ出る磁束の方向と強度である。漏洩磁束を決定する要素として重要となるのが、磁石内部の磁粉の配向と磁化である。磁粉の配向・磁化が不均一、不十分であった場合、磁束密度の低下やコギングリップルの増加といったモータ性能の劣化を招く[6,7]。それゆえに、磁粉の配向・磁化状態の評価技術は重要な基盤技術である。

磁石内部の配向・磁化分布の評価技術には、試料を破壊して分析する手法と、非破壊で解析的に推定する手法が用いられる。本節では各手法の概要と課題について示す。

### 1.2.2.1 破壊をともなう磁石材料評価

破壊をともなう磁石の配向分布と磁化分布の評価方法についてそれぞれ述べる。

まず配向状態の評価方法について述べる。配向磁石の配向状態は材料の結晶方位に依存する。内部の配向状態を評価する際は、磁石試料を加熱などで消磁した後に、破壊的に断面を切り出し、断面の結晶方位を評価する手法が用いられる。

結晶方位を評価する手法に、電子線をプローブとした走査型電子顕微鏡(SEM: Scanning Electron Microscope)が用いられる。SEMの機能に電子後方散乱回折法(EBSD: Electron Back-Scattered Diffraction)が開発され、広く利用されている[8]。Fig. 1.5(a)にEBSDによる結晶方位取得方法の概念図を示す。結晶性材料に照射された電子線は、試料表面の結晶格子面で回折され、検出器にて反射電子として検出される。その回折パターンを測定、解析することで、試料表面の結晶情報を取得できる。さらに電子線を走査することで2次元マッピングが可能となる。EBSDは1  $\mu\text{m}$ を切る高い空間分解能を有しており、局所の集合組織や結晶方位情報を定量的に評価可能な手法である。

本手法を用いて磁石材料の配向状態が評価されている[9,10]. EBSD を用いた配向状態の可視化事例として, Fig. 1.5(b)に無配向  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  磁石の逆極点図 MAP(IPF MAP : Inverse Pole Figure Map)を, Fig. 1.5(c)に配向  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  磁石の IPFMAP を示す[10]. IPF MAP は結晶ごとの結晶方位を色で表した図である. 無配向磁石は各結晶粒がランダムな方位を向いている. 一方, 配向磁石は結晶粒が(100)に強く配向している. このように, EBSD を用いて磁石断面の結晶方位分布を分析することで, 磁粉の配向状態を評価できる.

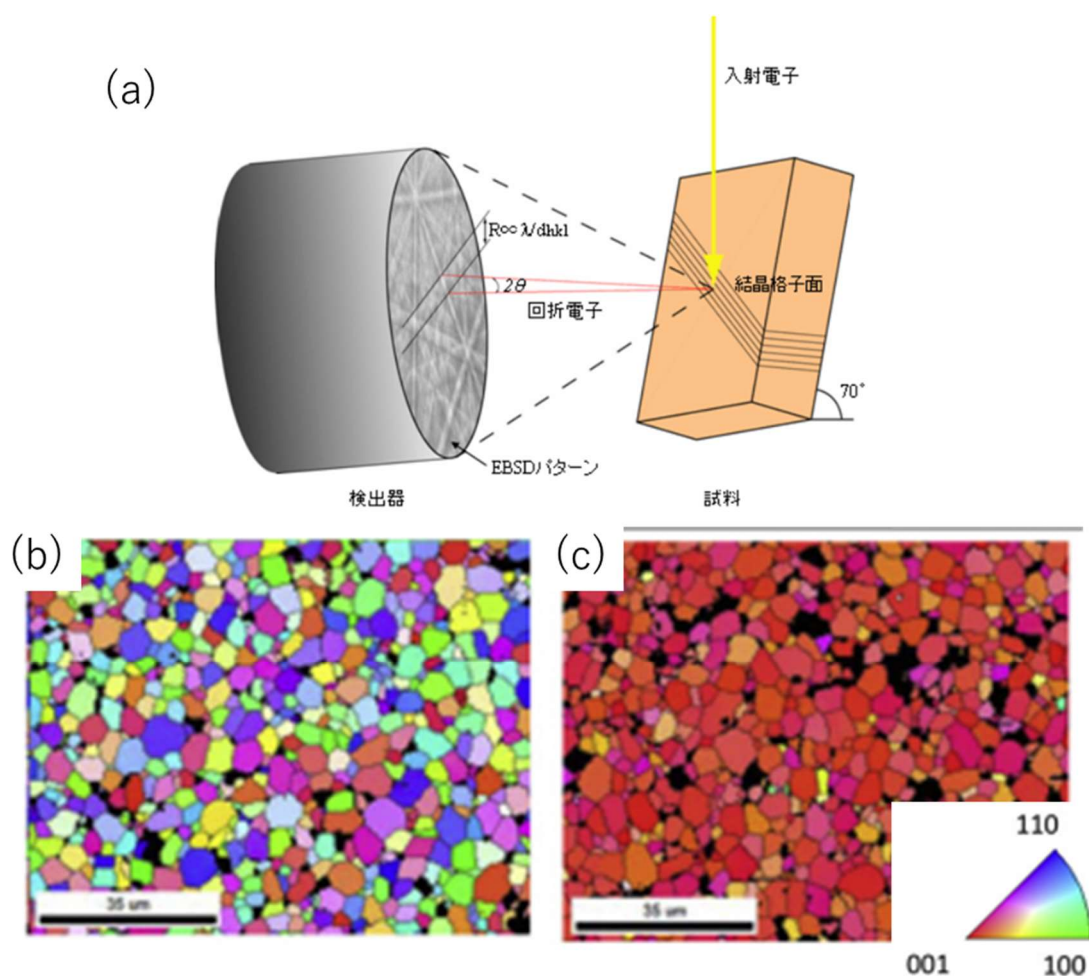


Fig. 1.5 EBSD による結晶方位評価 (a) EBSD による結晶方位評価 [8] (b) 無配向  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  の結晶方位分布 [10] (c) 配向  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  の結晶方位分布 [10]

同様に、X線回折(XRD : X-ray Diffraction)を用いて試料表面の結晶方位を評価する手法が利用される[11-13]. XRDの原理を Fig. 1.6 に示す. 磁石材料のような多結晶材料の金属材料に対して波長 $\lambda$ のX線が入射した場合、散乱が生じる. 散乱したX線は干渉しあい、以下のブラッグの式が成り立つ条件で回折現象が生じる.

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (1.1)$$

$d$ は金属材料の結晶格子面間隔、 $\theta$ はブラッグ角、 $n$ は自然数を示す. 既知の波長 $\lambda$ のX線を試料に入射し、回折X線のブラッグ角および回折パターンを取得することで、対象試料の結晶格子面間隔と結晶構造を取得できる. XRD法の結果から結晶配向を表示するのに極点図が用いられる. 極点図は特定の結晶面が試料内でどの方向を向いているかを示し、試料を回転・傾斜させながら特定の結晶面からの回折X線を計測し算出する. Fig. 1.7にXRDによる配向磁石材料の配向評価の事例として、リング形状のネオジム磁石の側面から計測した各位置における[410]の極点図を示す[13]. 極点図から[410]が試料の周方向に配向していることが確認できる. [410]は磁化容易軸である[100]と垂直方向であることから、本試料は磁化方向が径方向に配向していることがわかる. XRDによる配向評価手法はEBSDに比べ、結晶粒1つ1つの方位は評価できないが、マクロな配向度合いを評価できる利点がある.

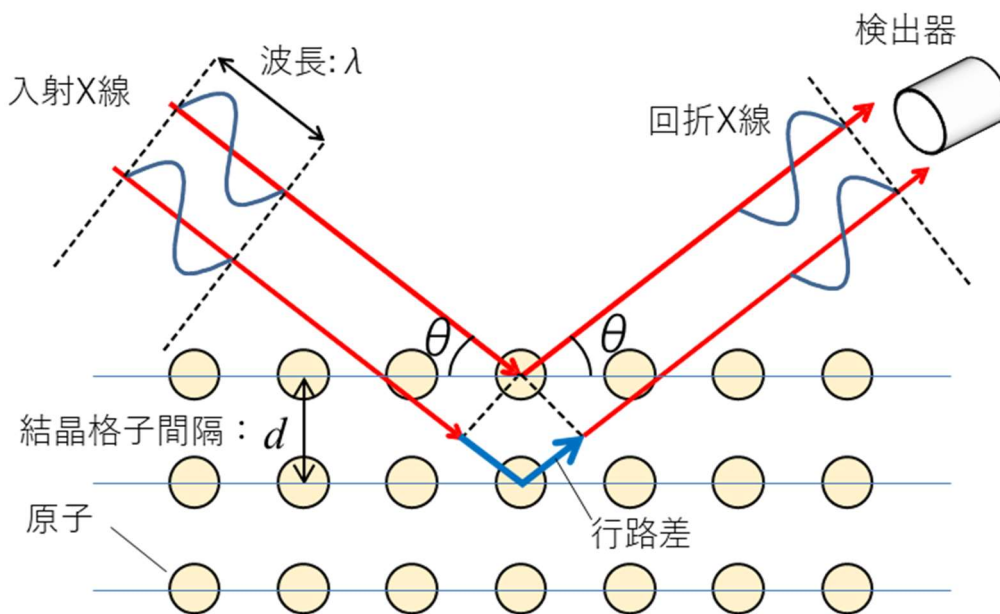


Fig. 1.6 X線回折の原理

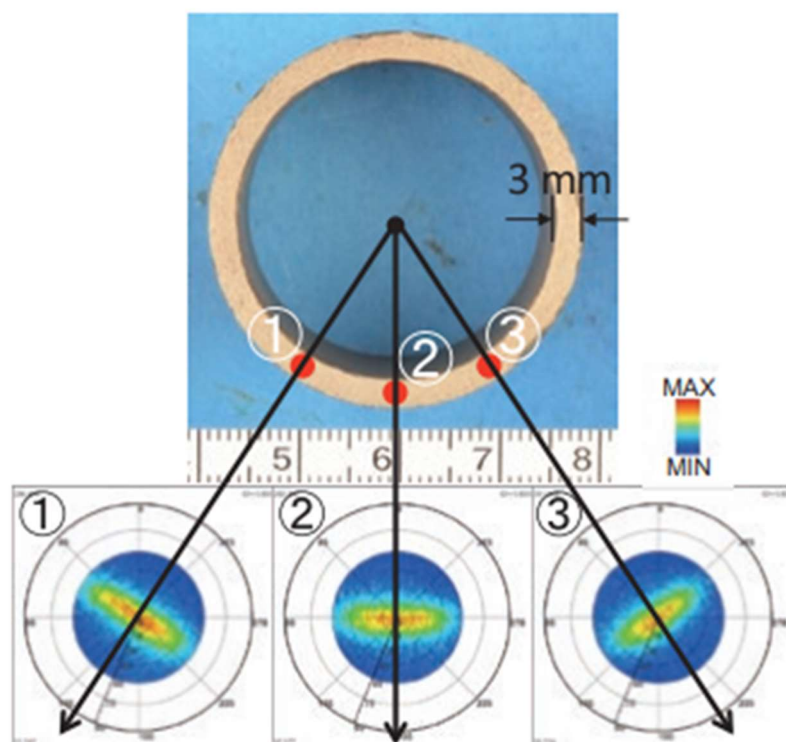


Fig. 1.7 X線回折による磁石配向評価 [13]

次に磁化の評価方法について述べる。磁化の評価手法には、試料を微小試料に切り出し、その微小試料からの磁束量を測定し評価する手法が用いられる。Fig. 1.8(a)に、磁化評価を目的に切り出した微小試料を示す。Fig. 1.8(b)に示すように、小片に切り出した各試料を磁束検出用のサーチコイル内に移動させることで、サーチコイル内の磁界が変化する。その際、電磁誘導によってコイルに発生する起電圧を計測し、時間積分することで磁束量を計測する。切り出した各小片の磁束量を比較し、各位置の相対的な磁化を評価可能である。

本手法は、短時間で簡便に評価が可能な反面、課題もあげられる。以下に3つの課題について述べる。

#### ①加工による磁気特性の劣化

結晶方位による配向評価では、断面出しの加工プロセスは結晶方位に影響を与えない。一方、磁束量による磁化評価では、加工による磁石材料の磁気特性の劣化(保持力の低下)が報告されている[14,15]。切り出す試料サイズが小さくなるほど、磁気特性の劣化は大きくなることから、加工前のマイクロな磁化を正確に評価することが困難となる。

### ②形状変化による反磁界の影響変化

磁石内部に発生する反磁界の強さは磁石の形状によって変化する。この反磁界の強さによって磁化も変化することから、切り出し前の磁化分布を正確に評価するためには、形状変化によって変化する反磁界の影響を考慮し補正する必要がある。この補正については解析的なアプローチで取り組まれている[16]。しかし実際の製品のような複雑形状の場合、正確な補正は現状困難である。

### ③加工寸法ばらつきによる磁束ばらつき

漏洩磁束量は小片に切り出した試料の体積に依存する。加工寸法のばらつきによって磁束量はばらつくことから、加工精度が本手法の計測精度を制限する主要因といえる。切り出した小片サイズが小さくなればなるほど計測誤差は大きくなることから、評価の空間分解能、磁化の計測精度に課題がある。

以上の課題から、磁化分布の評価については、非破壊で評価可能な手法が求められる。

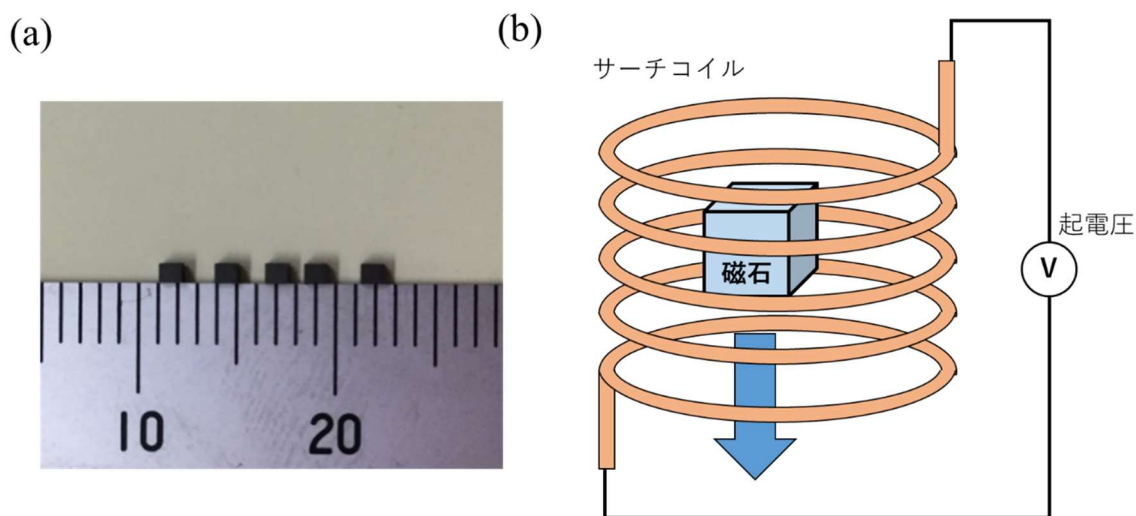


Fig. 1.8 磁化評価の磁束量計測 (a) 測定試料 (b) 磁束量計測原理

### 1.2.2.2 逆問題解析による非破壊磁石材料評価

磁石内部の配向分布，磁化分布を非破壊で評価する手法に，外部の漏洩磁束を計測し，数値解析を用いて内部の磁化ベクトルを逆推定する手法が提案されている[17-23]．Fig. 1.9に，本手法の概要を示す．本手法は，解析対象となる磁石試料からの漏洩磁束ベクトルを3次元磁束計測器にて計測する．実測した漏洩磁束ベクトルに合うように，逆解析的に試料内部の磁化ベクトルを推定する手法である．

本手法は内部の磁化ベクトルを非破壊で推定できる．そのため，破壊手法の課題である加工時の磁気特性劣化や形状変化にともなう反磁界の補正を考慮する必要がない．簡便な漏洩磁束の計測で評価できることから，量産検査での品質保証の手法として期待される．

しかし本手法の課題は，解が1つに定まらないことがあげられる[22,23]．解析パラメータの値によって推定磁化ベクトルの結果は大きく変化するため，解を1つに決定しようとすると，何らかの事前情報が必要である．その事前情報は実験的に得られる磁化ベクトルの情報が望ましい．本解析技術の妥当性検証，精度向上のために，材料内部の配向・磁化分布を高精度に実測可能な手法が求められる．

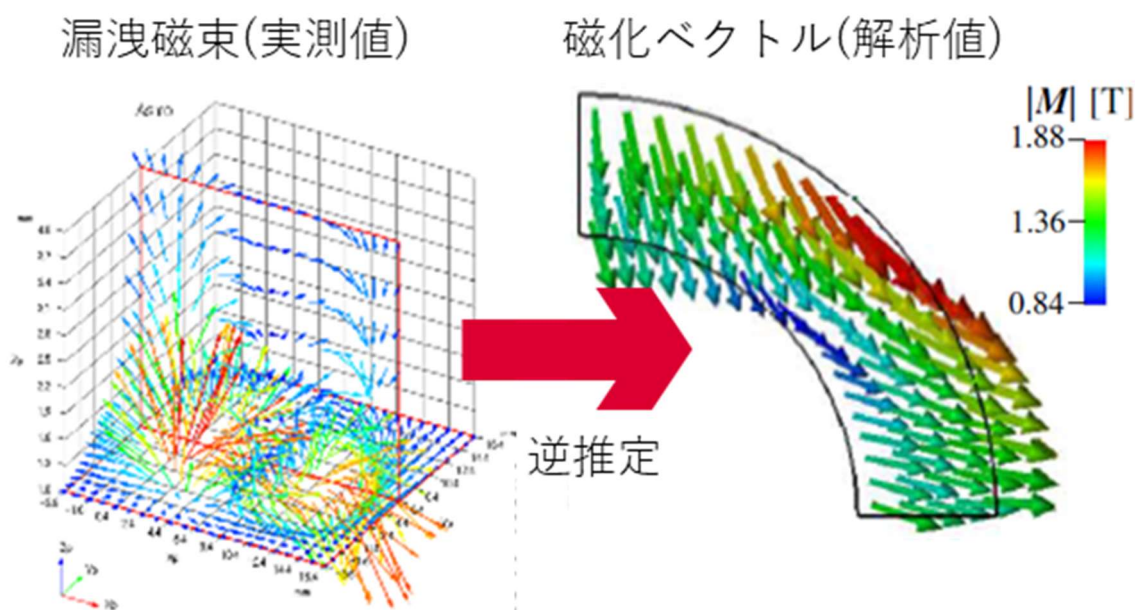


Fig. 1.9 逆問題解析手法概要 [23]

### 1.3 モータコア材料加工開発

磁束の通り道となるステータコアとロータコアでは，低鉄損を実現する材料・加工の開発が行われている．本節では，モータコアの加工課題と，鉄損を増加させる材料内部の残留ひずみの評価課題について述べる．

#### 1.3.1 無方向性電磁鋼板と打ち抜き加工

モータは小型・高効率化に向けて損失の低減が求められる．モータの損失は大きく以下の3つに大別される[2]．

- ①コイルの電流によって発生するジュール損失である銅損
- ②モータコア材料に発生する磁気損失である鉄損
- ③ロータ回転にともない発生する空気抵抗および軸受け摩擦抵抗によって発生する機械損

これらの損失のうち，モータの高回転化にともない最も増加が懸念されるのが②鉄損である．鉄損低減に向け，モータコア材料に無方向性電磁鋼板が用いられる．無方向性電磁鋼板は，純鉄に Si を含有することで磁気特性を向上させた，軟磁性材料に適した材料である[24,25]．板厚は 0.2~0.8 mm と薄い．

Fig. 1.10(a)に Fe 材料の結晶構造と磁気特性の結晶方位との関係を示す．Fe 材料は常温では体心立方格子構造(bcc : body centered cubic)をとる．[100]が磁化容易軸であり，磁気特性が最も優れる．反対に，[111]は磁化困難軸であり磁気特性が最も悪くなる[5]．無方向性電磁鋼板の結晶方位は Fig. 1.10(b)に示すように，材料圧延面に対して磁化容易軸を含む面が平行に配置されている．さらに，磁化容易軸の方向はランダムに向いており，多方向に磁束の流れるモータコアにとって最適な結晶方位といえる[26]．

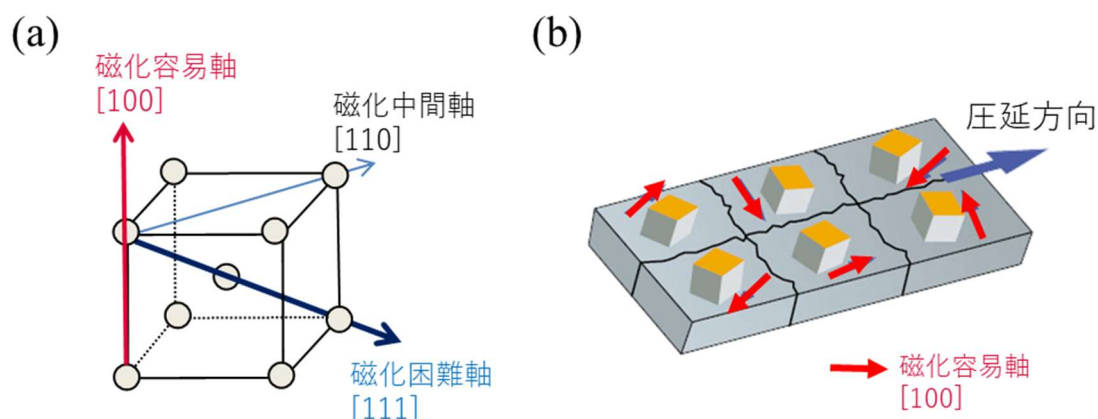


Fig. 1.10 (a) Fe の結晶構造と磁気特性 [5] (b) 無方向性電磁鋼板の結晶方位 [26]

Fig. 1.11 に、コア加工工程の模式図を示す。コアは一般的に無方向性電磁鋼板材料を打ち抜き加工にて複雑形状に形成し、積層することによって製品となる。この打ち抜き加工は生産性が高い反面、打ち抜き端面周辺に残留ひずみが生じることが知られている。そして、この残留ひずみは鉄損を増加させる要因となることが報告されている[27-30]。

応力ひずみ下での電磁鋼板の鉄損特性については数多く報告されている[31-34]。谷ら(2006)は電磁鋼板の鉄損特性の応力依存性を実測している(Fig. 1.12)[31]。応力ひずみの鉄損への影響は圧縮と引張で大きく異なり、引張ひずみに比べ、圧縮ひずみが鉄損をより増加させることが報告されている。これは本材料の磁化容易軸の飽和磁歪が正であることから、圧縮応力によって磁化ベクトルが磁化方向に向きにくくなることに起因する[35]。

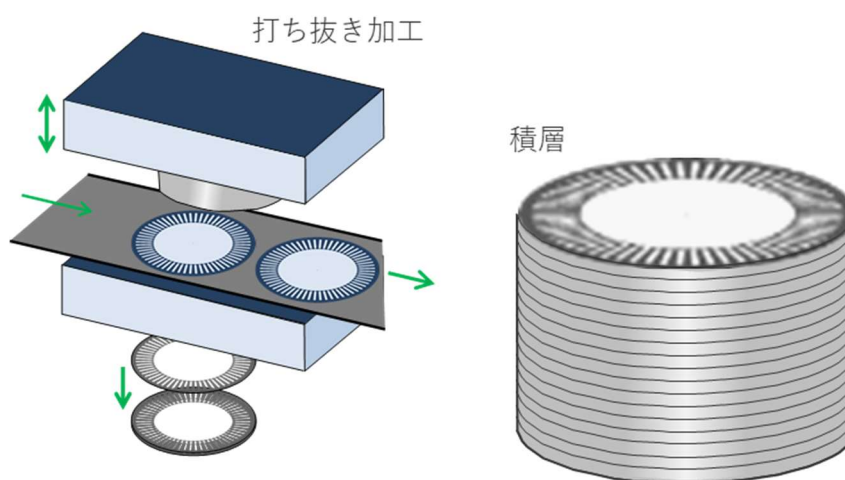


Fig. 1.11 モータコアの加工工程

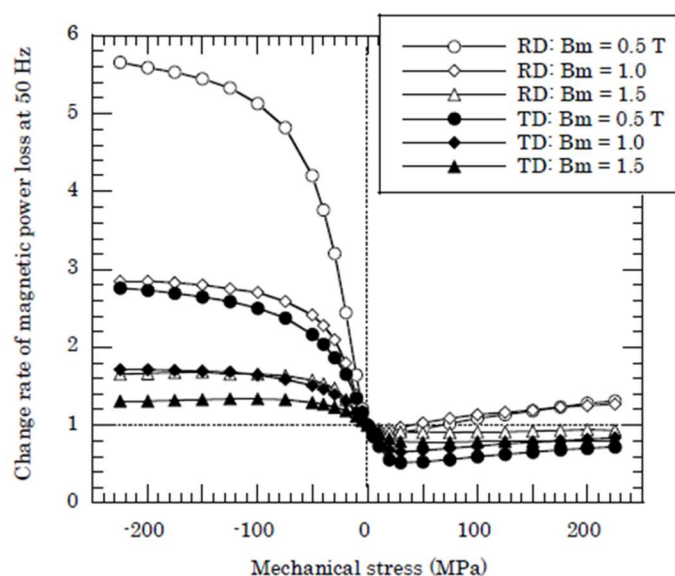


Fig. 1.12 応力下での無方向性電磁鋼板の鉄損特性 [31]



ひずみが残留する範囲も鉄損に大きく影響を与える。土井ら(2018)は打ち抜き加工にともなう残留ひずみの鉄損に与える影響を解析的に検討している(Fig. 1.13)[36]。打ち抜き面端部の残留ひずみが、磁気抵抗を増加させ、その結果、ひずみのないコア内部の領域に磁束が集中し、鉄損の増加を引き起こすことを解析的に推定している。Fig. 1.14 に示すように、製品の小型化が進むほど、残留ひずみ領域のコア全体に占める割合は増加することから、鉄損の増加もより顕著になると予測される。

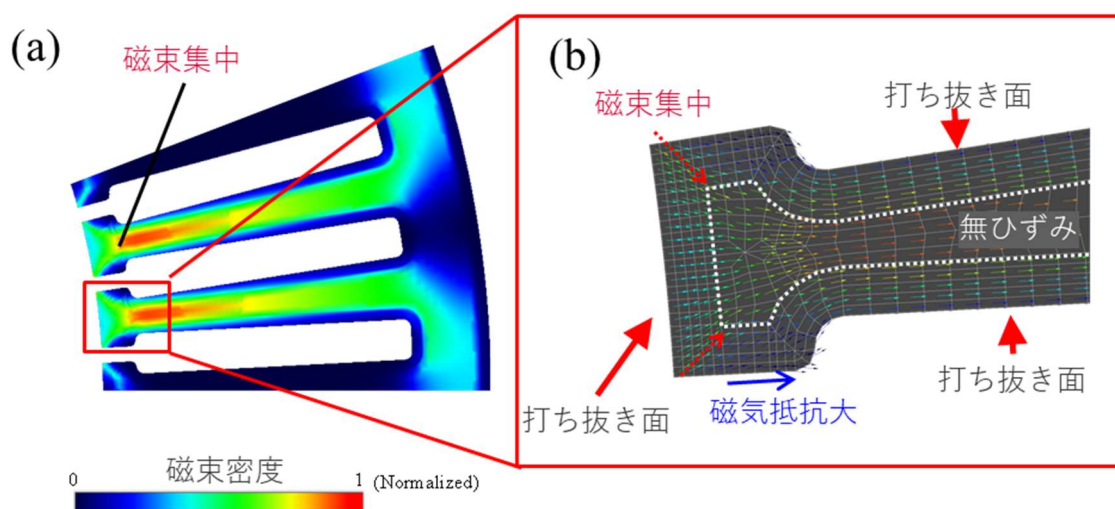


Fig. 1.13 打ち抜き残留ひずみの鉄損に与える影響解析結果 [36]

(a) 磁束密度分布の解析結果 (b) ティース先端部位の磁束密度ベクトル

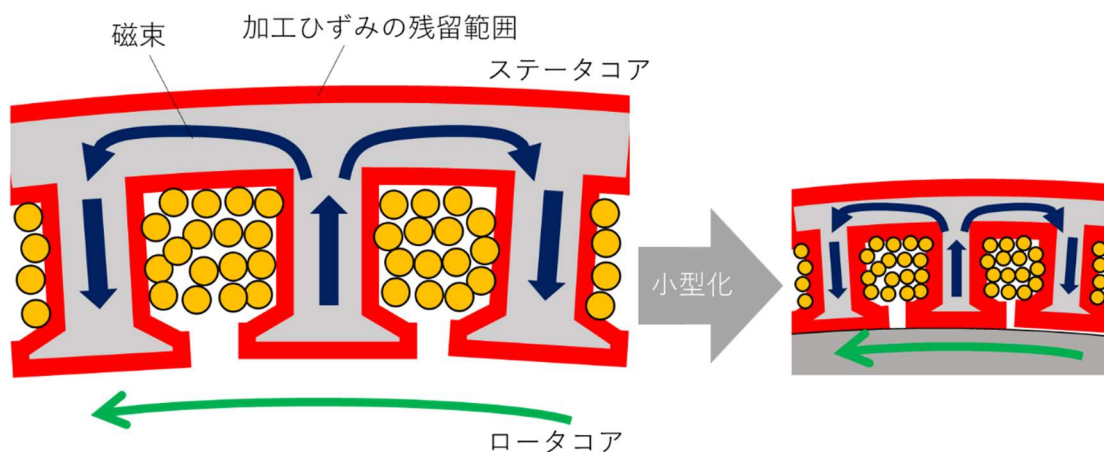


Fig. 1.14 モータ小型化による残留ひずみの影響

### 1.3.2 加工にともなう残留ひずみ評価の課題

残留ひずみの鉄損に与える影響を把握し、加工条件の最適化を実現するためには、材料内部の残留ひずみの詳細な情報(引張・圧縮, ミクロ・マクロ, 方向, 領域など)を正確に把握することが必要である。これまでに、有限要素法を用いた解析的なアプローチで内部ひずみ分布を推定する手法が数多く報告されている[37-40]。これらの加工解析の検証は、実測が容易な切断面形状の比較が一般的であり[41]、内部ひずみまで含めた検証が十分とはいえない。内部ひずみまで含めた解析結果の妥当性検証, 加工解析の精度向上に、内部残留ひずみ分布の実測技術は重要である。

ここで、多結晶材料内部に残留するひずみの分類について定義する。多結晶材料中のひずみはその存在する領域の大きさによって、第1種ひずみ, 第2種ひずみ, 第3種ひずみに便宜的に分けられる[42]。第1種ひずみはマクロひずみと称され、多結晶材料全体にわたる平均的なひずみである。一方、第2種ひずみは1結晶粒内の平均的なひずみ, 第3種ひずみは1結晶粒内で分布するひずみのばらつきに対応し、この第2種, 第3種のひずみをあわせてミクロひずみと称する。このミクロひずみ, マクロひずみの両方が電磁鋼板の磁気特性へ影響を与えると考えられる。

以下に、打ち抜き加工の残留ひずみの実測に用いられる計測技術とその課題を示す。

#### 1.3.2.1 硬度によるひずみ評価

金属材料のひずみを評価する破壊的手法に、ビッカース硬度計やロックウェル硬度計にて加工部付近の硬度分布を評価する手法が用いられる[30, 43-45]。本手法は、金属材料にひずみ加わり塑性変形が生じると材料が硬化する加工硬化を利用して、ひずみの影響範囲を評価する手法である。H.A. Weiss ら(2017)は打ち抜いた無方向性電磁鋼板の硬度分布と解析によるひずみ分布の結果を比較し、解析結果の妥当性を検証している(Fig. 1.15)[30]。打ち抜き面近傍で硬度が高くなる領域が確認でき、定性的な残留ひずみの領域を把握できる。

本手法は、材料表面の分析となることから、内部のひずみを評価する際は、試料断面出しが必要である。それゆえに、残留するひずみのうち、弾性域のひずみは解放され評価できないことが課題である。また、引張・圧縮の定量的な分析も困難である。

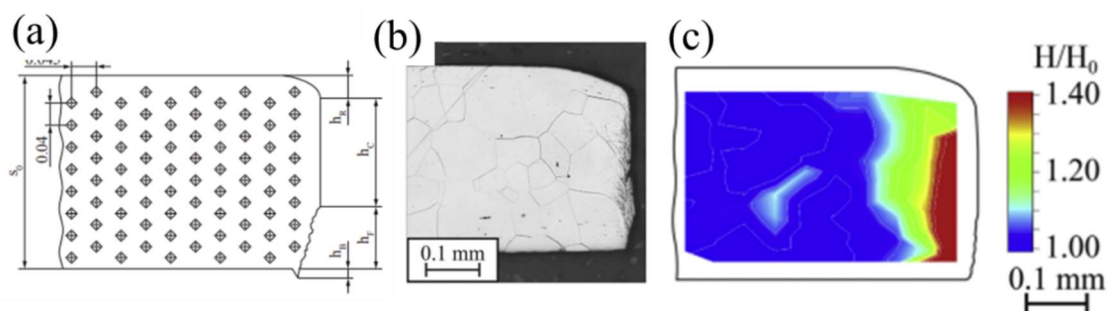


Fig. 1.15 硬度によるひずみ分布評価 [30]

(a) 硬度計測点 (b) 断面画像 (c) 硬度分布

### 1.3.2.2 EBSD による局所ひずみ評価

金属材料のひずみを評価するもう 1 つの破壊的手法に、EBSD にて結晶の局所方位差を評価する手法が用いられる。EBSD は金属材料表面の結晶方位分布を高精度に取得可能な手法である。さらに EBSD にて得られた結晶方位分布をもとに、局所方位差(KAM : Kernel Average Misorientation)を算出可能である。一般的な KAM の定義を Fig. 1.16(a)に示す[46]。この図の各要素は EBSD にて得られた画像の各 pix のデータに対応する。着目点である No. 0 位置の方位差 KAM 値を以下の式で定義している。

$$\text{KAM} = \frac{\sum_{j=1}^{n_A} A_i}{n_A} \quad (1.2)$$

$A_i$  は着目点と隣接点との方位差を、 $n_A$  は考慮した隣接点の数を示す。Fig. 1.16(a)で、着目点 No. 0 の隣接点は No. 1 ~ 6 となる。粒界を超えて方位差が考慮されるのを防ぐために、粒界の方位差のしきい値を設定することで、No. 5, 6 は計算対象から外れる。式 1.2 にて定義された KAM 値はマイクロひずみと相関があることが数多く報告されている [46-48]。この KAM 値の 2 次元分布である KAM MAP を用いて、打ち抜き端面の局所的なひずみ分布の評価結果が数多く報告されている [49-52]。Fig. 1.16(b)に W. Wang ら(2021)が打ち抜き加工した電磁鋼板の残留ひずみを評価した結果を示す[52]。打ち抜き端面に生じる KAM 値が大きい領域、すなわちマイクロひずみの分布領域が評価可能である。

本手法は、硬度によるひずみ評価に比べ、高い空間分解能で評価できる利点がある。しかし内部ひずみを評価する際は硬度によるひずみ評価と同様に、試料の破壊が必要である。それゆえに、弾性域のひずみは解放されることから計測できない。また引張・圧縮、方向の定量的な識別ができず、定性的な評価にとどまる。

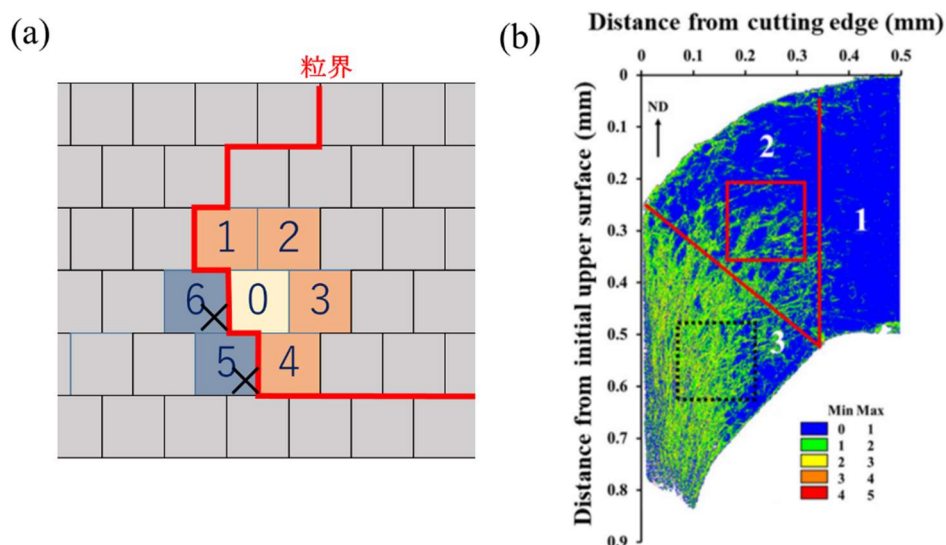


Fig. 1.16 EBSDによるひずみ評価  
(a) KAM 値の定義[44] (b) 打ち抜き断面の KAM MAP [52]

### 1.3.2.3 X線・中性子回折を用いたひずみ評価 [53]

金属材料内部のひずみを非破壊で計測する手法に X 線回折(XRD)が用いられる。XRD は式 1.1 を用いて入射する X 線の波長 $\lambda$ とブラッグ角 $\theta$ から、対象試料の結晶格子面間隔 $d$ が算出可能である。同じ材料の無ひずみの結晶格子面間隔 $d_0$ を用いて、結晶格子面間隔の変化量から、以下の式でマクロひずみ $\varepsilon$ を算出可能である。

$$\varepsilon = \frac{d - d_0}{d_0} \quad (1.3)$$

XRD で得られる結晶情報の深さは X 線の侵入深さ、すなわち X 線のエネルギーに依存する。ラボの X 線回折装置では金属ターゲットからの特性 X 線が用いられており、そのエネルギーは  $\text{CuK}\alpha$ 線の場合 8.048 keV、 $\text{MoK}\alpha$ 線の場合 17.5 keV である。これらのエネルギーの場合、Fe 材料に対する侵入深さは 10  $\mu\text{m}$  程度と浅く、表層の情報しか取得できない。

金属内部の情報を取得するために、高エネルギー放射光を用いた研究が行われている [54-56]。放射光の発生原理を Fig. 1.17 に示す。シンクロトロン加速器で加速された電子が、磁場によって曲げられた際に、放射光と呼ばれる電磁波を発生させる。放射光は、ラボの X 線源と比べ、①高出力、②高指向性、③任意のエネルギーを取り出し可能などの利点がある。

財前ら(2016)は大型放射光施設 SPring-8[57]にて、無方向性電磁鋼板の打ち抜き加工によって内部に残留するひずみを計測している[58]。Fig. 1.18 に結果を示す。磁化方向である y 方向のひずみに着目すると、加工面端部に発生する引張りひずみに加えて、内部に残留する

微弱な圧縮ひずみが確認できる。破壊的な手法では検出できない弾性域のひずみが、本手法では検出可能となる。ただし、本手法は点の計測であり、分布を取得するには試料を走査する必要がある。そのため、高い空間分解能でひずみの2次元分布を取得するには膨大な時間が必要となる。

金属材料内部のひずみを非破壊で計測できる別の手法に、中性子をプローブとした中性子回折法も用いられる[59]。中性子はX線に比べ金属に対する透過力が強いいため、金属材料内部のひずみ計測に強みがある。しかし計測の空間分解能が現状1mm程度と放射光を用いたX線回折に比べて大きく、局所のひずみ計測には向いていない。

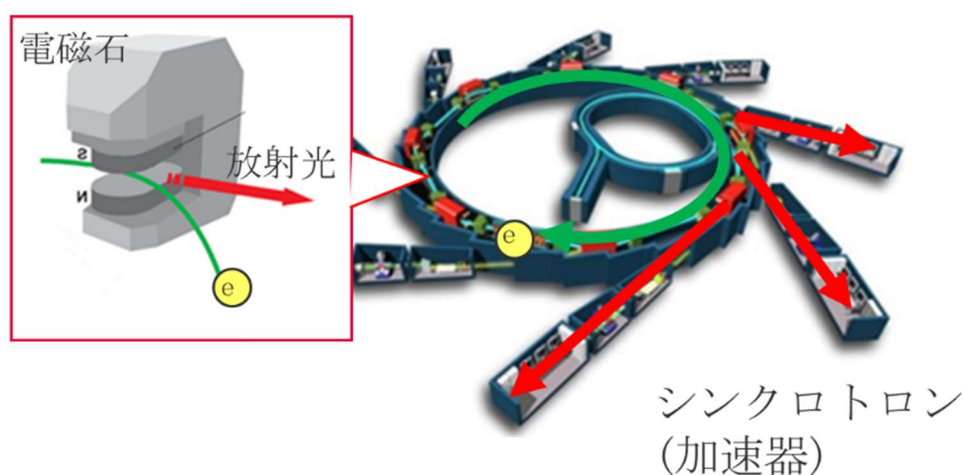


Fig. 1.17 放射光発生原理

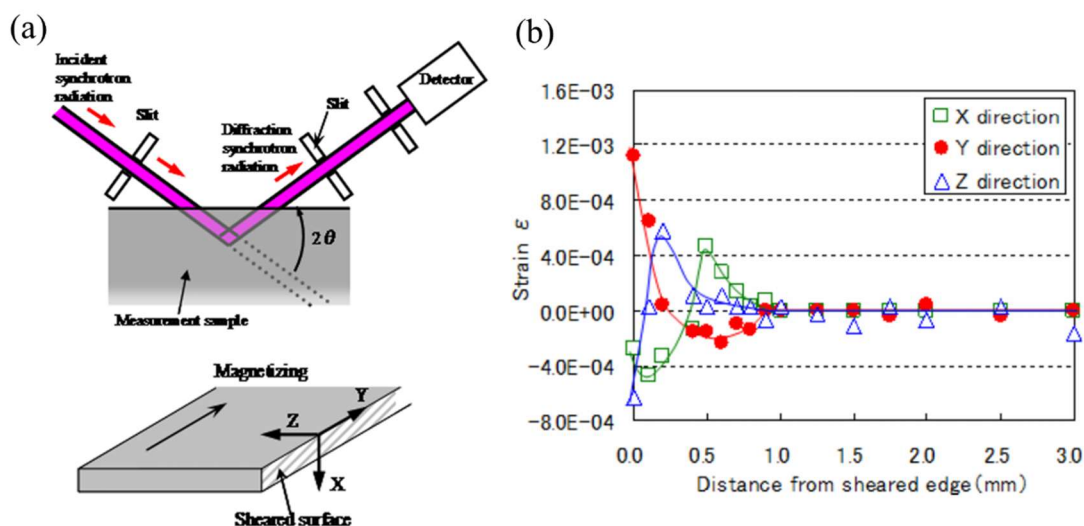


Fig. 1.18 放射光を用いた電磁鋼板内部打ち抜き残留ひずみ計測 [58]

(a) 放射光入射方向と試料方向 (b)各方向のひずみ計測結果 y方向が磁化方向

## 1.4 中性子を用いたイメージング技術

これまでに、材料内部の磁化・ひずみ分布を非破壊で評価する技術の必要性を示した。本節では、非破壊で内部の磁場・ひずみを計測可能な中性子を用いたイメージング技術について述べる。

### 1.4.1 中性子の特徴

中性子のプローブとしての主な特徴を、以下に3つ述べる。

#### ① 電氣的に中性であることから、金属に対して高い透過性がある

中性子は電氣的に中性であることが最大の特徴といえる。同じ放射線である X 線を物質に入射した場合、原子核の周りの電子との相互作用によってエネルギーを失い電離や励起を引き起こす。鉄鋼材料のような原子番号の大きい元素が対象の場合、この相互作用は大きい。一方、中性子が物質に入射した場合、電子との相互作用はなく、直接原子核との相互作用を引き起こす。さらにこの原子核との相互作用の断面積は、原子番号に依存せず、原子核の構造によって変化することから、対象の元素固有の値となる。

中性子の各元素に対する減弱係数は、X 線と比べて軽元素である水素に対して高い感度をもつ点、重金属に対して高い透過性を有する点が特徴である[60]。PSI (Paul Scherrer Institut)にて金属容器内部のコーヒーができるまでの過程を、中性子を用いて撮像した動画が公開されている[61]。中性子イメージングならではのイメージングといえる。自動車分野では、水に高い感度をもつ特徴を活かし、燃料電池内部の水挙動可視化などに応用されている[62,63]。

#### ② 質量を有することから、飛行時間法による高精度なエネルギー弁別が可能

電磁波である X 線と異なり、中性子は質量を有している。中性子の質量は  $1.6749 \times 10^{-27}$  kg であり電子の 1840 倍である。質量があることで、中性子のエネルギー、すなわち波長  $\lambda$  によってその速度  $v$  が異なる。この特徴から中性子の飛行時間を計測することによって、高精度にエネルギー情報を取得可能である。詳細は 1.4.2.2 節にて後述する。

#### ③ 磁気モーメントを有することから、磁場に感度をもつ

中性子は磁気モーメントをもつ、極めて小さい磁石ともいえる。物質中や空間中に磁場が生じていると、中性子は磁場と相互作用を起こすことでスピン状態が変化する。金属に対する高い透過性をあわせて、金属内部の磁場イメージングなどへ応用されている。詳細は 1.4.3 節にて後述する。

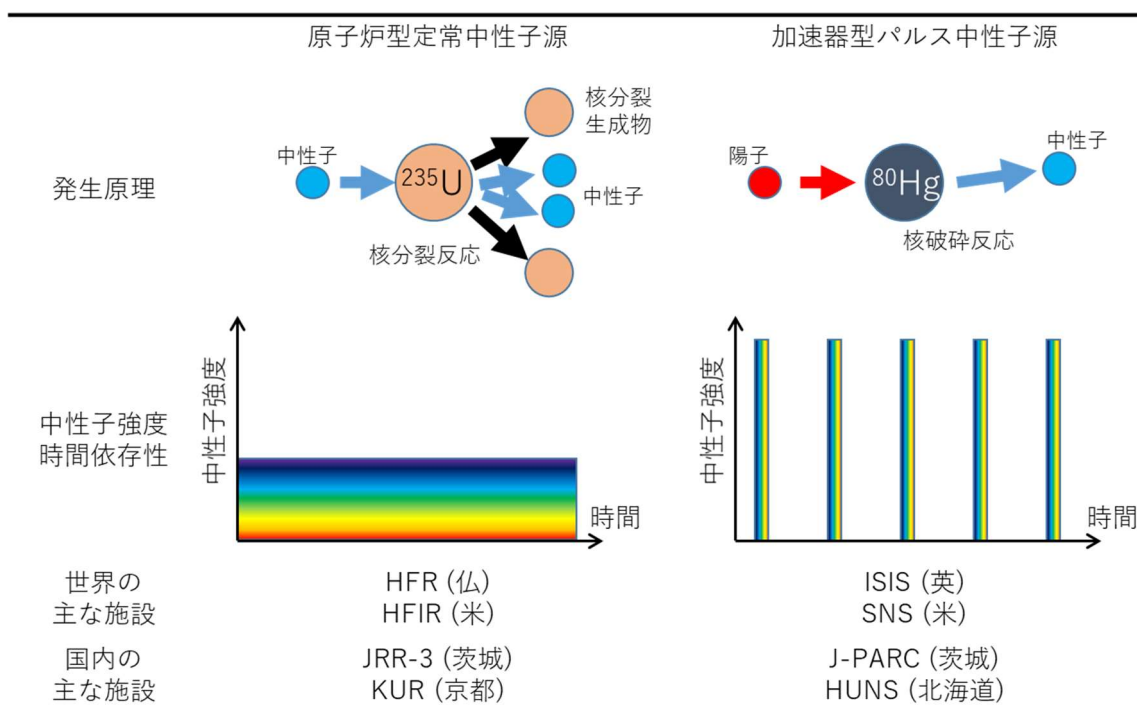
## 1.4.2 エネルギー分析型パルス中性子イメージング

### 1.4.2.1 パルス中性子源

中性子を発生させる発生源には、主に原子炉型定常中性子源と加速器型パルス中性子源がある[64,65]。Tab. 1.2に各発生原理と、発生する中性子の特徴、世界・国内の主な中性子源施設の比較を示す。原子炉型定常中性子源は、ウランの核分裂反応にて定常的に発生する中性子を利用する。時間平均した中性子の積分強度は加速器型パルス中性子源に比べ強く、内部のラジオグラフィ・トモグラフィや動的観察に向いている。

加速器型パルス中性子源は、加速させた高エネルギー陽子を水銀のような重い原子核に照射し、核破砕反応でパルスの発生する中性子を利用する。瞬間的な中性子強度は原子炉型定常中性子源に比べ100倍ほど強い。さらに発生した中性子の検出器までの飛行時間(TOF: Time of Flight)を計測することで中性子のエネルギー情報を、簡便かつ高精度に取得可能である。エネルギー分析型イメージングに最適な中性子源といえる。

Tab. 1.2 パルス中性子源比較



### 1.4.2.2 飛行時間法を用いたエネルギー分析

中性子の特徴に、質量を有する点がある。中性子の波長 $\lambda$ と速度 $v$ の関係は以下の式で表される。

$$\lambda = \frac{h}{m_n v} \quad (1.4)$$

$m_n$ は中性子の質量、 $h$ はプランク定数を示す。中性子源から検出器までの距離 $L$ の場合、中性子の飛行時間  $TOF$  は以下の式で表される。

$$TOF = \frac{L}{v} = \frac{\lambda m_n L}{h} \quad (1.5)$$

$TOF$  と  $L$  から中性子の波長すなわちエネルギーを取得できる。Fig. 1.19 に、パルス中性子を用いた飛行時間型エネルギー分析法の概要を示す。飛行時間法(TOF 法)を用いることで各パルスの波長を分解し計測できる[66]。

本手法は、簡便なシステムで高精度な波長分解を実現できる利点がある。さらに中性子の検出器に計数型の2次元検出器を用いることで、エネルギー分析型の2次元イメージングが可能となる。後述する偏極中性子を用いた磁場イメージング、ブラッグエッジ法を用いたひずみイメージングでは、高い波長分解能を実現可能な本手法の適用が最適と考えられる。本研究で実施した中性子実験はすべて、このパルス中性子と飛行時間法を組み合わせた手法を利用した。

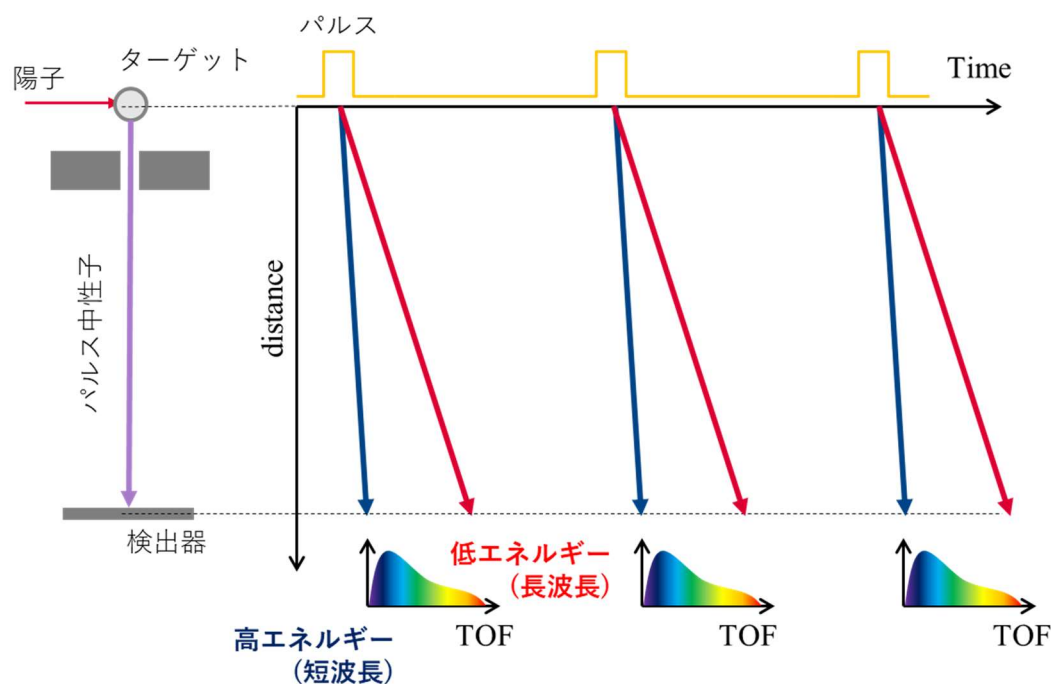


Fig. 1.19 飛行時間型エネルギー分析法



### 1.4.2.3 エネルギー分析型中性子イメージング装置 螺鈿(RADEN)

エネルギー分析型中性子イメージングにて高精度な計測を実現するためには、高精度な中性子の波長分解が必要不可欠である。1.4.2.2 節にて述べたように、パルス中性子を用いた TOF 分析が、高効率かつ高精度に中性子の波長情報を取得するのに最適である。

大型陽子加速器施設 Japan Proton Accelerator Research Complex (J-PARC)[67]は、米国の Spallation Neutron Source (SNS)[68]、現在建設中の欧州の European Spallation Neutron Source (ESS)[69]と並んで世界最高峰の大型加速器中性子源である。J-PARC では Fig. 1.20(a)に示すようにリニアック、Rapid Cycling Synchrotron (RCS)、Main Ring (MR)という3つの大型加速器を備えており、RCS では最大 1 MW の陽子ビームを出力可能である。RCS にて加速された陽子の 90%以上は、MR の中央に位置する物質生命科学実験施設(Materials & Life Science Experimental Facility (MLF)内の核破砕水銀ターゲットに 25 Hz の周期で照射される。その際、放射状に発生するパルス中性子を用いて実験が行われる。

MLF の BL22 に設置されているビームラインが螺鈿(RADEN)である(Fig. 1.20(b))[70,71]。RADEN には、放射線を用いたイメージング技術を意味する **Radiography** と、エネルギー分析を意味する **Energy analysis** の頭文字から由来しており、エネルギー分析型中性子イメージング専用に特化した装置である。

Tab. 1.3 に装置仕様を示す。エネルギー分析型中性子イメージングでは高い中性子強度と高い波長分解能が求められる。そこで、モデレータには中性子の強度と波長分解能のバランスのよい非結合型減速材が採用されている。検出器の位置は、主に飛行距離  $L = 18 \text{ m}$  と  $L = 23 \text{ m}$  の2か所が用いられる。最大  $8.8 \text{ \AA}$  の波長域の中性子を利用可能であり、波長分解能も 0.2%と高い。イメージング装置の解像度の性能をあらわす  $L/D$  の値(試料までの距離  $L$  とコリメータサイズ  $D$  から算出)はビーム強度とトレードオフの関係となり、対象の視野や空間分解能に応じて最適な値を選択できることが望ましい。RADEN ではビーム上流の遮蔽体内部に設置された2つのロータリーコリメータ(RC1,RC2)を用いて、最大  $300 \times 300 \text{ mm}^2$  の視野範囲と  $180 \sim 7500$  の  $L/D$  を選択可能である。実験ハッチ内は広い空間が確保されており、多様な実験環境を構築し In-situ 計測が可能である。

以上のように、RADEN はイメージングに特化した実験装置である。パルス中性子を用いたエネルギー分析型イメージングにとって世界最高の環境といえる。本研究で実施した中性子実験はすべて、J-PARC MLF BL22 RADEN にて実施した。

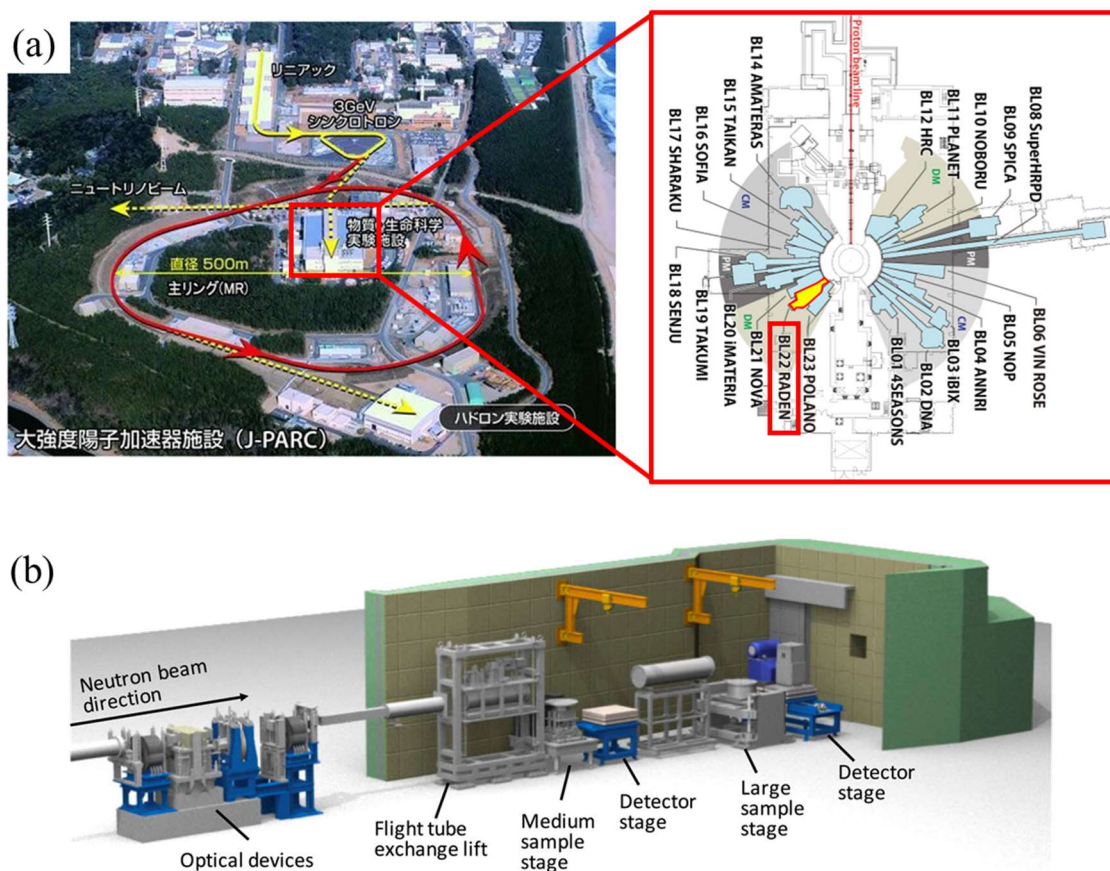


Fig. 1.20 (a) J-PARC 概観と MLF 実験装置図 [67]  
 (b) エネルギー分析型中性子イメージング装置 BL22 RADEN [70]

Tab. 1.3 RADEN 装置仕様 [70]

項目	仕様	
ビームライン	BL22	
モデレータ	非結合型減速材	
飛行距離	L = 18 m	L = 23 m
利用波長範囲	$\lambda < 8.8 \text{ \AA}$	$\lambda < 6.8 \text{ \AA}$
波長分解能	0.26 %	0.2 %
最大視野	221 x 221 mm <sup>2</sup>	300 x 300 mm <sup>2</sup>
L/D	180~5000	230~7500

### 1.4.3 偏極中性子を用いた磁場イメージング

中性子の特徴である，磁場に対する感度を活かした磁場イメージングが行われている．本節ではその原理と既存研究について述べる．

#### 1.4.3.1 磁場イメージングの原理 [72,73]

磁気モーメントをもつ中性子は，磁場 $B$ 中で以下の式に従う運動をする．

$$\frac{d\sigma_n}{dt} = \gamma\sigma_n \times B \quad (1.6)$$

$\sigma_n$ は中性子スピンに平行な単位ベクトル， $\gamma$ は中性子の磁気回転比を示す．この式は中性子が磁場に応じた加速度を受け，中性子スピンが磁場方向を回転軸としてラーモア歳差運動することを表している(Fig. 1.21)[74]．磁場中の中性子スピン回転角 $\varphi$ は以下の式で表される．

$$\varphi = \omega_L t = \frac{\gamma m_n \lambda}{h} \int B \quad (1.7)$$

$\omega_L$ はラーモア周波数， $t$ は中性子が磁場中に滞在する時間， $m_n$ は中性子の質量， $\lambda$ は中性子の波長， $h$ はプランク定数を示す．スピン回転角 $\varphi$ は中性子経路の積算磁場強度に比例する中性子波長 $\lambda$ の関数ととらえられる．スピン回転角の絶対値を知ることによって積算磁場強度 $B$ を定量的に評価可能である．

スピン回転角を検出する手法に，中性子のエネルギー分析と組み合わせた偏極度解析法が磁場イメージングに応用されている．本手法では偏極度 $P$ を以下の式で定義する．

$$P = \frac{I_{\text{up}} - I_{\text{down}}}{I_{\text{up}} + I_{\text{down}}} \quad (1.8)$$

$I_{\text{up}}$ ， $I_{\text{down}}$ はそれぞれアップスピン，ダウンスピンの中性子強度を示す．中性子のエネルギー分析手法を併用して偏極度 $P$ の波長依存性を取得することで，Fig. 1.22に示すように，中性子のラーモア歳差運動を偏極度の振動として計測できる．この偏極度の振動周期から中性子経路上の積算磁場強度を算出できる．

また，中性子のスピンの向きを3次元で制御することによって，偏極度をベクトルとして評価できる．中性子が経路上で一様な磁場に加速度を受けると仮定すると，磁場空間透過後の偏極度ベクトル $P(t)$ は入射する中性子の偏極度ベクトル $P_0$ を用いて以下の行列式で表される[75]．

$$P(t) = DP_0 = \begin{bmatrix} D_{xx} & D_{xy} & D_{xz} \\ D_{yx} & D_{yy} & D_{yz} \\ D_{zx} & D_{zy} & D_{zz} \end{bmatrix} P_0$$

$$= \begin{bmatrix} 1 - (1 - \cos\omega_L t)(1 - n_x^2) & (1 - \cos\omega_L t)n_x n_y - n_z \sin\omega_L t & (1 - \cos\omega_L t)n_z n_x - n_y \sin\omega_L t \\ (1 - \cos\omega_L t)n_x n_y + n_z \sin\omega_L t & 1 - (1 - \cos\omega_L t)(1 - n_y^2) & (1 - \cos\omega_L t)n_y n_z - n_x \sin\omega_L t \\ (1 - \cos\omega_L t)n_z n_x - n_y \sin\omega_L t & (1 - \cos\omega_L t)n_y n_z - n_x \sin\omega_L t & 1 - (1 - \cos\omega_L t)(1 - n_z^2) \end{bmatrix} P_0 \quad (1.9)$$

行列の各要素 $D_{\alpha\beta}$ ( $\alpha, \beta = x, y, z$ )は $P_0$ の $\alpha$ 成分のうち、磁場空間透過後 $P(t)$ の $\beta$ 成分へ変化する大きさを示している。 $\alpha = \beta$ の成分を対角成分、 $\alpha \neq \beta$ の成分を非対角成分とよぶ。 $n_x, n_y, n_z$ は、磁場方向が各量子化軸となす角の余弦(cos)を示す。対角成分にはこれらの2乗の項を含むため、磁場の角度情報を取得できる。非対角成分にはこれらの1乗の項を含むため、磁場の方向情報を取得できる。この9つの各行列要素の $t$ の関数、すなわち波長依存性を取得・解析し、中性子透過経路上の磁場ベクトルを求められる。

さらに2次元検出器を用いることで磁場イメージングが可能となる。

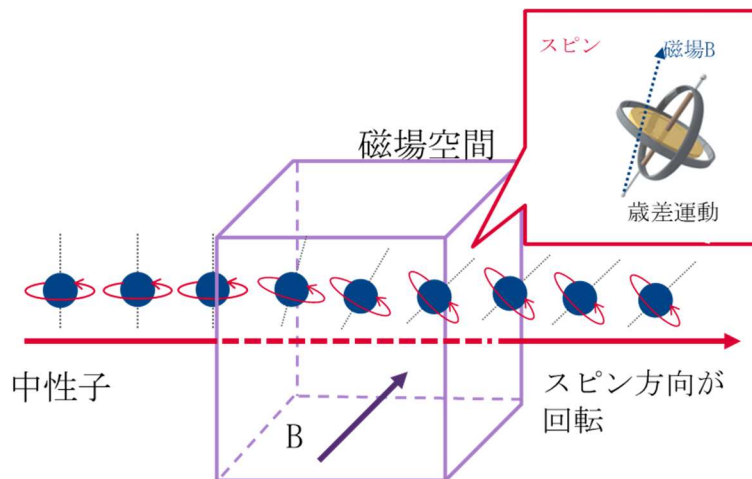


Fig. 1.21 中性子スピンの磁場中での回転

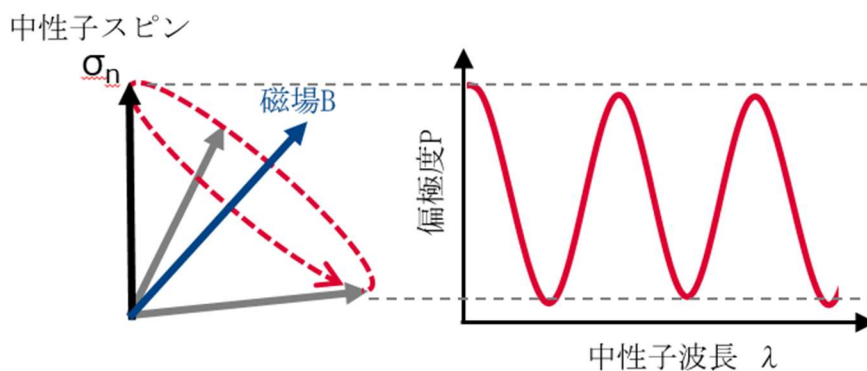


Fig. 1.22 ラーモア歳差運動と偏極度の関係

### 1.4.3.2 偏極中性子を用いた磁場イメージングの既存研究

偏極中性子を用いた磁場イメージングに関する研究は数多く報告されている。N. Kardjilov ら(2008), F. M. Piegsa ら(2009), M. Strobl ら(2009)は永久磁石周辺の空間磁場のイメージングを報告している(Fig. 1.23)[74,76,77]。篠原ら(2011)はソレノイドコイルに電流を流した際の空間磁場を、偏極度の振動周期から算出しその妥当性を確認している[78]。また廣井ら(2017)はモータ動作中の磁場分布を動的に観察している(Fig. 1.24)[79]。中性子は非接触で磁場の検出が可能のため、電界・磁界場を乱すことなく計測可能である。さらに中性子は高い透過性を有するため、閉鎖空間内部や、高温中などの特殊環境下の測定に強みがある。

バルク材料内部の磁場を可視化した事例に、N. Kardjilov ら(2008)は超伝導体内部の磁場を可視化している[74]。近年では、対象試料を回転させ多方向からの像を取得し3次元再構成させた結果も報告されている(Fig. 1.25)[80]。廣井ら(2015)は方向性電磁鋼板に外部磁場を印加した際の、材料内部の磁区構造変化を可視化している(Fig. 1.26) [81]。中性子の透過性を活かした他手法では実現できない内部磁場分布の可視化は、多方面に 응용が検討されている。

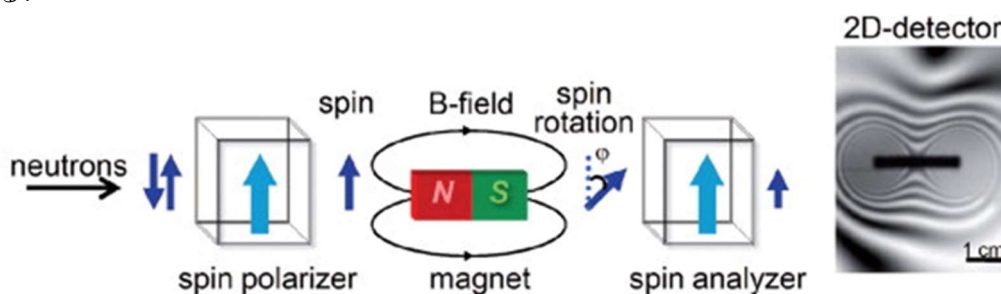


Fig. 1.23 空間磁場イメージング [74]

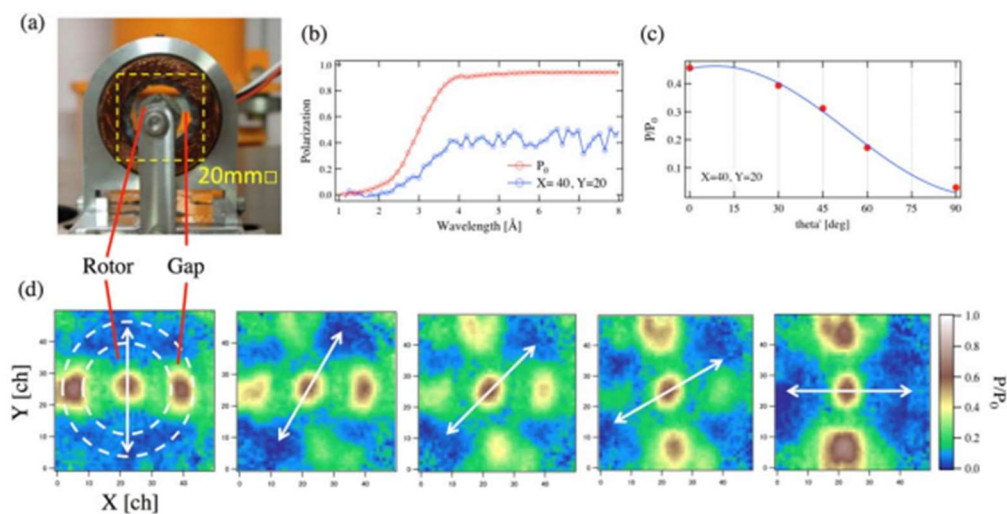


Fig. 1.24 廣井らによるモータ動作中の磁場イメージング [79]

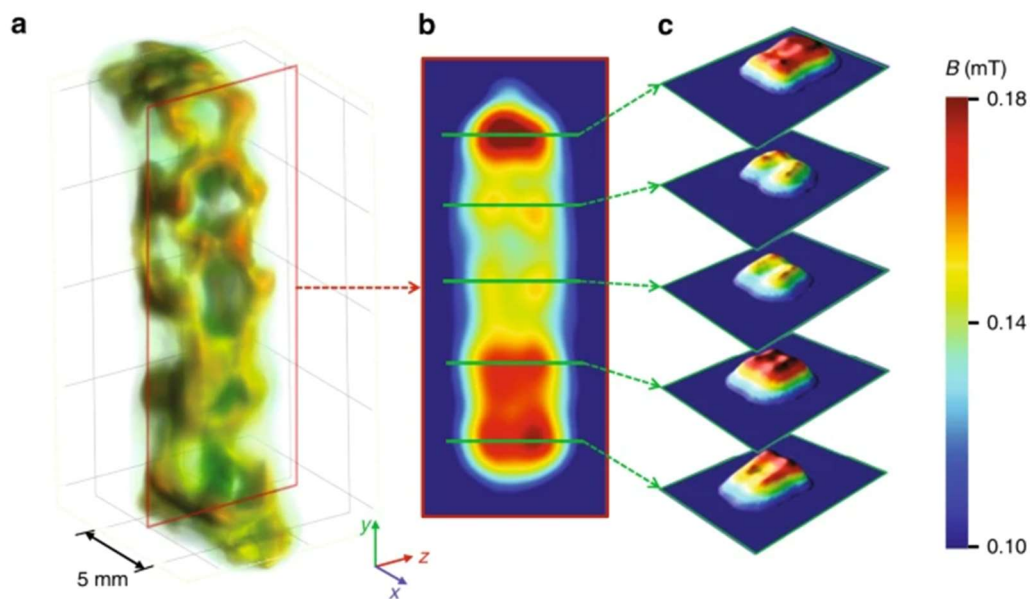


Fig. 1.25 A. Hilger らによる超伝導体内部磁束 3D 可視化 [80]

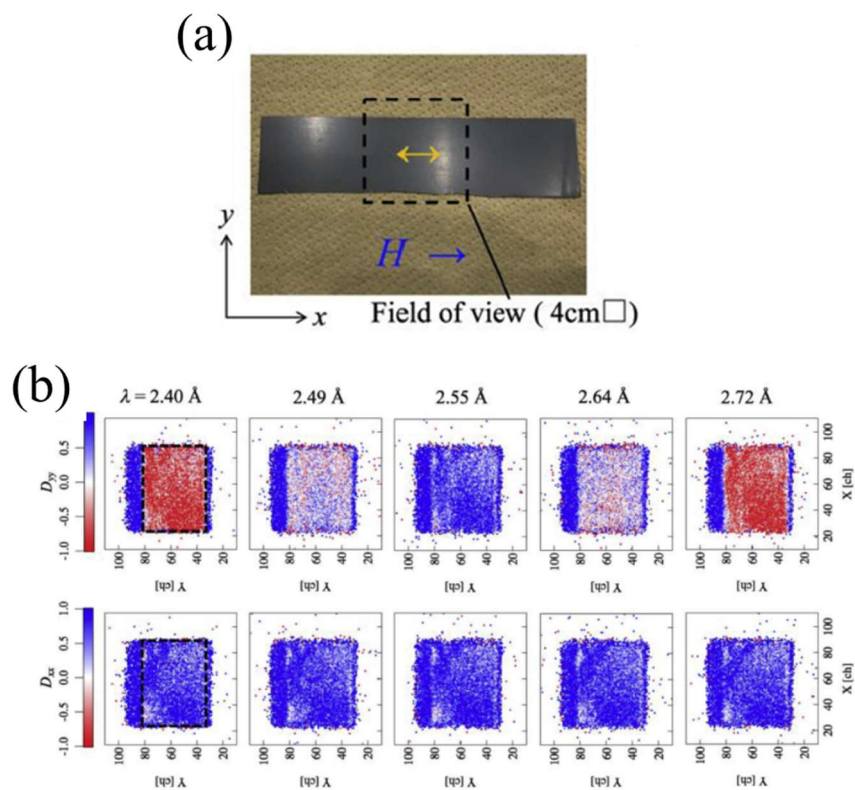


Fig. 1.26 廣井らによる方向性電磁鋼板内部磁区観察 [81]

(a) 方向性電磁鋼板試料 外部磁場を印加し計測 (b) 磁化反転挙動可視化結果

### 1.4.4 ブラッグエッジ法を用いたひずみイメージング

多結晶材料の対象物を透過した際の中性子透過率スペクトルには、対象物のひずみ・集合組織・結晶子サイズといった対象物の結晶情報が含まれる。本節では、ひずみの計測に着目し、中性子ブラッグエッジイメージングの原理と既存研究について述べる。

#### 1.4.4.1 中性子ブラッグエッジイメージングの原理 [82]

ブラッグエッジイメージングを利用したひずみ分布の計測は、J. R. Santisteban らによって 2000 年前半に開発された[83]。中性子ブラッグエッジ法の計測概要を Fig. 1.27(a)に示す。中性子の波長 $\lambda$ に依存する透過率スペクトル $Tr(\lambda)$ は以下の式で表される。

$$Tr(\lambda) = \frac{I(\lambda)}{I_0(\lambda)} \quad (1.9)$$

$I_0(\lambda)$ は入射スペクトル、 $I(\lambda)$ は試料の透過スペクトルを示す。透過率スペクトルは各エネルギーについて透過強度と入射強度の比を取ることで算出される。例として、Fig. 1.29(b)に多結晶の $\alpha$ -Fe 試料(bcc 構造)を透過した際に得られる透過スペクトルを示す。試料が多結晶材料の場合、“ブラッグエッジ”と呼ばれる、複数のカットオフをもつ特徴的なパターンが確認できる。Fig. 1.27(b)の添え字はそれぞれのブラッグエッジが起因する回折面を示す。

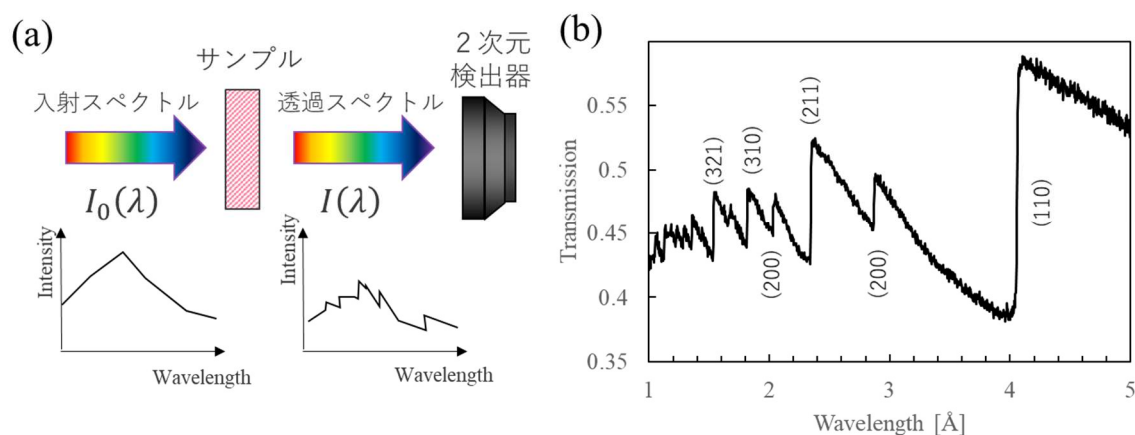


Fig. 1.27 中性子ブラッグエッジ法計測概要 [82] (a) 計測手法概要図 (b)  $\alpha$ -Fe 試料の透過スペクトル 添え字はそれぞれのブラッグエッジが起因する回折面を示す。

ブラッグエッジが特徴的なカットオフ形状となる原理について述べる。中性子が試料を透過する際、試料内部で吸収・散乱の相互作用によって検出器に届く中性子の数が減少する。中性子と試料の相互作用のうち、中性子の散乱は個々の原子核からの散乱である非干渉性散乱と、原子核集団からの散乱である干渉性散乱に大別される。さらに、これらの散乱は原子核との相互作用時にエネルギーの授受を起こさない弾性散乱と、授受を起こす非弾性散乱に分けられる。Fig. 1.28 に中性子断面積計算ツール NXS [84]を用いて計算した $\alpha$ -Fe に対する各相互作用の反応断面積波長依存性を示す。ブラッグエッジの現れる低いエネルギー領域では、一部の例外を除き、干渉性散乱が主の相互作用である。その中でも干渉性弾性散乱である回折現象がブラッグエッジを生じさせる。

中性子は、X線と同様に、以下のブラッグの式が成り立つ条件で回折現象が生じる。

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (1.10)$$

$d$  は金属材料の結晶格子面間隔、 $\theta$  はブラッグ角、 $n$  は自然数を示す。例として、集合組織が無配向である $\alpha$ -Fe 多結晶材料に中性子が入射した場合の(110)での干渉性弾性散乱断面積について考える。(110)の結晶格子面間隔を $d_{110}$ とする。

Fig. 1.29(a)に示すように、中性子入射方向と結晶面が平行な場合、ブラッグ角 $\theta$ は0度となるため、式 1.10 のブラッグの式より散乱を起こす中性子の波長は $\lambda = 0$ となり、散乱は生じず干渉性弾性散乱断面積は 0 である。次に Fig. 1.29(b)に示すように中性子入射方向と結晶面の角度が 45 度の場合、 $\lambda = 2d_{110} \sin 45^\circ$  の中性子だけが 90 度方向に散乱する。最後に、Fig. 1.29(c)に示すように中性子入射方向と結晶面の角度が 90 度の場合、 $\lambda = 2d_{110} \sin 90^\circ$  の中性子だけが 180 度方向に散乱する。このように中性子の入射方向と結晶面のなす角 $\theta = 0^\circ \sim 90^\circ$ の結晶では、それぞれブラッグの式に対応した $\lambda = 0 \sim 2d_{110}$ の中性子が散乱現象を起こす。一方、 $\lambda > 2d_{110}$ の中性子についてはブラッグ条件を満たさないので、干渉性弾性散乱断面積は 0 になる。その結果、特徴的なカットオフ形状をもつ中性子反応断面積となる。さらに、(110)以外にも多数の結晶面が存在するので、それぞれを足し合わせた結果、複数のエッジをもつ中性子反応断面積となり、Fig. 1.27(b)に示すブラッグエッジスペクトルとなる。



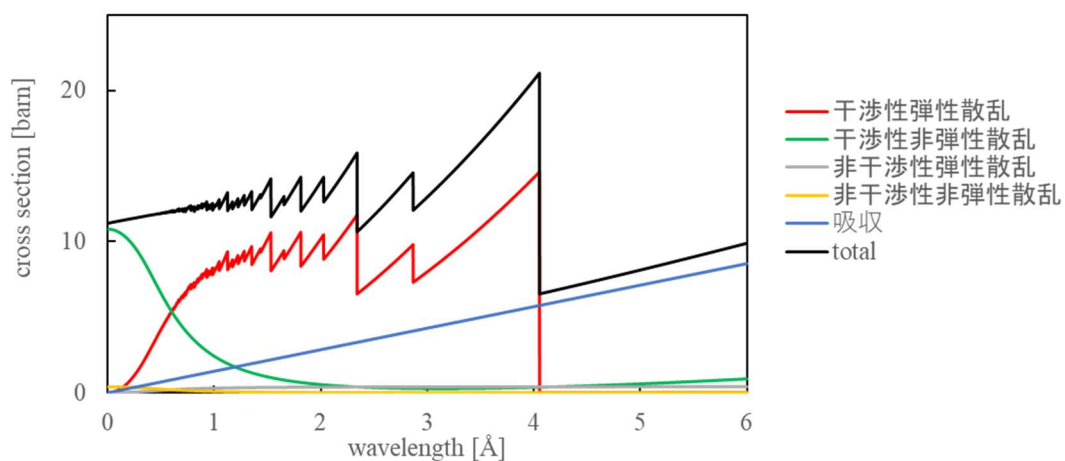


Fig. 1.28  $\alpha$ -Fe の中性子反応断面積

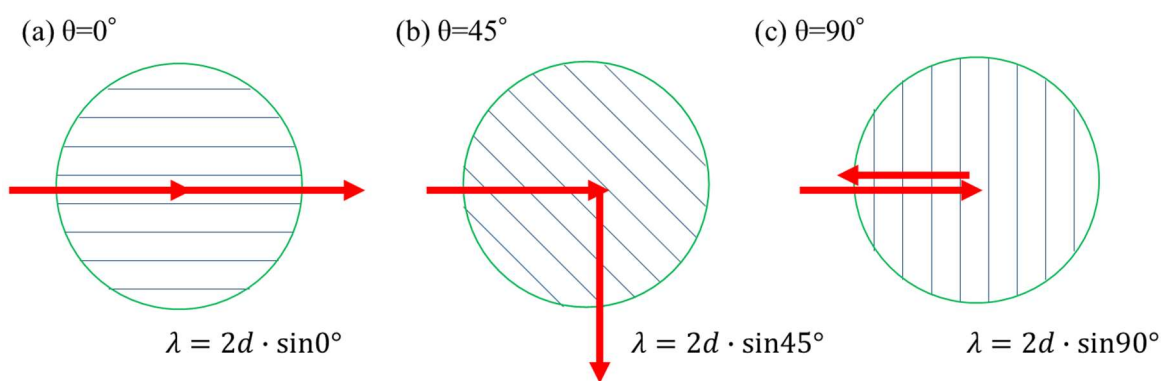
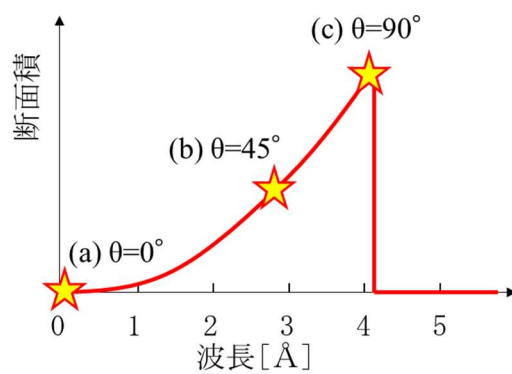


Fig. 1.29 ブラッグエッジスペクトルの形成過程 [82]

ブラッグエッジスペクトルの形成過程を考えると、透過率スペクトルには透過した材料内部の結晶情報が反映される。そのため、得られた透過率スペクトルを解析することで、以下の情報を取得可能である。

### ① 結晶構造，結晶相

ブラッグエッジの位置，すなわち結晶格子面間隔と，エッジ高さ情報から結晶構造，結晶相の情報を取得できる。佐藤ら(2013)は金属溶接部に対してブラッグエッジスペクトルを取得し，回折パターンデータベースをもとにリートベルト的解析を行うことで2次元の結晶相分布を可視化している[85]。同じく佐藤ら(2015)は鉄鋼材料の焼き入れ部位における焼き入れ深さ(マルテンサイト相)を可視化している[86]。

### ② 集合組織，結晶子サイズ

試料内部に集合組織が存在する場合，ブラッグエッジの短波長側のスペクトル形状が変化する。このブラッグエッジの形状変化から中性子透過経路中の集合組織を推定可能である。

また，多結晶材料中では，同一の結晶子中で多重散乱を起こし中性子入射方向に中性子が戻される，第1消衰効果と呼ばれる現象が生じる。その結果，散乱中性子の強度は低下し，反対に透過中性子の強度は増加する。この第1消衰効果が発生する確率は結晶子サイズが大きくなるほど増加することから，透過中性子の透過率を解析することで結晶子サイズの推定が可能になる。佐藤ら(2011)は圧延鉄鋼材溶接部を対象に集合組織分布，結晶子サイズの2次元分布可視化を報告している[87]。

### ③ ひずみ

Fig. 1.30 に多結晶材料中の応力ひずみによるブラッグエッジスペクトルへの影響を X 線・中性子の回折プロファイルと比較した模式図を示す。回折法，ブラッグエッジ法いずれの手法も，試料材料の結晶構造に起因した回折現象から結晶格子面間隔を算出しひずみを算出する手法である。前述したように，回折プロファイルのピーク位置，ブラッグエッジスペクトルのエッジ位置は，式 1.10 に示すブラッグの式に応じた回折面の結晶格子面間隔に相当する位置に現れる。マクロひずみによって格子面間隔が変化した場合，回折プロファイルのピーク位置，ブラッグエッジスペクトルのエッジ位置がシフトする。このシフト量から以下の式でマクロひずみ $\varepsilon$ を算出できる。

$$\varepsilon = \frac{d - d_0}{d_0} \quad (1.11)$$

$d_0$ は無ひずみの結晶格子面間隔， $d$ はひずみ付与後の結晶格子面間隔を示す。また，回折ピークの広がり，ブラッグエッジスペクトルのエッジの広がりには結晶子サイズとともに結晶粒内に生じる転位や格子欠陥に起因するマイクロひずみによって影響を受ける。そのため，

この広がりからマイクロひずみを算出可能である[86,88].

ひずみ計測において、X線・中性子回折法と比べた場合、中性子ブラッグエッジ法の利点は、検出器に2次元検出器を用いることで高空間分解能、広視野のひずみイメージングを高速・簡便に実現できる点である。X線・中性子回折法では、空間分解能はビーム径によって制限され、ラボのX線であれば100  $\mu\text{m}$ 程度、放射光X線の場合10  $\mu\text{m}$ 程度、中性子の場合1 mm程度のビーム径が一般的に用いられる。ひずみの2次元分布を取得しようとすると、これらの回折法は原理的に点計測となるため、ビームを対象位置に照射するために試料位置・角度を高精度に調整する必要がある。中性子ブラッグエッジイメージングの場合、透過してくる中性子からひずみ情報を取得するため、試料や検出器の移動なしに、ひずみの2次元分布取得が可能である。

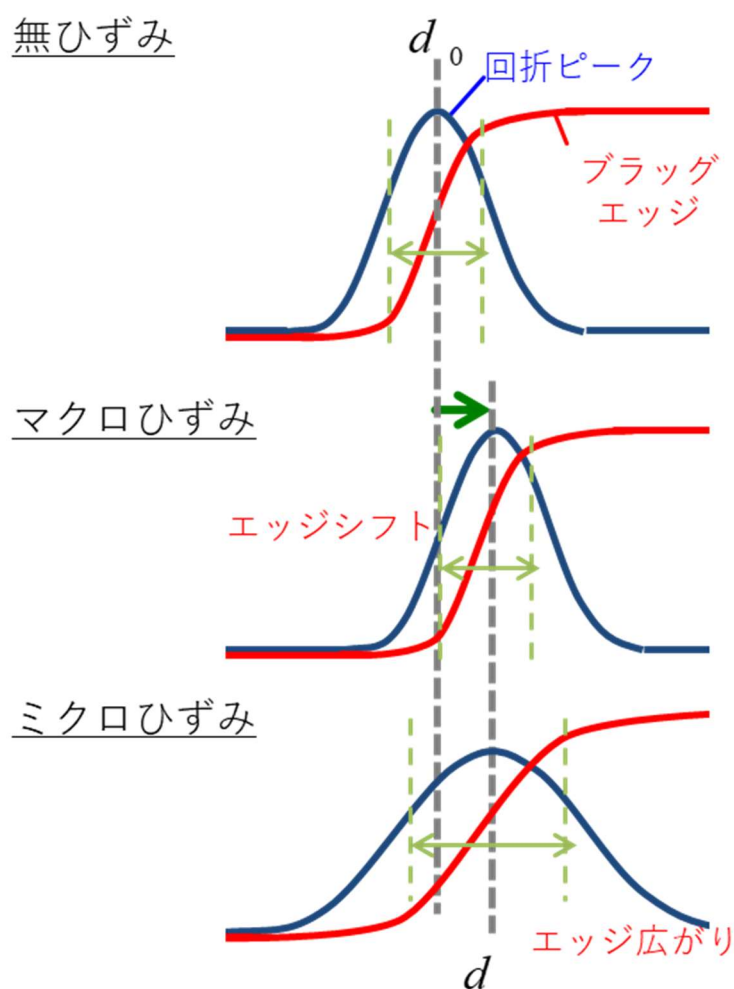


Fig. 1.30 ひずみによるX線・中性子回折ピークとブラッグエッジスペクトルへの影響。ピーク位置、エッジ位置のシフトからマクロひずみを、ピーク、エッジ広がりからマイクロひずみを評価可能。

### 1.4.4.2 ブラッグエッジ法を用いたひずみイメージングの既存研究

ブラッグエッジイメージングを用いたひずみ計測について、これまで数多くの研究がなされてきた。ひずみ計測に関する基礎的な研究として、R. Woracek ら(2011)は、金属試料に対して引張応力を付加した場合のブラッグエッジの位置から格子ひずみの分布を計測し、中性子回折の結果と比較検証し、その結果の妥当性を検証している(Fig. 1.31)[89]。蘇ら(2016)は曲げ加工した鉄鋼材料の集合組織、結晶子サイズ、格子ひずみ分布を評価した結果を報告し、EBSD による断面分析の結果と比較し妥当性を検証している[90]。佐藤ら(2019)は、引張付与中の金属試料から得られるブラッグエッジ位置に加え、エッジ広がりや中性子回折のピーク形状と比較しつつ、転位密度分布を推定し、局所的な応力集中を可視化している(Fig. 1.32)[88]。

実際の産業製品の応用として、A. S. Tremsin ら(2016)は、鉄製のボルトを締め付けた際のボルト内部のひずみ分布を可視化している(Fig. 1.33) [91]。また蘇ら(2021)は焼入れを施したギア中の残留ひずみ分布の可視化を実現し、さらにビッカース硬度との相関を確認し、本手法の妥当性を確認している(Fig. 1.34)[92]。いずれの報告でも、従来手法では得られない広範囲の 2 次元ひずみ分布イメージングを実現しており、今後工業製品への適用が期待される手法といえる。

さらに近年では、ひずみイメージングの領域を 2 次元から 3 次元に拡張する研究も報告されている[93-95]。テンソル情報をもつひずみを 3 次元に再構成する技術が確立することで、材料内部に発生する応力状態を正確に把握可能となる。

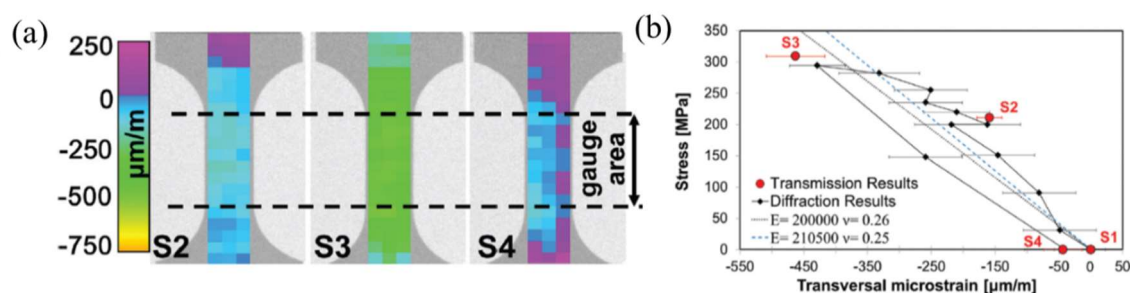


Fig. 1.31 R. Woracek らによる引張ひずみ付与中のひずみ計測 [89]

(a)2次元ひずみ分布 (b)中性子回折の比較による妥当性検証

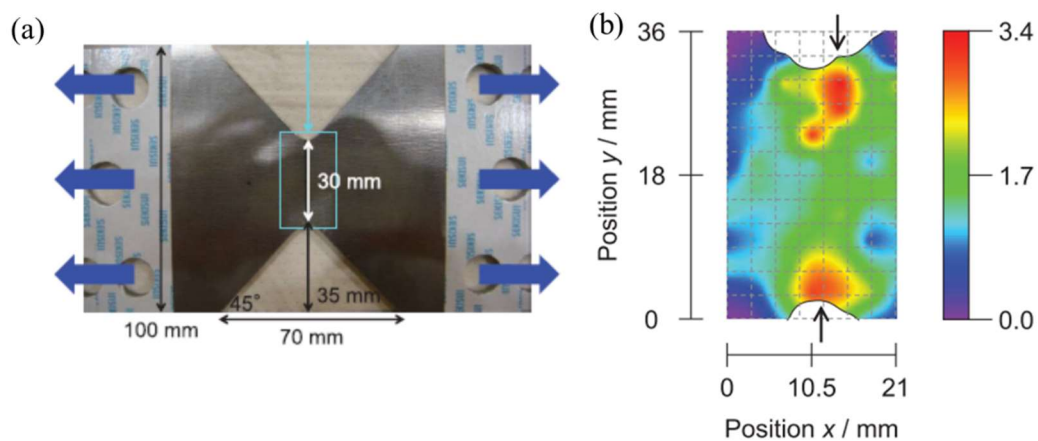


Fig. 1.32 佐藤らによる引張ひずみ付与中のひずみ計測 [88]  
 (a) 試料概観 (b) 推定転位密度分布(単位は  $10^{14} \text{m}^{-2}$ )

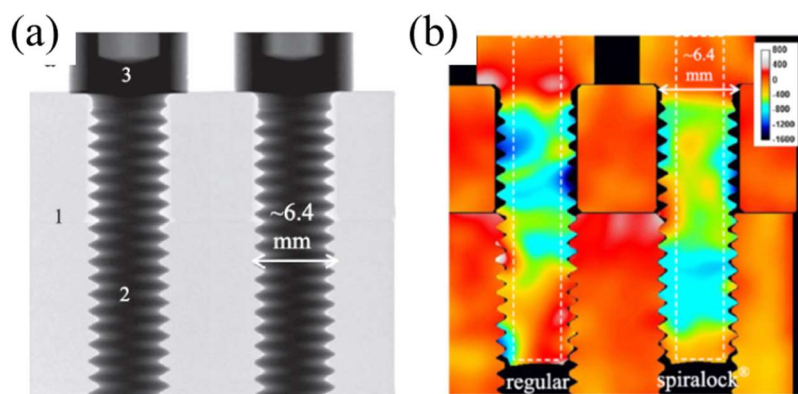


Fig. 1.33 A. S. Tremsin らによるボルト締め付けた時の内部ひずみ分布 [91]  
 (a) 透過像 (b) ひずみ分布画像

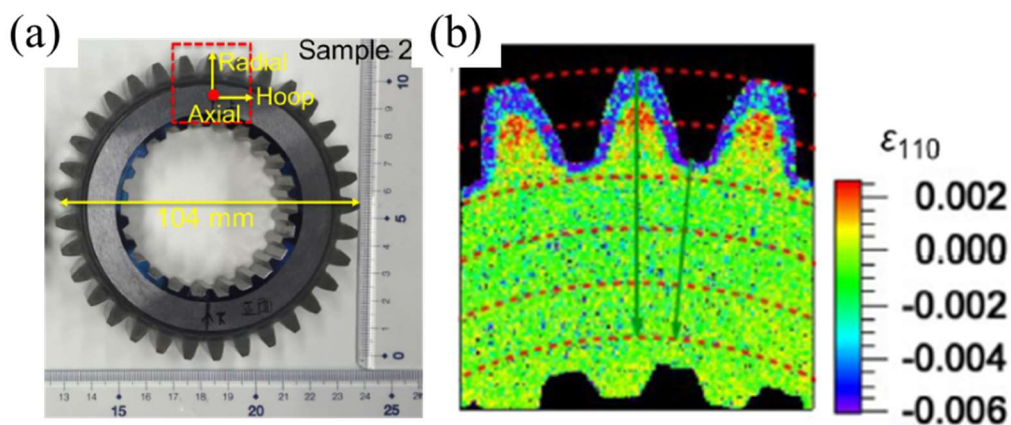


Fig. 1.34 蘇らによる焼入れギア中の残留ひずみ分布 [92]  
 (a) 試料外観 (b) ひずみ分布画像

## 1.5 本研究の目的

本研究では、自動車用モータに用いられる磁石・コア材料の、結晶配向・磁化・ひずみといった材料内部の物性を可視化するために、エネルギー分析型中性子イメージングの適用を検討したことを述べる。具体的には、以下にあげる2つの項目について検討した。

### ① 偏極中性子イメージングを用いた配向磁石の内部磁化分布評価

Tab. 1.4 に、配向磁石における評価手法の比較表を示す。配向磁石の評価項目は、配向と磁化の状態があげられる。配向は、結晶方位を評価する EBSD, XRD を用いた破壊的手法で評価できる。一方、磁化は、従来の破壊的磁束評価手法では計測値の定量性、空間分解能に課題がある。非破壊の評価手法である逆問題解析法は、解の一意性に課題がある。

偏極中性子を用いた磁場イメージングは非破壊で材料内部の磁場分布を評価可能な手法である。しかし、磁石内部の磁化評価へ本手法を適用する場合、漏洩磁束による中性子の試料入射前後のスピン状態への影響の低減、多磁区構造をもつ磁石材料の磁気的不均一性を考慮する必要がある。そこで本研究では、実験において漏洩磁束低減のためのヨークの導入、解析において磁区的不均一性に起因する中性子偏極度の減衰を考慮することでこれらの課題を解決する。これらの影響・効果を実験的に確認し、偏極中性子を用いた磁場イメージングの磁石内部磁化分布評価への適用性検討を本研究の1つ目の目的とする。

Tab. 1.4 配向磁石評価の手法比較

対象 手法	配向評価		磁化評価		偏極中性子
	EBSD	XRD	磁束評価	逆問題解析	
空間分解能	◎	△	△	○	○
計測分解能	◎	○	×	△	○
計測視野	△	◎	○	○	○
内部評価	○	○	△	○	◎

破壊手法
非破壊手法

## ② 中性子ブラッグエッジイメージングを用いたコア材料の打ち抜き残留ひずみ分布評価

Tab. 1.5 に、打ち抜き残留ひずみ評価手法の比較表を示す。残留ひずみの評価について、破壊的手法は、弾性ひずみの開放が生じるため弾性ひずみの評価ができない。また定量的なひずみの方向や強度を評価することも困難である。一方、高エネルギー放射光・中性子回折法を用いたひずみ計測手法は、非破壊で計測できる。しかし、原理的に点計測であるため、高い空間分解能の分布計測には膨大な時間を要する。

中性子ブラッグエッジイメージングは、高空間分解能かつ 2 次元ひずみイメージングを実現可能な手法である。2 次元ひずみ情報は加工解析結果との比較に有効であり、実測結果との比較を通して、解析技術の妥当性検証、精度向上が期待される。しかし、本手法は、空間分解能とひずみ計測精度がトレードオフの関係にあることから、これらの両立が課題である。そこで本研究では測定試料の加工・形状をデータの重ね合わせ処理に最適化することで、空間分解能の劣化を最小限に抑え、ひずみ計測精度を向上する。このデータの重ね合わせ処理による効果を定量的に確認し、中性子ブラッグエッジイメージングによるひずみ分布計測の空間分解能とひずみ計測精度の両立を実現することで、電磁鋼板打ち抜き残留ひずみ分布の評価への適用によるひずみ分布取得と、加工解析手法の結果の妥当性検証を本研究の 2 つ目の目的とする。

Tab. 1.5 打ち抜き残留ひずみ評価の手法比較

対象 手法	ひずみ				
	硬度評価	EBSD	放射光XRD	中性子XRD	中性子BEI
空間分解能	○	◎	○	×	○
計測分解能	△	△	◎	○	○
計測視野	○	○	△	△	○
内部評価	×	×	○	◎	◎

破壊手法
非破壊手法

## 1.6 本論文の構成

本研究は自動車用モータ材料の評価に対する、エネルギー分析型中性子イメージングの応用を研究したものであり、4章で構成される。

第1章では、自動車を取り巻く環境から、自動車用モータ材料の評価の課題について述べ、それらの課題に対する評価技術であるエネルギー分析型中性子イメージングの概要について述べた。

第2章では、配向磁石における磁化分布の評価に対して、偏極中性子を用いた磁場イメージングの適用を検討したことを述べる。基礎評価として、既知の磁化を与えた試料に対して偏極中性子の波長依存性を評価し、実験的に本手法の原理を実証した。また、磁化勾配のある試料に対して、偏極中性子法、破壊的手法、逆問題解析手法によって得られた磁化分布の結果を比較し、それぞれの手法の利点欠点をまとめ、偏極中性子法の適用範囲、制約条件、計測課題を検討したことを述べる。

第3章では、電磁鋼板の打ち抜き加工にともなう残留ひずみの評価に対して、ブラッグエッジ法を用いたひずみイメージングの応用について述べる。空間分解能とひずみ計測分解能の両立に向け、取得データの重ね合わせ処理を適用し、その効果を定量的に考察した。また、中性子イメージングにて得られた結果と従来の破壊手法であるEBSDにて得られた材料組織分布との比較、実測した鉄損値との比較を通して、中性子イメージングの計測結果の妥当性を検証した。さらに解析結果と実測結果との比較を通して解析結果の妥当性を検証した。

第4章では、本研究の総括を行い、目的に対する結論と今後の展望について述べる。



## 1.7 参考文献

- [1] 経済産業省, 「第1回自動車新時代戦略会議資料」2018年4月18日.
- [2] 藤崎 敬介, 「モータ駆動システムのための磁性材料活用技術」, コロナ社, (2018).
- [3] 山村 真史, 諸井 英祐, 中村 佑太, 河村 亮, “自動車用モータの技術動向”, *DENSO TECHNICAL REVIEW*, **23**, (2018) 37 - 44.
- [4] 丸山 泰弘, 久村 剛之, 天野 寿人, 蒲池 政直, 吉田 健志, “NEOMAX 異方性リング磁石のモータへの適用”, *日立金属技報*, **35**, (2019) 8 - 13.
- [5] K. Honda, “On the magnetization of single crystals of iron”, *Sci. Rep. Tohoku Imp. Univ.* **15**, 721, (1926).
- [6] E. P. Furlani, *Permanent Magnet and Electromechanical Devices; Materials, Analysis and Applications*, (Academic Press, New York, 2001).
- [7] D. Lee, C. Jeong, and J. Hur, “Analysis of cogging torque and torque ripple according to unevenly magnetized permanent magnets pattern in PMSM,” 2017 IEEE Energy Conversion Congress and Exposition (ECCE), Cincinnati, (2017) 2433 - 2438.
- [8] 株式会社東レリサーチセンター web サイト, “[https://www.toray-research.co.jp/technical-info/analysis/form/for\\_005.html](https://www.toray-research.co.jp/technical-info/analysis/form/for_005.html)”.
- [9] K. Khlopkov, O. Gutfleisch, D. Eckert, D. Hinz, B. Wall, W. Rodewald, K.-H. Müller, and L. Schultz, “Local texture in Nd-Fe-B sintered magnets with maximised energy density,” *J. Alloys Compd.* **365** (2004) 259 - 265.
- [10] Y. Matsuura, J. Hoshijima, and R. Ishii, “Relation between Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B grain alignment and coercive force decrease ratio in Nd-Fe-B sintered magnets,” *J. Magn. Magn. Mater.*, **336** (2013) 88 - 92.
- [11] 高木 繁, 槇田 顕, 岡本 篤樹, “Nd-Fe-B 磁石の成形体および焼結体の X 線配向度評価”, *Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy* Vol. **50**, 1 (2002) 45 - 49.
- [12] Y. Zhang, Y. Zhang, J. Song, X. Qi, J. Du, W. Xia, J. Zhang, A. Yan and J. Ping Liu, “Magnetic domain structure of Sm (Co, Cu, Fe, Zr) x thick permanent magnetic films,” *IEEE Trans. Magn.*, **49**, 7 (2013) 3360 - 3363.
- [13] 前川 雄哉, “(株) 大同分析リサーチ 新型 X 線回折装置による微小部解析技術の紹介”, *電気製鋼*, **90**, 2 (2019) 125 - 126.
- [14] D. Givord, P. Tenaud, and T. Viadieu, “Analysis of hysteresis loops in Nd-Fe-B sintered magnets,” *J. Appl. Phys.*, **60**, 3263 (1986).
- [15] S. Hirose, K. Tokuhara and M. Sagawa, “Coercivity of surface grains of Nd-Fe-B sintered magnet,” *Japan J. Appl. Phys.*, **26**, 8, L1359 (1987).
- [16] H. Nishio, H. Yamamoto, M. Nagakura, and M. Uehara, “Effect of machining on magnetic properties of Nd-Fe-B system sintered magnets,” *IEEE Trans. Magn.*, **26**, 1 (1990) 257 - 261.
- [17] H. Igarashi, T. Honma, and A. Kost, “Inverse inference of magnetization distribution in cylindrical permanent magnets,” *IEEE Trans. Magn.*, **36**, 4 (2000) 1168 - 1171.
- [18] N. Nakai, Y. Takahashi, K. Fujiwara, and H. Ohashi, “Estimation of magnetization distribution in a permanent magnet using genetic algorithm,” in *Proc. 17th Int. Symp. Electromagn. Fields Mechatronics, Elect. Electron. Eng. ISEF* (2015).
- [19] K. Haragashira, Y. Hibino, H. Yano, K. Sugahara, and Y. Kondo, “Magnetization reconstruction of ferrite magnets based on the truncated singular value decomposition method,” *Proc. of the Eighteenth Biennial IEEE Conf. on Electromagnet Field Computation (CEFC 2018)*, WPA4-14 (2018).
- [20] L. Arbenza, O. Chadebec, C. EspanRet, Y. Rtimi, and G. Cauffer, “Characterization of permanent magnet magnetization,” *IEEE Trans. Magn.*, **53**, 11, 8109504 (2017).
- [21] Y. Okamoto, N. Nakamura, K. Osanai, S. Doi, T. Aoki, and K. Okazaki, “Diagnosis method of magnetization distribution in permanent magnet using approximate function based on 1-D Fourier series expansion,” *IEEE Trans. Magn.*, **55**, 6 (2019).
- [22] 五十嵐 一, “円筒形永久磁石の順・逆解析”, *電学論 A*, **120**, 8/9号 (2000) 791 - 797.

- [23] N. Nakamura, Y. Okamoto, K. Osanai, S. Doi, T. Aoki, and K. Okazaki, "Nondestructive estimation of magnetization distribution in permanent magnet using quasi-Newton method based on 2-D Fourier series expansion," *IEEE Trans. Magn.*, 56, 1 (2020).
- [24] 脇坂 岳顕, 新井 聡, 黒崎 洋介, "ハイブリッド/電気自動車用駆動モータ用電磁鋼板の最近の動向", 新日鉄技報, 第393号(2012)116-120.
- [25] 尾田 善彦, 大久保 智幸, 高田 正昭, "JFE スチールにおける無方向性電磁鋼板の最近の進歩", *JFE 技報* No. 36 (2015) 6 - 11.
- [26] 久保田 猛, "電磁鋼板-磁性材料としての"鉄"の特性を最大限に引き出す-", *Nippon Steel Monthly*, 4, (2005) 11 - 14.
- [27] A.J. Moses, N. Derebasi, G. Loisos, A. Schoppa, "Aspects of the cut-edge effect stress on the power loss and flux density distribution in electrical steel sheets", *J. Magn. Magn. Mater.* 215-216 (2000) 690 - 692.
- [28] M. Yabumoto, C. Kaido, T. Wakisaka, T. Kubota, N. Suzuki, "Electrical steel sheet for traction motors of hybrid/electric vehicles", *Nippon Steel Technical report*, 87, July (2003).
- [29] T. Wakisaka, S. Arai, Y. Kurosaki, "Electrical steel sheet for traction motors of hybrid/electrical vehicles", *Nippon Steel Technical report*, 103, May (2013).
- [30] H. A. Weiss, N. Leuning, S. Steentjes, K. Hameyer, T. Andorfer, S. Jenner, W. Volk, "Influence of shear cutting parameters on the electromagnetic properties of non-oriented electrical steel sheets", *J. Magn. Magn. Mater.*, 421 (2017) 250 - 259.
- [31] 谷 良浩, 大穀 晃裕, 中野 正嗣, 有田 秀哲, 山口 信一, 都出 結花利, "応力下における無方向性電磁鋼板の鉄損特性", *J. Magn. Soc. Jpn.* 30 (2006) 196 - 200.
- [32] O. Perevertov, "Influence of the applied elastic tensile and compressive stress on the hysteresis curves of Fe-3%Si non-oriented steel", *J. Magn. Magn. Mater.*, 428 (2017) 223 - 228.
- [33] A. Baghel, J. B. Blumenfeld, L. Santandrea, G. Krebs, L. Daniel, "Effect of mechanical stress on different core loss components along orthogonal directions in electrical steels", *Electrical Engineering*, 101, 3, (2019) 845-853
- [34] U. Aydin, P. Rasilo, F. Martin, A. Belahcen, L. Daniel, A. Haavisto, A. Arkkio, "Effect of multi-axial stress on iron losses of electrical steel sheets." *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 469 (2019) 19 - 27.
- [35] 山本 健一, 霜村 英二, 山田 一夫, 佐々木 堂, "電動機鉄心の磁気特性に及ぼす外部応力の効果", *T. IEE Japan*, 117-A, No. 3, (1997) 311 - 316
- [36] 土井 智史, 青木 哲也, 岡崎 恵一, 高橋 康人, 藤原 耕二, "加工残留応力による磁気異方性を考慮した鉄損解析手法の検討", *電気学会論文誌 B*, 138, 1 (2018) 34 - 44.
- [37] Y. Zaizen, T. Omura, M. Fukumura, K. Senda, H. Toda, "Evaluation of stress distribution due to shearing in non-oriented electrical steel by using synchrotron radiation", *API Adv.* 6, 055926 (2016).
- [38] 土井 智史, 青木 哲也, 岡崎 恵一, 高橋 康人, 藤原 耕二, "打抜き歪を考慮した高精度モータ鉄損解析手法の基礎的検討", *電気学会論文誌 B*, 137, 3 (2017) 254 - 260.
- [39] M. Fukumura, Y. Zaizen, T. Omura, K. Senda, Y. Oda, "Modelling and numerical simulation of steel sheet fine blanking process", *Materials Transactions*, 60, 9 (2019) 1996 - 2002.
- [40] N. M'zali, T. Henneron, A. Benabou, F. Martin, A. Belahcen, "Finite Element Analysis of the Magneto-Mechanical Coupling Due to Punching Process in Electrical Steel Sheet," *IEEE Transactions on Magnetics* 57, 6, 1 (2021).
- [41] 広田 健司, 稲富 康介, 竹内 康晃, 橋口 啓也, "かえりなしせん断加工の成功条件および切り口面品質に及ぼす材料延性の影響", *塑性と加工* 55, 638 (2014).
- [42] 田中 啓介, 秋庭 義明, "マイクロ応力とマクロ応力", *J. Soc. Mat. Sci., Japan*, 47, 12, (1998) 1301 - 1307.
- [43] M. Achouri, G. Germain, P. D. Santo, D. Saidane, "Experimental and numerical analysis of micromechanical damage in the punching process for High-Strength Low-Alloy steels". *Mater. Des.*, 56 (2014) 657 - 670.
- [44] H. Toda, Y. Zaizen, M. Namikawa, N. Shiga, Y. Oda, S. Morimoto, "Iron loss deterioration by shearing process in non-oriented electrical steel with different thickness and its influence on estimation of motor iron loss," *IEEJ*

- Trans. Ind. Appl. 3, 1 (2014) 55 - 61.
- [45] A. Drexler, C. Bergmann, G. Manke, V. Kokotin, K. Mraczek, S. Leitner, M. Pohl, W. Ecker, “Local hydrogen accumulation after cold forming and heat treatment in punched advanced high strength steel sheets”, *Journal of Alloys and Compounds*, 856, 5 March (2021) 158226.
- [46] 佐々木 孔英, 釜谷 昌幸, 三浦 照光, 福谷 耕司, “微視的な塑性ひずみ分布と結晶方位さの関係”, *日本金属学会誌*, 74, 7 (2010) 467 - 474.
- [47] M. Calcagnotto, D. Ponge, E. Demir, D. Raabe, “Orientation gradients and geometrically necessary dislocations in ultrafine grained dual-phase steels studied by 2D and 3D EBSD”, *Materials Science and Engineering: A*, 527 (2010) 2738 – 2746.
- [48] R. R. Shen, V. Ström, P. Efsing, “Spatial correlation between local misorientations and nanoindentation hardness in nickel-base alloy 690”, *Materials Science and Engineering: A*, 674 (2016) 171 - 177.
- [49] A. Drexler, C. Bergmann, G. Manke, V. Kokotin, K. Mraczek, S. Leitner, M. Pohl, W. Ecker, “Local hydrogen accumulation after cold forming and heat treatment in punched advanced high strength steel sheets”, *Journal of Alloys and Compounds*, 856, 5 March (2021) 158226.
- [50] Y. Sakakibara, K. Kubushiro, “Stress evaluation at the maximum strained state by EBSD and several residual stress measurements for plastic deformed austenitic stainless steel”, *World Journal of Mechanics*, 7 (2017) 195 - 210.
- [51] N. Nakada, K. Ikeda, H. Shuto, T. Yokoi, T. Tsuchiyama, S. Hata, H. Nakashima, S. Takaki, “Quantification of large deformation with punching in dual phase steel and change of its microstructure –Part II: local strain mapping of dual phase steel by a combination technique of electron backscatter diffraction and digital Image correlation methods”, *Journal of the Iron and Steel Institute of Japan*, 102(5) (2016) 253 - 259.
- [52] W. Wang, X. Fang, X. Wang, M. Andrieux, V. Ji. "Mechanism of Blunt Punching Tools' Influence on Deformation and Residual Stress Distribution." *Metals* 11.12 (2021) 2029.
- [53] 田中 啓介, 鈴木 賢治, 秋庭 義明, “残留応力の X 線評価”, 養賢堂 (2006).
- [54] W. Reimers, M. Broda, G. Bruschi, D. Dantz, K. D. Liss, A. Pyzalla, T. Schmackers, and T. Tschentscher, “Evaluation of residual stresses in the bulk of materials by high energy synchrotron diffraction,” *Journal of Nondestructive Evaluation* 17, 3, 129 (1998).
- [55] A. H. Mahmoudi, D. Stefanescu, S. Hossain, C. E. Truman, D. J. Smith, and P. J. Withers, “Measurement and prediction of the residual stress field generated by side-punching,” *Journal of Engineering Materials and Technology* 128, 451 (2006).
- [56] Y. Zaizen, T. Omura, M. Fukumura, K. Senda, and H. Toda, “Evaluation of stress distribution due to shearing in non-oriented electrical steel by using synchrotron radiation,” *API Adv.* 6, 055926 (2016).
- [57] 大型放射光施設 SPring-8 web サイト, “<http://www.spring8.or.jp/ja/>” .
- [58] Y. Zaizen, T. Omura, M. Fukumura, K. Senda, H. Toda, “Evaluation of stress distribution due to shearing in non-oriented electrical steel by using synchrotron radiation”, *API Adv.* 6, 055926 (2016).
- [59] 秋田 貢一, 鈴木 裕士. "中性子回折による残留応力測定." *Radioisotopes* 59.12 (2010) 741 - 750.
- [60] 鬼柳 善明, “中性子と物質の相互作用” ,*RADIOISOTOPES*,56 (2007) 211 - 217.
- [61] Paul Scherrer Institut web サイト, “<https://www.psi.ch/en/niag/movies>” .
- [62] R. Satija, D.L. Jacobson, M. Arif, S.A. Werner, “In situ neutron imaging technique for evaluation of water management systems in operating PEM fuel cells”, *Journal of Power Sources* 129 (2004) 238 – 245.
- [63] P. Boillat1, E.H. Lehmann, P. Trtik, M. Cochet, “Neutron imaging of fuel cells – Recent trends and future prospects”, *Current Opinion in Electrochemistry*, 5, 1 (2017) 3 – 10.
- [64] 藤井 保彦, “中性子科学の現状と将来への期待” ,*日本結晶学会誌* 42 (2000) 282 - 286.
- [65] 鬼柳 善明, 佐藤 博隆, 篠原 武尚, “パルス中性子を用いた新しいイメージングの展開”, *J. Vac. Soc. Jap.* 53, 12 (2010) 758 - 764.
- [66] 神山 崇, "粉末中性子回折法", *高圧力の科学と技術*, 14, 2 (2004) 103 - 112.

- [67] J-PARC web サイト, “<https://j-parc.jp/c/index.html>” .
- [68] SNS web サイト, “<https://neutrons.ornl.gov/sns>” .
- [69] ESS web サイト, “<https://europeanspallationsource.se/>” .
- [70] T. Shinohara, T. Kai, K. Oikawa, T. Nakatani, M. Segawa, K. Hiroi, Y. H. Su, M. Ooi, M. Harada, H. Iikura, H. Hayashida, J. D. Parker, Y. Matsumoto, T. Kamiyama, H. Sato, Y. Kiyonagi, “The energy-resolved neutron imaging system. RADEN,” *Rev. Sci. Instrum.* 91, 043302 (2020).
- [71] Y. Matsumoto, M. Segawa, T. Kai, T. Shinohara, T. Nakatani, K. Oikawa, K. Hiroi, Y. H. Su, H. Hayakawa, J. D. Parker, S. Y. Zhang, Y. Kiyonagi, “Recent progress of radiography and tomography at the energy-resolved neutron imaging system RADEN.” *Physics Procedia* 88 (2017) 162 - 166.
- [72] 篠原 武尚, “偏極中性子を用いた磁気イメージング”, *波紋*, 21, 3 (2011) 180 - 183.
- [73] 篠原 武尚, “中性子を用いた磁場の可視化技術”, *Isotope News*, 732 (2015) 9 - 14.
- [74] N. Kardjilov, I. Manke, M. Strobl, A. Hilger, W. Treimer, M. Meissner, T. Krist, J. Banhart, “Three-dimensional imaging of magnetic fields with polarized neutrons,” *Nat. Phys.* 4 (2008) 399 - 403.
- [75] M. Th. Rekveldt, “Study of ferromagnetic bulk domains by neutron depolarization in three dimensions,” *Phys.* 259 (1973) 391 - 410.
- [76] F. M. Piegsa, B. van den Brandt, P. Hautle, J. Kohlhöcher, and J. A. Konter, “Quantitative radiography of magnetic fields using neutron spin phase imaging”, *Phys. Rev. Lett.*, 102, 145501 (2009).
- [77] M. Strobl, N. Kardjilov, A. Hilger, E. Jericha, G. Badurek, and I. Manke, “Imaging with polarized neutrons,” *Phys. B.* 404, 17 (2009) 2611 - 2614.
- [78] T. Shinohara, K. Sakai, M. Ohi, T. Kai, M. Harada, K. Oikawa, F. Maekawa, J. Suzuki, T. Oku, S. Takata, K. Aizawa, M. Arai, and Y. Kiyonagi, “Quantitative magnetic field imaging by polarized pulsed neutrons at J-PARC,” *Nucl. Instr. and Meth. A* 651 (2011) 121 - 125.
- [79] K. Hiroi, T. Shinohara, H. Hayashida, J. D. Parker, K. Oikawa, M. Harada, Y. H. Su, and T. Kai, “Magnetic field imaging of a model electric motor using polarized pulsed neutrons at J-PARC/MLF”, *J. Phys. Conf. Ser.* 862 (2017).
- [80] A. Hilger, I. Manke, N. Kardjilov, M. Osenberg, H. Markötter, J. Banhart, “Tensorial neutron tomography of three-dimensional magnetic vector fields in bulk materials.” *Nature communications* 9.1 (2018) 1-7.
- [81] K. Hiroi, T. Shinohara, H. Hayashida, J. D. Parker, Y. H. Su, K. Oikawa, T. Kai, and Y. Kiyonagi, “Study of the magnetization distribution in a grain-oriented magnetic steel using pulsed polarized neutron imaging,” *Physica B: Condensed Matter*, 551 (2015) 146 - 151.
- [82] 佐藤 博隆, “パルス中性子透過法による結晶組織構造情報の定量的イメージング”, 北海道大学 大学院工学研究科 量子理工学専攻 博士論文 (2011).
- [83] J. R. Santisteban, L. Edwards, M. E. Fitzpatrick, A. Steuwer, P. J. Withers, M. R. Daymond, M. W. Johnson, N. RRhodes, E. M. Schooneveld, “Strain imaging by Bragg edge neutron transmission”, *Nucl. Instr. and Meth. A*, 481 (2002) 765-768.
- [84] M. Boin, “NXS: a program library for neutron cross section calculations.” *Journal of Applied Crystallography* 45. 3 (2012) 603 - 607.
- [85] H. Sato, T. Shinohara, R. Kiyonagi, K. Aizawa, M. Ooi, M. Harada, K. Oikawa, F. Maekawa, K. Iwase, T. Kamiyama, Y. Kiyonagi “Upgrade of Bragg edge analysis techniques of the RITS code for crystalline structural information imaging.” *Physics Procedia* 43 (2013) 186 - 195.
- [86] H. Sato, T. Sato, Y. Shiota, T. Kamiyama, A. S. Tremsin, M. Ohnuma, Y. Kiyonagi, “Relation between Vickers hardness and Bragg-edge broadening in quenched steel rods observed by pulsed neutron transmission imaging”, *Mater. Trans.* 56, (2015) 1147 - 1152.
- [87] H. Sato, T. Kamiyama, Y. Kiyonagi, “A rietveld-type analysis code for pulsed neutron Bragg-edge transmission imaging and quantitative evaluation of texture and microstructure of a welded  $\alpha$ -Iron plate”, *Materials Transactions*, 52 (2011) 1294 - 1302.

- [88] H. Sato, K. Iwase, T. Kamiyama, Y. Kiyanagi, “Simultaneous broadening analysis of multiple Bragg edges observed by wavelength-resolved neutron transmission imaging of deformed low-carbon ferritic steel”, (2020), *ISIJ International*, 60, 6 (2020) 1254 - 1263.
- [89] R. Woracek, D. Penumadu, N. Kardjilov, A. Hilger, M. Strobl, R. C. Wimpory, I. Manke, J. Banhart, "Neutron Bragg-edge-imaging for strain mapping under in situ tensile loading." *Journal of Applied Physics* 109.9 (2011) 093506.
- [90] Y. H. Su, K. Oikawa, S. Harjo, T. Shinohara, T. Kai, M. Harada, K. Hiroi, S. Zhang, J.D. Parker, H. Sato, Y. Shiota, Y. Kiyanagi, Y. Tomota, “Time-of-flight neutron Bragg-edge transmission imaging of microstructures in bent steel plates”, *Materials Science & Engineering A* 675 (2016) 19 – 31.
- [91] A. S. Tremsin, T. Y. Yau, W. Kockelmann, “Non-destructive examination of loads in regular and self-locking Spiralock® threads through energy- resolved neutron imaging”, *Strain* 52 (2016) 548 – 558.
- [92] Y. H. Su, K. Oikawa, T. Shinohara, T. Kai, T. Horino, O. Idohara, Y. Misaka, Y. Tomota, “Neutron Bragg-edge transmission imaging for microstructure and residual strain in induction hardened gears”, *Scientific Reports*. 11, 4155 (2021).
- [93] H. Sato, Y. Shiota, T. Shinohara, T. Kamiyama, M. Ohnuma, M. Furusaka, M. Ohnuma, M. Furusaka, Y. Kiyanagi, “Development of the tensor CT algorithm for strain tomography using Bragg-edge neutron transmission”, *Physics Procedia* 69 (2015) 349 – 357.
- [94] A.W.T. Gregg, J.N. Hendriks, C.M. Wensrich, A. Wills, A.S. Tremsin, V. Luzin, T. Shinohara, O. Kirstein, M.H. Meylan, E.H. Kisi, “Tomographic reconstruction of two-dimensional residual strain fields from Bragg-edge neutron imaging”, *Phys. Rev. Applied* 10 (2018).
- [95] R. Aggarwal, M. H. Meylan, B. P. Lamichhane, C. M. Wensrich, “Energy resolved neutron imaging for strain reconstruction using the finite element method”, *J. Imaging* 6 (2020) 1 - 13.

---

## 第 2 章

# 配向磁石の磁化分布評価

---

第 1 章にて、自動車用モータに用いられる配向磁石の評価課題として、磁石内部の磁化分布評価について述べた。磁石内部の磁化分布を非破壊かつ 2 次元で可視化できる手法が、偏極中性子を用いた磁気イメージングである。

本章では、偏極中性子を用いた磁気イメージングの磁石内部磁化分布評価への適用を検討したことを述べる。

### 2.1 偏極中性子を用いた磁場イメージングの磁石内部への応用

磁石材料は多くの結晶粒から構成される。高磁束密度を実現する配向磁石は Fig. 2.1 に示すように、各結晶粒の結晶方位を 1 方向に配向し成形される。結晶粒内部をさらにミクロにみると、磁気モーメントが 1 方向にそろった単一の飽和磁化ベクトルをもつ「磁区」と呼ばれる領域が存在し、各磁区は磁壁と呼ばれる壁によって分離される[1]。

Fig. 2.2 に、磁石結晶粒の磁化過程にともなう磁区構造変化の模式図を示す[1]。磁化されていない消磁状態の磁石は、外部に磁力線を出さない磁区構造となる(Fig. 2.2(a))。外部から磁場が印加されると、磁場方向を向いた磁区領域が拡大するように磁壁が移動し、磁化が発生する(Fig. 2.2(b))。印加する磁場を強めると、結晶粒全体が磁場方向の磁区のみ状態となる単磁区化が起こり、これ以上磁化が増加しなくなる(Fig. 2.2(c))。この時の磁化を飽和磁化という。このように、磁化は  $180^\circ$  反転する磁区領域の割合に依存する。配向磁石の場合、配向しているすべての結晶粒で、磁化過程にともなう磁区構造変化が同様に生じる。

各磁化過程の磁区構造に対して、磁化方向に対して直交するスピン回転軸をもつ偏極中性子が入射した際のスピン回転について述べる。中性子は式 1.7 で表されるように、透過経路上の磁場強度に応じた加速度を受け、ラーモア歳差運動する[2]。

単磁区化した磁石に対して偏極中性子が入射した場合、式 1.8 で定義される偏極度  $P$  の波長依存性を取得すると、Fig. 2.2(c)に示すように、積算磁場強度に対応した一定周期の振動が観測される。

磁化が飽和していない磁区構造の磁石に対して偏極中性子が入射した場合、偏極中性子

は磁気モーメントが  $180^\circ$  反転する磁区領域をそれぞれ透過する。この場合、磁場によって中性子が受ける加速度の方向は、反転する磁区領域でそれぞれ逆方向になる。その結果、Fig. 2.2(b)に示すように、偏極度  $P$  の波長依存性が示す振動周期は、単磁区化した状態に比べ長くなる。

消磁状態の磁石に対して偏極中性子が入射した場合、磁気モーメントが  $180^\circ$  反転する磁区領域の透過距離が等しくなる。そのため、偏極度  $P$  の波長依存性に中性子スピンの振動は観測できなくなる。

中性子透過距離中の反転した磁気モーメントの領域割合を  $B_\uparrow: B_\downarrow$  とすると、中性子スピンの振動周期  $T_\lambda$  は以下の式で表される。

$$\begin{aligned} T_\lambda &= \frac{2\pi}{\varphi} = \frac{2\pi\hbar}{\gamma m_n} \cdot \frac{1}{\int B} \\ &= \frac{2\pi\hbar}{\gamma m_n} \cdot \frac{B_\uparrow + B_\downarrow}{B_\uparrow - B_\downarrow} \cdot \frac{1}{B_s L} \end{aligned} \quad (2.1)$$

$\varphi$  は中性子スピンの回転角、 $\hbar$  はプランク定数、 $\gamma$  は中性子の磁気回転比、 $m_n$  は中性子の質量、 $\int B$  は中性子透過距離の積算磁場強度、 $B_s$  は飽和磁束密度、 $L$  は中性子透過距離(試料厚さ)を示す。ここで、外部磁場  $H$  で磁化している磁性体内部の磁束密度  $B$  は以下の式で表される。

$$B = \mu_0 H + M \quad (2.2)$$

$\mu_0$  は真空中での透磁率、 $M$  は磁化を示す。外部磁場なしで磁化している永久磁石の場合、磁石内部の磁束密度  $B$  は磁石内部の磁化  $M$  と同じと扱える。そのため、中性子スピンの振動周期  $T_\lambda$  を検出することで、反転する磁気モーメントの領域割合、すなわち磁石材料内部の磁化を計測可能となる。

従来の破壊をともなう漏洩磁束量の評価では、切り出した小片部位ごとの相対評価でしかない。一方、本手法は、試料の磁化に関する事前情報なしで、磁化の絶対値を評価できる手法である。さらに、検出器に2次元検出器を用いることで、磁化の2次元分布情報を一度に取得できる。

第1章で述べたように、本手法はこれまでに磁性体内部の磁場可視化にも応用されてきた[3]。磁石内部の磁化評価へ本手法を適用する場合、磁石から発生する漏洩磁束によって中性子の試料入射前後のspin状態が変化し、磁化評価を困難にする。また多磁区構造をもつ磁石材料の場合、ミクロな磁氣的不均一性を考慮する必要がある。これらの課題解決に向け、検討・検証したことを以下に述べる。

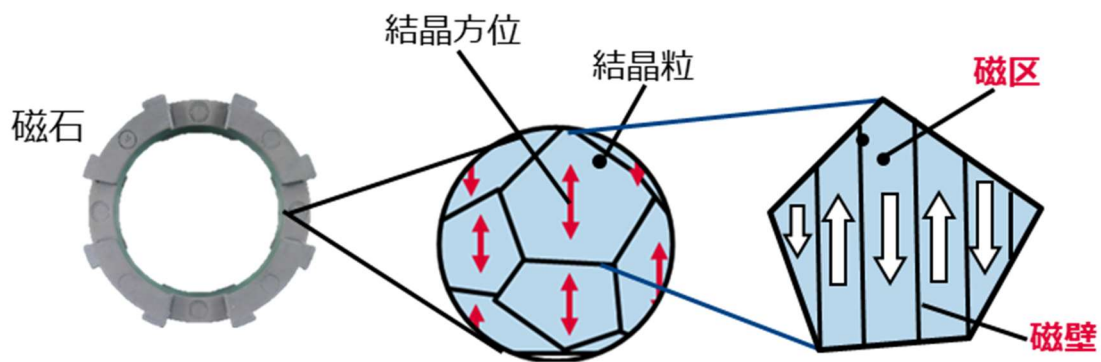


Fig. 2.1 配向磁石内部の磁区・磁壁構造

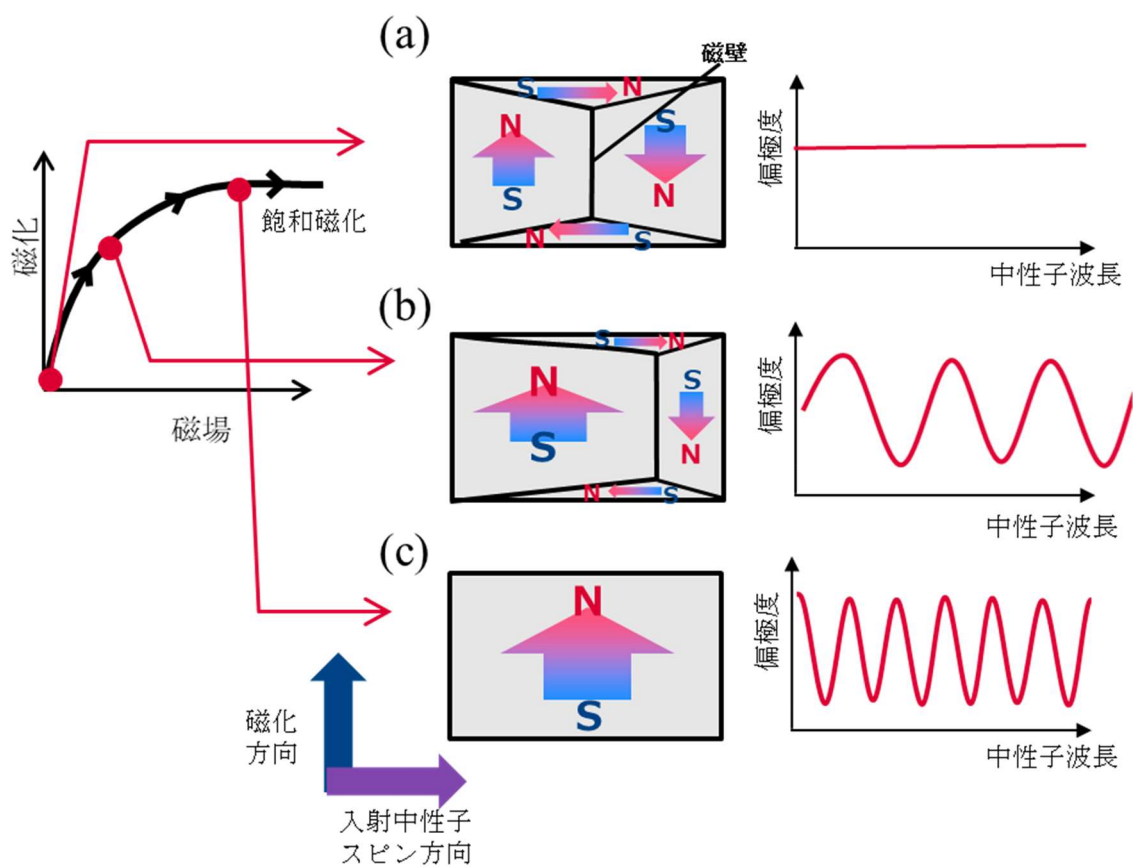


Fig. 2.2 磁化過程にともなう磁区構造模式図と中性子偏極度波長依存性の変化



## 2.2 偏極中性子イメージング実験体系

本研究で実施した、偏極中性子を用いた配向磁石内部の磁化計測における、偏極中性子イメージングの実験体系と、測定試料について述べる。

### 2.2.1 偏極中性子イメージング装置

J-PARC MLF BL22 RADEN にて偏極中性子イメージング実験を実施した。Fig. 2.3 に実験体系の模式図を、Fig. 2.4 に偏極装置の外観を示す。偏極装置は偏極子・検極子、スピンプリッパー、2セットのスピントルネーター、2次元検出器から構成される[4]。各座標軸として、中性子入射方向を z 軸方向、2次元検出器による検出面を x-y 平面と定義する。なお、後述する試料の配向・磁化方向は y 軸方向である。

モデレータから放出されるパルス中性子は、偏極スーパーミラーを用いた偏極子に入射される。偏極スーパーミラーは磁性膜と非磁性膜を交互に積層した磁気多層膜であり、中性子のアップスピンとダウンスピンでミラーの反射率が異なることを利用し、1方向のスピンの状態に偏極される[5]。偏極子の開口が  $50 \times 50$  mm であり、最大の計測視野を決定している。偏極子を透過した偏極中性子は、スピンプリッパーを用いてアップスピンとダウンスピンに制御される[6]。その後、試料が設置された磁気シールドボックス内に入射される。偏極中性子は磁気シールドボックス内の試料上流に設置されたスピントルネーターにて、任意のスピンの量子化軸(x,y,z)に制御され、試料に入射される。試料を透過した偏極中性子は、試料下流に設置されたスピントルネーター、検極子(偏極子と同じもの)を透過し、最後尾に設置した2次元検出器にて検出される。

スピンプリッパーを ON・OFF し、式 1.8 に示すアップスピン・ダウンスピンそれぞれの中性子強度  $I_{\text{up}}$ ,  $I_{\text{down}}$  を取得する。また、試料上流と下流に設置されたスピントルネーターを用いてスピンの量子化軸を任意に制御し、式 1.9 に示した各成分の偏極度ベクトルを取得する。本研究では、式 1.9 に示す各対角成分( $D_{xx}$ ,  $D_{yy}$ ,  $D_{zz}$ )の偏極度波長依存性を測定した。

検出器には TOF 分析機能を有する中性子イメージング検出器  $\mu$ NID[7]を用いた。マイクロピクセルチャンバーを用いたガス検出器である本検出器は、1 Mcps の高い計数率と 100  $\mu\text{m}$  の空間分解能、 $100 \times 100$  mm<sup>2</sup> の有効視野を有する検出器であり、エネルギー分析型中性子イメージングに適した検出器の1つである。

Tab. 2.1 に、偏極中性子実験のパラメーター一覧を示す。偏極中性子を用いた実験の場合、試料と検出器の間にはスピントルネーターと偏極子が存在するため、試料と検出器は離れて設置される。その結果、検出器にて得られる画像は拡大投影され、実効空間分解能は 174  $\mu\text{m}/\text{pix}$  であった。また、検出器の時間分解能は 100  $\mu\text{s}$  で取得し、これは波長分解能 0.021  $\text{\AA}$  に対応する。TOF から波長への変換は、Fe 標準試料を測定し、(110)のブラッグエッジ位置を基準に行った。

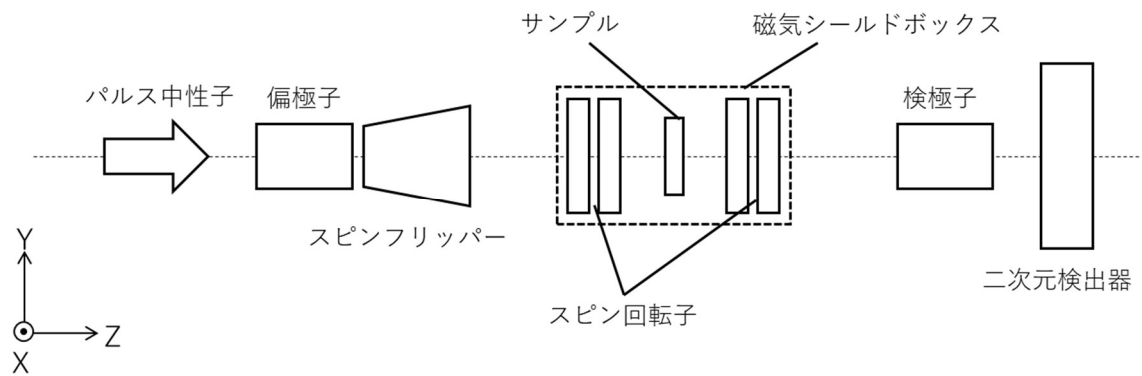


Fig. 2.3 実験体系模式図 中性子入射方向が z 方向，試料磁化方向が y 方向

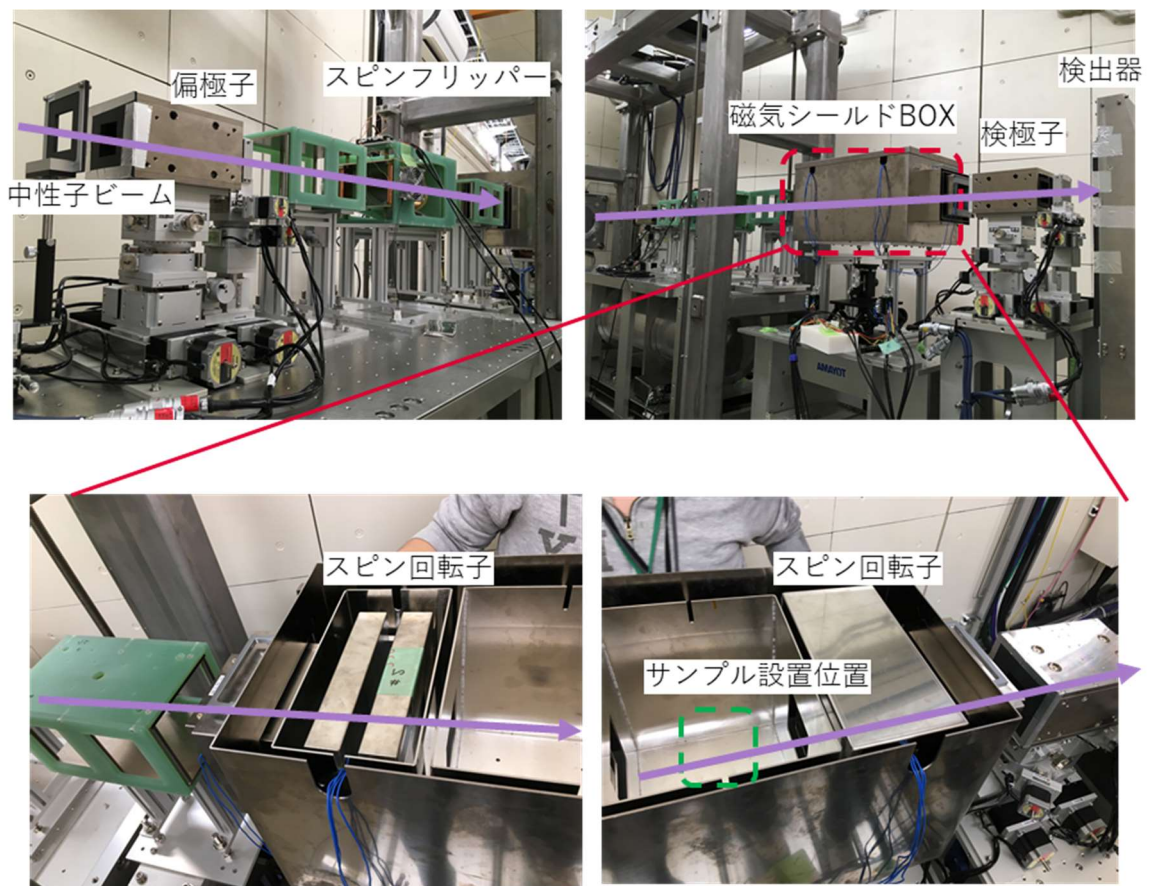


Fig. 2.4 偏極中性子イメージング装置の外観

Tab. 2.1 実験パラメータ

パラメータ	値
中性子飛行距離	18m
コリメータ RC1	Φ 5mm
コリメータ RC2	Φ 43mm
パルス数	25Hz
陽子ビーム出力	530kw
検出器空間分解能	200μm/pix
実効空間分解能	174μm/pix
L/D	3000
検出中性子波長域	1.5~8 Å
検出器時間分解能	100μs
波長分解能	0.021 Å

### 2.2.2 測定試料

本実験で測定した試料は、自動車用の小型モータで用いられる異方性フェライト焼結磁石((株)マグナ製)を用いた。Tab. 2.2 に、試料の材料主成分比率を示す。試料材料を消磁状態で購入し、研磨にて  $6 \times 18 \times 1 \text{ mm}^3$  の寸法に加工した、試料の外観を Fig. 2.5(a)に示す。また、EBSD(SEM: 日立ハイテック製 SU7000, EBSD: EDAX 社製 Velocity)を用いて結晶方位を取得した。試料中央部 x-y 面の y 方向に関する逆極点図方位 MAP(IPF MAP)を Fig. 2.5(b)に示す。Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> の磁化容易軸である [0001] 方位が y 軸方向に強く配向している。黒い領域は焼結磁石に内在する空隙である。結晶粒の平均粒子径は 1.65 μm であった。本材料の飽和磁束密度  $B_s$  (=飽和磁化  $M_s$ ) は、磁気特性計測装置(BH カーブトレーサ)にて測定し、0.401 T であった。

加工により形状をだした未着磁状態の試料に対して、2 種類の方法で着磁し、磁化が既知である磁化水準試料と、空間的な磁化勾配をもつ磁化分布試料を作製した。以下に、各試料の着磁方法を述べる。

Tab. 2.2 計測試料 主成分比率

成分	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SrO	CaO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	他
比率[wt%]	84.1	8.8	0.5	0.4	6.2

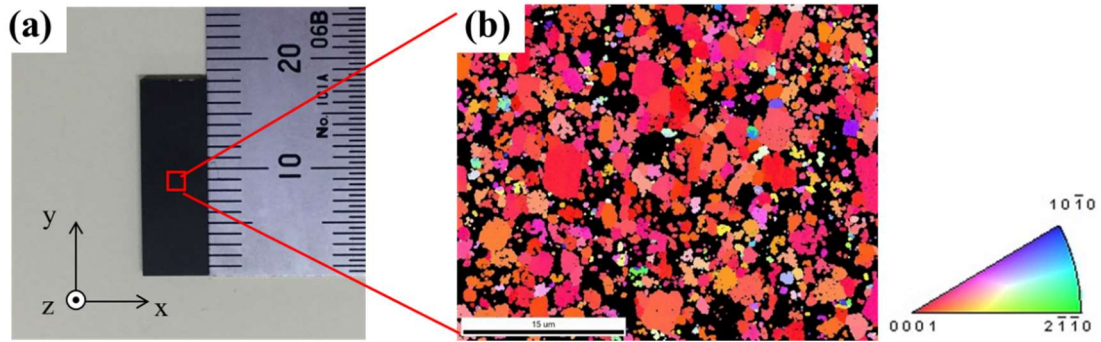


Fig. 2.5 (a) 試料外観 試料 y 方向が磁粉の配向方向  
 (b) 試料中央部の EBSD による y 方向に関する IPFMAP 黒い領域は空隙部

### 2.2.2.1 磁化水準試料

既知の磁化をもつ試料を作製するため、コイル式の着磁電源装置にて着磁した。Fig. 2.6(a)に着磁方法の模式図を示す。着磁磁場  $H$  を変化させ、磁化の異なる試料を 5 つ作製した。本着磁法では、着磁磁場は空間的に均一に印加され、試料全体が均一に磁化される。各試料からの漏洩磁束量をフラックスメータ(TFM2000@東洋磁気工業株式会社製)で計測し、飽和磁化  $M_s (= 0.401 \text{ T})$  した試料の漏洩磁束量との比から、各試料の磁化を算出した。Fig. 2.6(b)に着磁磁場と磁化の関係を示す。図中の数値は各試料の磁化の値を示す。

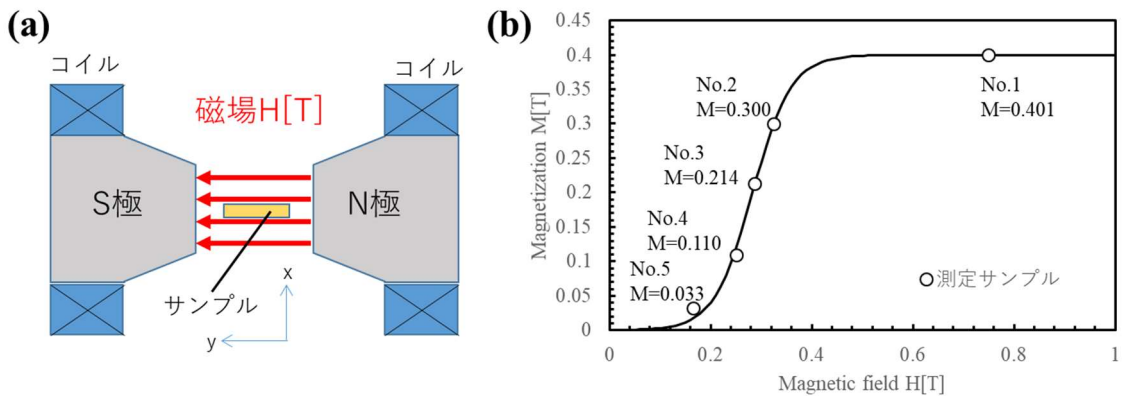


Fig. 2.6 (a) 磁化水準試料 着磁方法模式図  
 (b) 磁化水準試料の印加磁場と磁化の関係 数値は各試料の磁化の値

### 2.2.2.2 磁化分布試料

2次元の磁化分布イメージングを目的に、空間的な磁化勾配をもつ試料を作製した。着磁方法の模式図を Fig. 2.7 に示す。着磁には Nd-Fe-B 焼結磁石を用いた。未着磁試料の片側の x-z 面を、Nd-Fe-B 焼結磁石の N 極に接触させ、Nd-Fe-B 焼結磁石から発生する磁場  $H$  によって着磁した。Nd-Fe-B 焼結磁石の最表面の磁束密度は 0.45 T であり、Fig. 2.6(b)の結果から、接触させた試料端部の磁化は飽和磁化になると予測できる。接触面から離れるにつれ、Nd-Fe-B 焼結磁石から発生する磁束密度は小さくなることから、試料 y 方向に沿って磁化勾配をもつ試料になると予測できる。本試料の x-y 面の磁化分布を偏極中性子イメージングにて実測した。

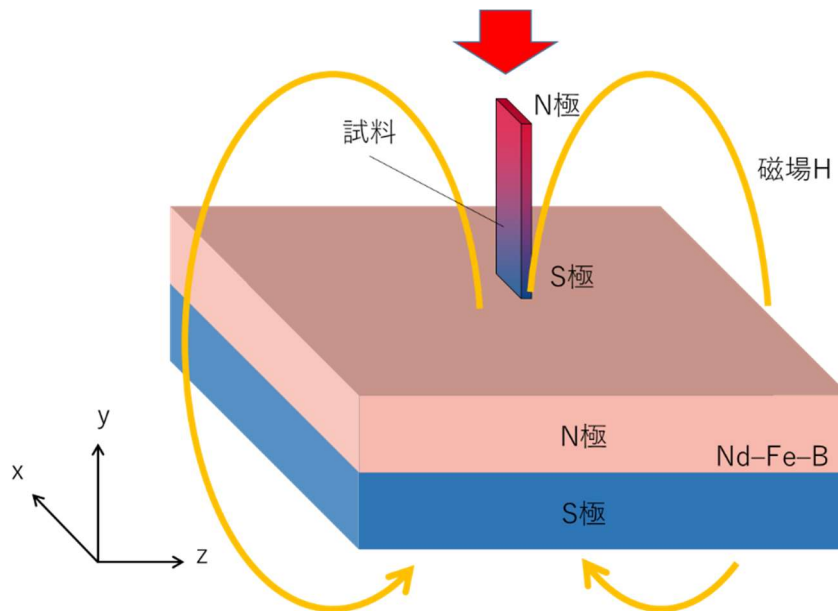


Fig. 2.7 磁化分布試料 着磁方法模式図

### 2.2.3 漏洩磁束低減のためのヨーク

式 1.9 に示した偏極度ベクトル  $P(t)$  の挙動は、中性子経路の磁場が一樣な場合を仮定している。磁化した磁石試料から中性子経路上に漏洩磁束が発生する場合、試料入射前後に中性子スピンを回転させるため、その挙動は複雑になり、正確な磁化分布の評価は困難となる。この課題に対して、アプローチは漏洩磁束を中性子経路内に発生させない実験体系、漏洩磁束を考慮に入れた解析技術の 2 つが考えられる。本研究では試料周りに漏洩磁束の通り道となるヨークを用いることで中性子経路内の漏洩磁束の発生を低減することとした。

漏洩磁束を中性子経路内に発生させないため、Fig. 2.8(a)に示すように、純鉄のヨークを磁石試料の周りを覆うように設置した。ヨーク材料は透磁率が大气に比べて1000倍大きい一般構造用圧延鋼材(SS400)を用いた。中性子入射方向はz方向、試料の磁化方向はy方向である。

Fig. 2.8(b), (c)に磁気シールドボックス内に設置した磁化水準試料、磁化分布試料の外観をそれぞれ示す。試料はすべてS極側を上部に、N極側を下部に設置した。磁化水準試料は5つの試料を一度に測定した。

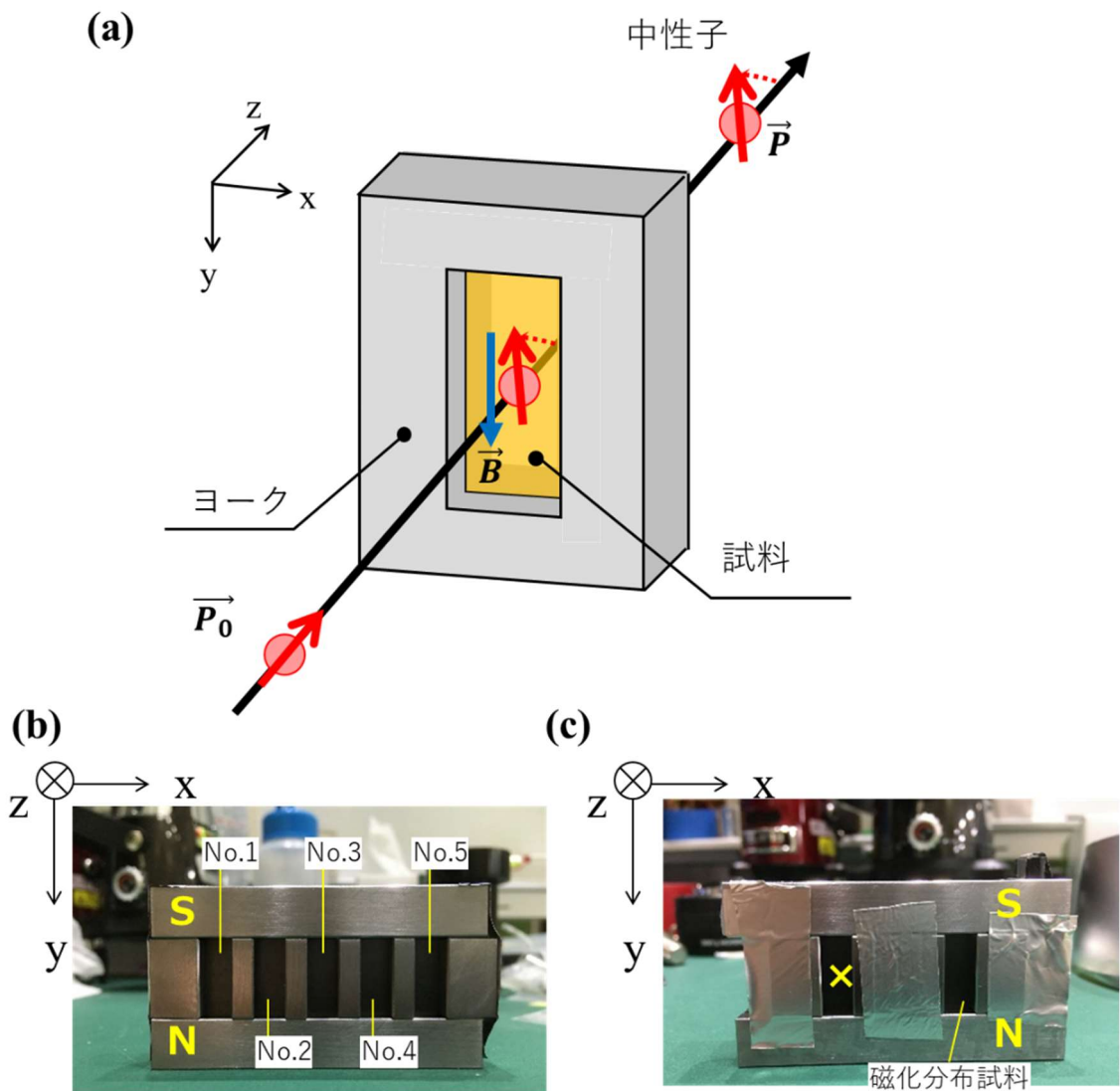


Fig. 2.8 (a) 漏洩磁束低減用ヨークの模式図. (b) 磁化水準試料外観. (c) 磁化分布試料外観. 試料はすべて上側S極, 下側N極で設置した.

## 2.3 磁石内部の磁化定量評価

本節では、磁化水準試料の偏極中性子イメージング結果を述べる。磁化に応じた偏極度波長依存性を取得し、磁化評価結果の定量性について検討したことを述べる。

### 2.3.1 偏極度波長依存性結果

磁化水準試料の偏極中性子イメージングは、各対角成分( $D_{xx}$ ,  $D_{yy}$ ,  $D_{zz}$ )を測定した。各成分の試料透過後のアップスピン・ダウンスピンの中性子強度波長依存性 $I_{up}(\lambda)$ ,  $I_{down}(\lambda)$ と、試料を置かない場合のアップスピン・ダウンスピンの中性子強度波長依存性 $I_{0up}(\lambda)$ ,  $I_{0down}(\lambda)$ を各 1.5 時間で計測した。

各 pix の透過率スペクトル $Tr(\lambda)$ は以下の式で定義される。

$$Tr(\lambda) = \frac{I_{up}(\lambda) + I_{down}(\lambda)}{I_{0up}(\lambda) + I_{0down}(\lambda)} \quad (2.3)$$

この式を用いて各 pix の透過率を算出した透過像(中性子波長 $\lambda = 2.0 \text{ \AA}$ )を Fig. 2.9 に示す。ヨークに覆われた 5 つの磁石試料が確認できる。すべての試料で、画像上側が S 極側、下側が N 極側を示す。試料の透過率は平均 88.0 %であり、偏極度解析に十分な高い透過率を確保している。

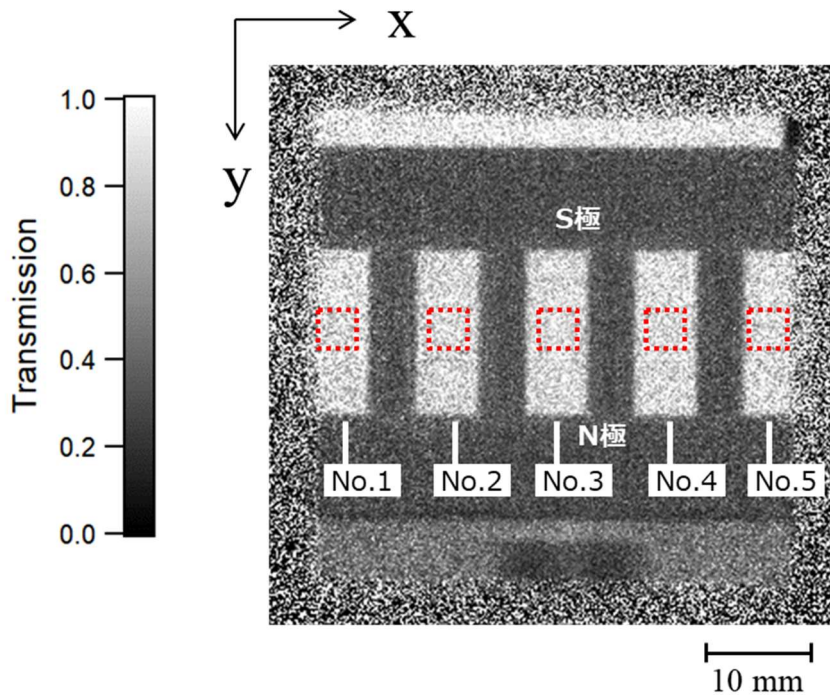


Fig. 2.9 磁化水準試料透過像 (中性子波長  $2.0 \text{ \AA}$ )

偏極度 $P(\lambda)$ は以下の式で定義される。

$$P(\lambda) = \frac{I_{\text{up}}(\lambda) - I_{\text{down}}(\lambda)}{I_{\text{up}}(\lambda) + I_{\text{down}}(\lambda)} \quad (2.4)$$

対角成分の偏極度波長依存性 $D(\lambda)$ は式 1.9 に示すように以下の式で表される。

$$D(\lambda) = P(\lambda)/P_0(\lambda) = 1 - (1 - \cos\omega_L\lambda) \cdot (1 - n_\alpha^2) \quad (2.5)$$

ここで $P(\lambda)$ は試料透過後の偏極度プロファイル、 $P_0(\lambda)$ は試料を置かない場合の偏極度プロファイル、 $n_\alpha$ は磁場が $\alpha$ 軸となす角の余弦( $\cos$ )、 $\omega_L$ はラーモア周波数を示す。各成分の偏極度波長依存性の挙動は $n_\alpha$ に依存する。

各試料の中央部 4 mm×4 mm の領域(Fig. 2.9 中赤枠)で算出した、対角成分 ( $D_{xx}$ ,  $D_{yy}$ ,  $D_{zz}$ ) の偏極度波長依存性 $D(= P(\lambda)/P_0(\lambda))$ を Fig. 2.10 に示す。各成分の偏極度波長依存性を比較すると、 $D_{xx}$ ,  $D_{zz}$ 成分で偏極中性子の 1.5 ~ 4.0 Å の領域にラーモア歳差運動に起因する中性子スピンの振動が確認できる。一方、 $D_{yy}$ 成分でこの振動は確認されない。この結果から、中性子は漏洩磁束の影響を受けず、磁石内部の磁化方向である y 方向の磁場と相互作用していることが確認できる。 $D_{yy}$ 成分の試料 No. 2 では、わずかに振動成分がみられた。これは、着磁時に磁化方向がわずかに x 方向に傾いてしまったことが原因と考えられる。

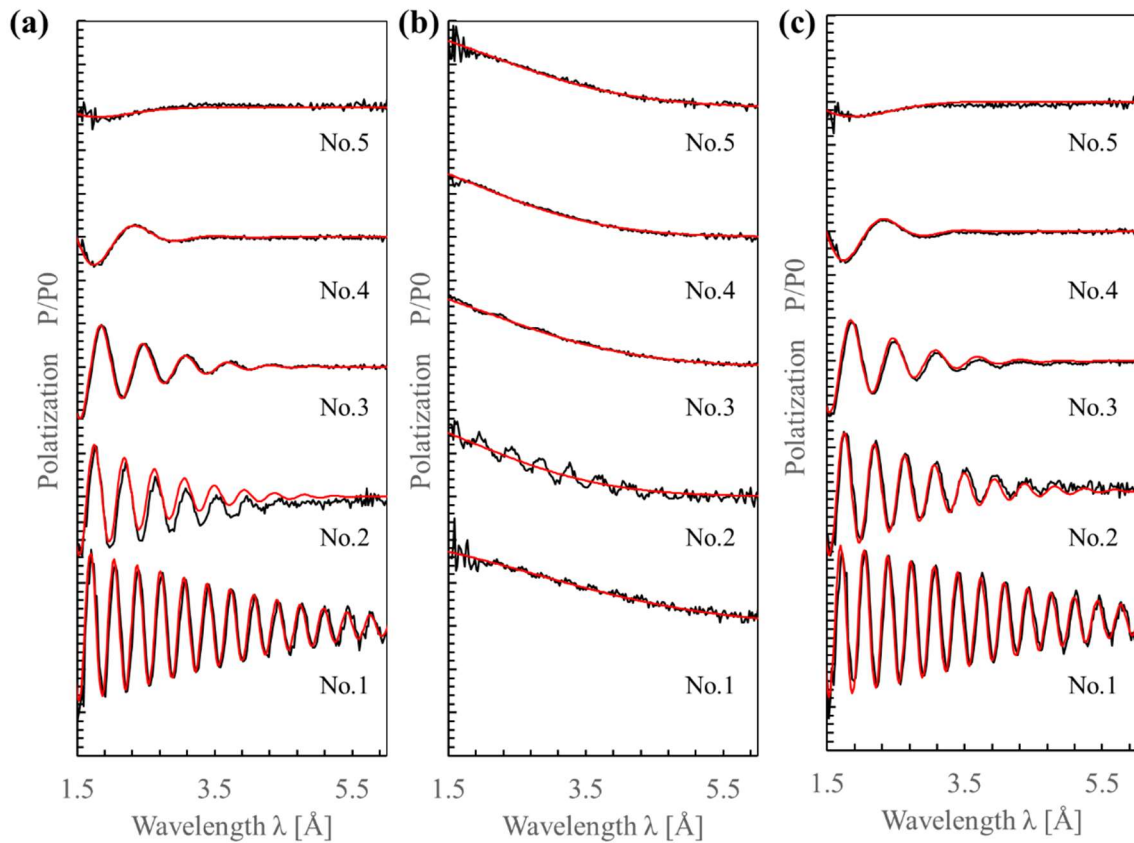


Fig. 2.10 偏極度波長依存性 (a)  $D_{xx}$ 成分 (b)  $D_{yy}$ 成分 (c)  $D_{zz}$ 成分  
黒線が実測データ、赤線がフィッティング結果



### 2.3.2 磁化の定量評価に関する考察

各成分の偏極度波長依存性から磁化を定量的に見積もるため、理論式を検討する。

すべての対角成分の偏極度波長依存性に、偏極度の振幅が長波長側で減少(減偏極)している。減偏極は磁石内部の磁区構造に起因するミクロな磁氣的不均一性に起因する[8,9]。

Fig. 2.11 に、磁石内部を透過する中性子スピン回転の模式図を示す。磁石は多結晶から構成されており、その結晶粒内部は磁気モーメントの異なる磁区構造が存在する。Fig. 2.5(b) に示すように、配向磁石は1方向(本試料の場合、y方向)に磁化容易軸すなわち結晶方位が配向している。しかし、その配向は完全ではなく、あるばらつきをもって配向している。中性子は、透過した各磁区で順に式 1.9 にもとづきラーモア歳差運動する。そのため、試料透過後の偏極度 $P$ は試料入射前の偏極度 $P_0$ を用いて以下の式で表される。

$$P = D_1 \cdot D_2 \cdot D_3 \cdots D_n \cdot P_0 \quad (2.6)$$

このように、 $P$ は $n$ 個の磁区を通過した際、各偏極行列 $D_i$ の $n$ 乗積となる。磁区の方法・サイズのばらつきがランダムと仮定した場合、各対角成分の偏極度波長依存性 $D$ は以下の式で表現できる[9]。

(磁化方向  $y$  の対角成分)

$$D_{yy} = e^{-d\lambda^2} \quad (2.7)$$

(磁化方向と直交する  $x, z$  の対角成分)

$$\begin{aligned} D_{xx} = D_{zz} &= e^{-d\lambda^2} \cos(\varphi(\lambda)) \\ &= e^{-d\lambda^2} \cos\left(\frac{\gamma m_n \lambda}{h} ML\right) \end{aligned} \quad (2.8)$$

ここで、 $\varphi$ は中性子スピンの回転角、 $h$ はプランク定数、 $\gamma$ は中性子の磁気回転比、 $m_n$ は中性子の質量、 $M$ は試料の磁化、 $L$ は中性子透過距離すなわち試料厚さを示し、あらたに $d$ を偏極度の減衰係数[Å<sup>-2</sup>]と定義する。これらの変数のうち、 $h$ 、 $\gamma$ 、 $m_n$ 、 $L$ は定数である。磁化 $M$ と減衰係数 $d$ をパラメータとして、実測した偏極度波長依存性をフィッティングした結果を Fig. 2.10 に赤線で示す。実測結果と比較すると、フィッティングは正しく収束している。フィッティングで得られた各試料の磁化 $M$ と磁氣的不均一性に起因する減弱係数 $d$ の結果について、以下に考察したことを述べる。

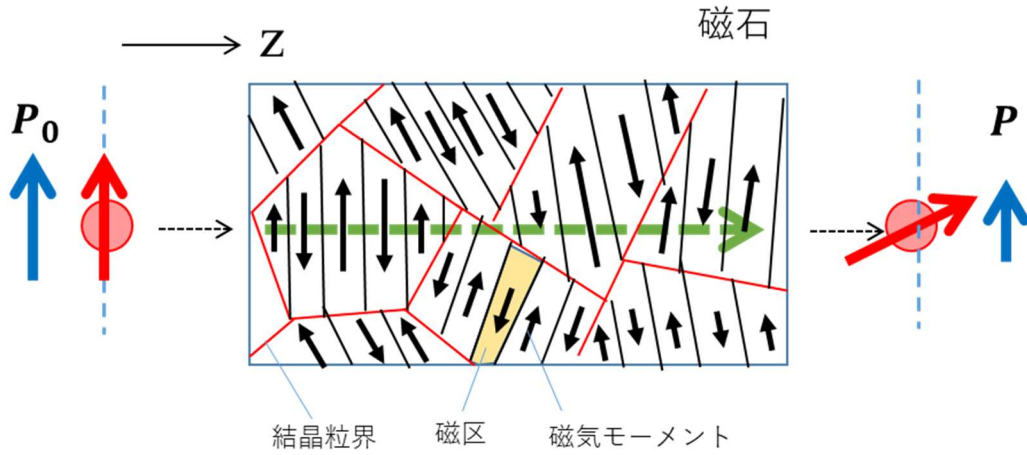


Fig. 2.11 磁性体内部での中性子スピンの回転

① 磁化  $M$  のフィッティング結果

振動のフィッティングで得られた  $D_{xx}$ ,  $D_{zz}$  成分の磁化  $M$  と漏洩磁束から算出した磁化の関係を Fig. 2.12 に示す. 振動周期から算出した磁化は, 漏洩磁束から算出した磁化と, 指示精度  $2\sigma (=2 \times \text{標準偏差}) = \pm 0.0125$  [T] で一致した. この結果は, 磁化によって変化する磁化反転した各磁区で, それぞれ反転する方向に加速度を受け, スピン振動の周期が変化することを示している. 2.1 節で述べた, スピンの振動周期から磁石内部の磁化の絶対値が評価できることを実験的に確認できた.

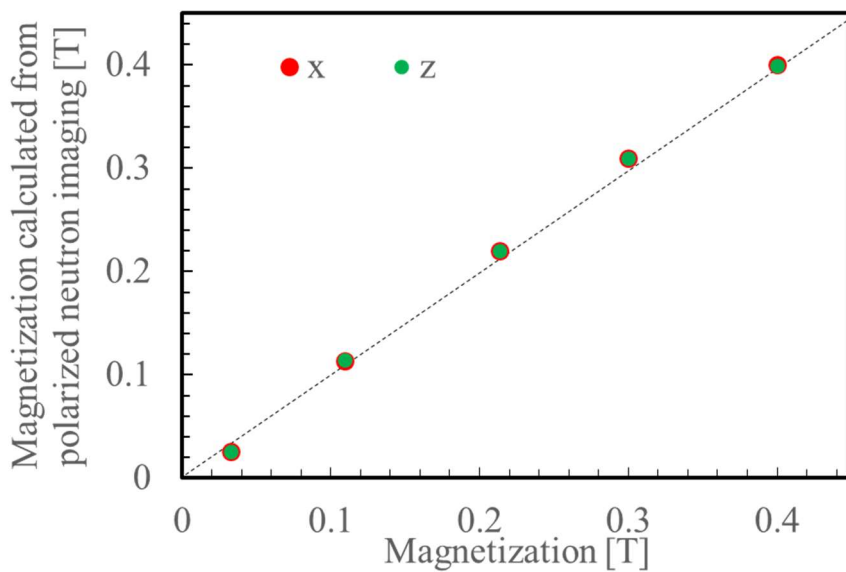


Fig. 2.12 磁化水準試料の磁化と中性子振動から算出した磁化の関係

② 減衰係数  $d$  のフィッティング結果

各成分の減衰係数は、その方向に直交する方向の磁氣的不均一性を反映している[10]. つまり、 $D_{xx}$ 成分の減衰係数には、 $y$ 方向と $z$ 方向の磁氣的不均一性が反映される. ここで、磁氣的不均一性とは、ミクロな各磁区の磁束と、透過経路の平均磁束の差を意味する.

フィッティングで得られた、 $D_{xx}$ ,  $D_{yy}$ ,  $D_{zz}$ 成分の各減衰係数 $d$ と既知の磁化の関係を Fig. 2.13 に示す.  $D_{xx}$ ,  $D_{zz}$ 成分の減衰係数は、磁化の低下にともない増加している. 一方、 $D_{yy}$ 成分の減衰係数は磁化に依存しない. これは、磁化の低下で $y$ 方向の磁氣的不均一性が増加すること、 $x$ ,  $z$ 方向の磁氣的不均一性は変化しないことを示している. すなわち、磁化の変化にともなう磁区構造の変化は、磁化方向である $y$ 方向の $180^\circ$ 磁化反転が要因であることを示唆する. これは、ラーモア歳差運動の回転周期によって磁化を評価できることを裏付ける結果といえる.

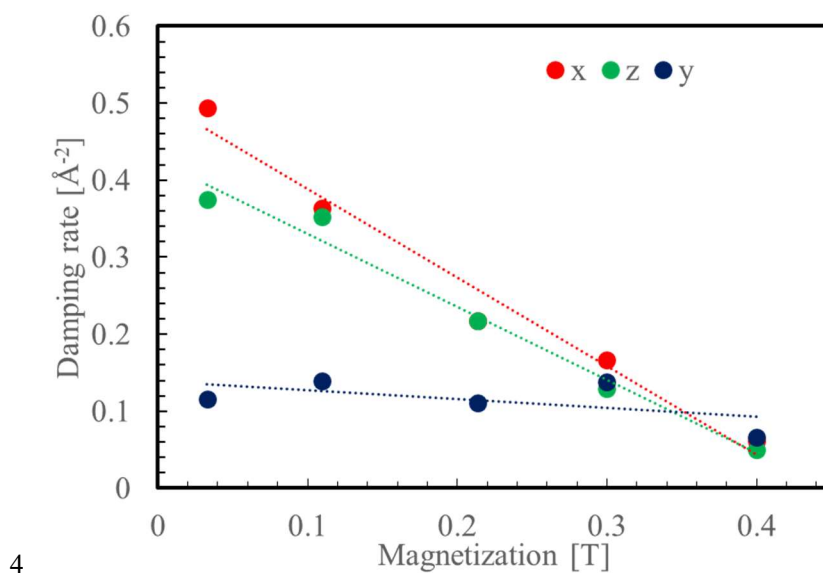


Fig. 2.13 磁化水準試料の磁化と偏極度の減衰係数 $d$ の関係

以上の結果から、異方性フェライト磁石は、磁化反転する領域が磁化を反映し、さらにラーモア歳差運動に起因する中性子偏極度の振動周期を計測することで、磁石内部の磁化を定量的に評価可能であるといえる. 本手法は、磁石内部の磁化の絶対値を非破壊で評価可能な手法である.

## 2.4 磁石内部の磁化分布評価

本節では、偏極中性子イメージングを用いた2次元磁化イメージングの結果を示す。本手法で得られた結果と、従来の破壊的手法で得られた磁化分布結果、解析的な逆問題解析手法で推定した磁化分布結果と比較し、本手法の結果の妥当性、優位性について考察したことを述べる。

### 2.4.1 偏極中性子イメージング

#### 2.4.1.1 偏極度波長依存性結果

磁化水準試料の偏極中性子イメージングは、各対角成分( $D_{xx}$ ,  $D_{yy}$ ,  $D_{zz}$ )を測定した。各成分で、アップスピン・ダウンスピンの中性子強度波長依存性 $I_{up}(\lambda)$ ,  $I_{down}(\lambda)$ を各1.75 hで計測した。Fig. 2.14に、式2.3より算出した磁化分布試料の中性子透過像(中性子波長2.0 Å)を示す。画像上側がS極、下側がN極である。この試料の磁化方法は、試料のS極側をNd-Fe-B磁石のN極側と接触させて磁化させているので、S極側近傍で高い磁化が予測される。

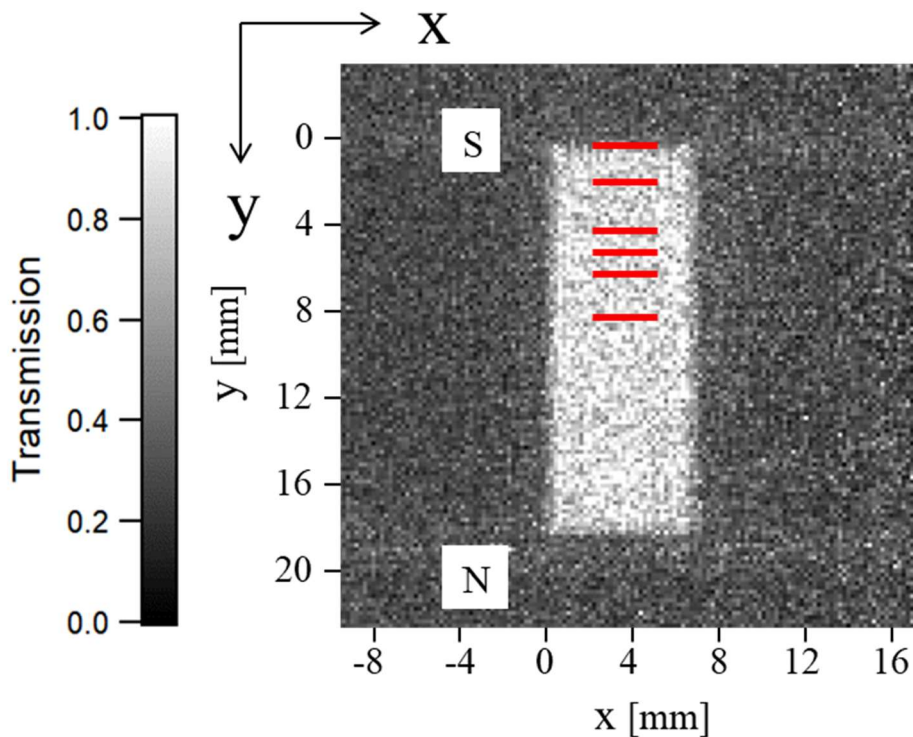


Fig. 2.14 磁化分布試料透過像(中性子波長 2.0 Å)

Fig. 2.15 に、試料の中心位置( $x = 3$  mm)での、各  $y$  位置(S 極端部からの距離 0, 1.8, 4,

5, 6, 8 mm (Fig. 2.14 中の赤線部位))の偏極度波長依存性を黒線で示す。Fig. 2.15(a), (b), (c)が、各対角成分 ( $D_{xx}$ ,  $D_{yy}$ ,  $D_{zz}$ )に対応する。各偏極度波長依存性は、対象 pix の周辺  $11 \times 3$  pix の領域で平均化し算出した。本試料は y 方向に磁化勾配があり、x 方向には均一に磁化していると考えられるので、x 方向よりも y 方向の平均化領域を小さくしている。

各対角成分の偏極度波長依存性で、ラーモア歳差運動に起因するスピン振動が確認できる。本試料は y 方向に磁化していることから、磁石の磁化を反映した振動は  $D_{yy}$  成分には確認されないはずである。しかし  $D_{yy}$  成分にも振動が確認でき、その振動は長周期の振動と短周期の振動が畳み込まれた複雑な挙動を示した。同じ挙動は  $D_{xx}$  成分にもみられる。

この挙動は、磁石から発生する漏洩磁束によって偏極中性子のスピン状態が試料入射前に変化したことが原因と考えられる。Fig. 2.16 に、試料から発生する漏洩磁束分布の模式図(y-z 面)を示す。この試料は S 極側が強く磁化し、S 極から離れるにつれ磁化が小さくなる。最終的に、試料の中央付近で磁化がなくなり、N 極が形成される。そのため、磁石中央部付近の N 極から y 方向と z 方向に漏洩磁束が発生していると考えられる。この漏洩磁束のうち、磁石内部の磁束方向と異なる z 方向の漏洩磁束によって、 $D_{xx}$  成分、 $D_{yy}$  成分の偏極度波長依存性が複雑な挙動になったと示唆される。

本試料の場合、z 方向の漏洩磁束の影響を受けない  $D_{zz}$  成分が磁石内部の磁化を最も推定しやすいと考えた。 $D_{zz}$  成分の偏極度波長依存性に対して、式 2.8 にてフィッティングした結果を Fig. 2.15(c)に赤線で示す。y  $\leq$  5 mm の領域で、1.5 ~ 4.2 Å の波長域でラーモア歳差運動に起因する偏極中性子の振動が確認され、フィッティングも正しく収束した。

一方、y > 6 mm の領域では、減偏極が大きく、振動を正しくフィッティングできず磁化を計測できなかった。

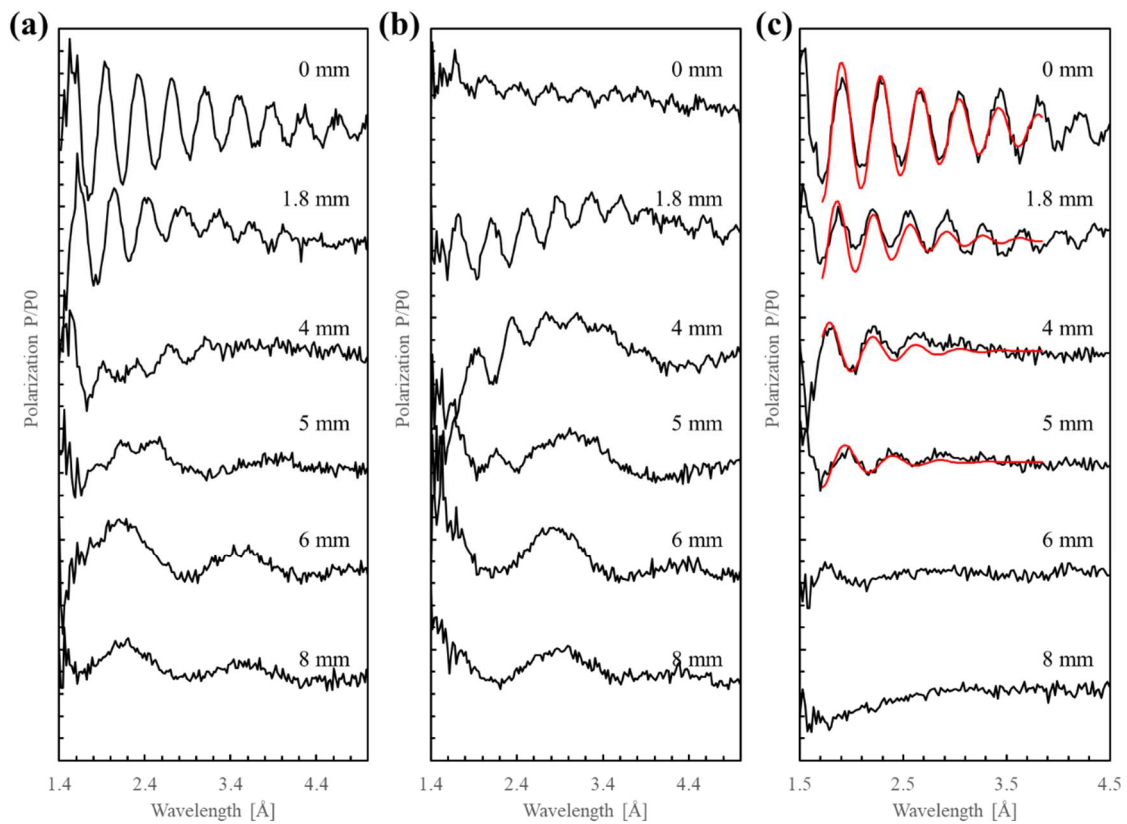


Fig. 2.15 各部位(Fig. 2.14 中赤線部)の偏極度波長依存性.

(a)  $D_{xx}$ 成分 (b)  $D_{yy}$ 成分 (c)  $D_{zz}$ 成分. 黒線が実測データ 赤線がフィッティング結果

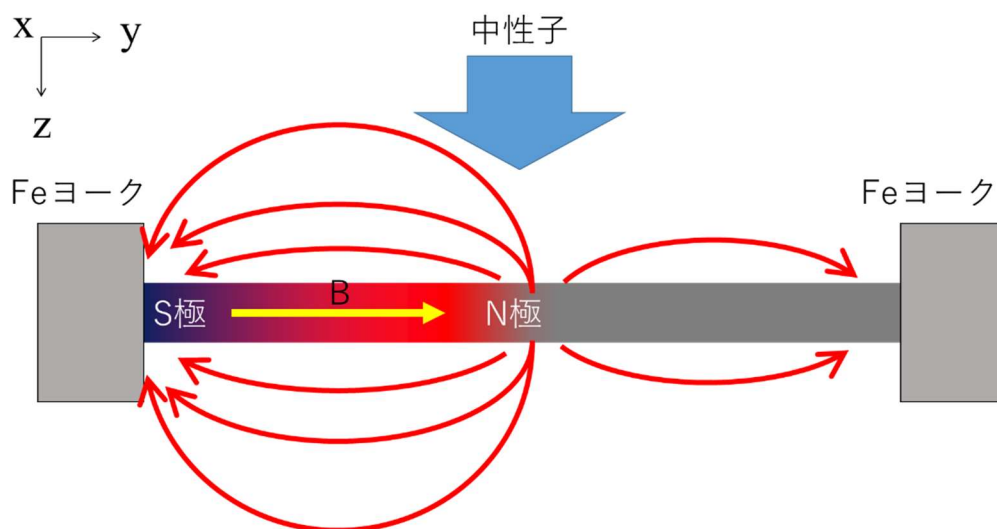


Fig. 2.16 y-z 断面から見た漏洩磁束分布

### 2.4.1.2 磁化分布イメージング結果

$D_{zz}$ 成分の各 pix の偏極度波長依存性に対して、式 2.8 にてフィッティングを行い、得られた振動周波数から磁化の2次元分布を算出した。フィッティングは対象 pix の周辺  $11 \times 3$  pix の領域で平均化した偏極度波長依存性に対して実施した。

算出した磁化  $M$  の2次元分布を Fig. 2.17 に示す。S 極から N 極にかけて磁化の空間的な変化が2次元で可視化できた。正しくフィッティングされなかった領域は磁化 0 として画像化している。偏極中性子イメージングを用いることで、非破壊で磁石内部の2次元磁化分布像を取得した。

Fig. 2.18 に、試料中心位置 ( $x = 3$  mm) の磁化  $M$  と減衰係数  $d$  のプロファイルを示す。誤差範囲はフィッティング時の  $2\sigma$  ( $2 \times$  標準偏差) を示す。Fig. 2.15(c) に示す偏極度波長依存性のプロファイルとあわせて確認する。 $y = 1.8$  mm の位置で計測した磁化の値は 0.386 T であり、この領域に局所的な磁化分布が確認できた。本実験で測定した磁石材料の飽和磁束密度が 0.401 T であることを考えると、この領域の磁化は飽和磁化に近い値である。 $y < 2$  mm の領域では、スピンの振動周期が徐々に長周期化し、磁化が小さくなることが確認できた。

磁化水準試料の結果と同様に、磁化の低い領域では磁氣的不均一性に起因する減衰係数  $d$  の値が徐々に大きくなり、磁化  $M$  のフィッティング誤差が大きくなる。 $y > 6$  mm の領域では、減衰係数が  $0.5 \text{ \AA}^{-2}$  となり、スピン振動を正しくフィッティングできなくなった。

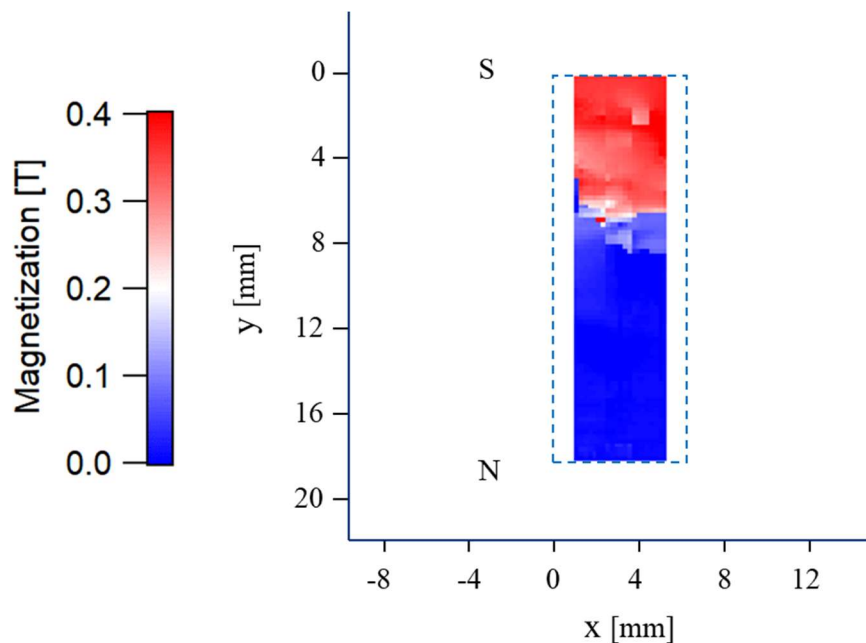


Fig. 2.17 中性子スピンの振動から算出した2次元磁化イメージング結果

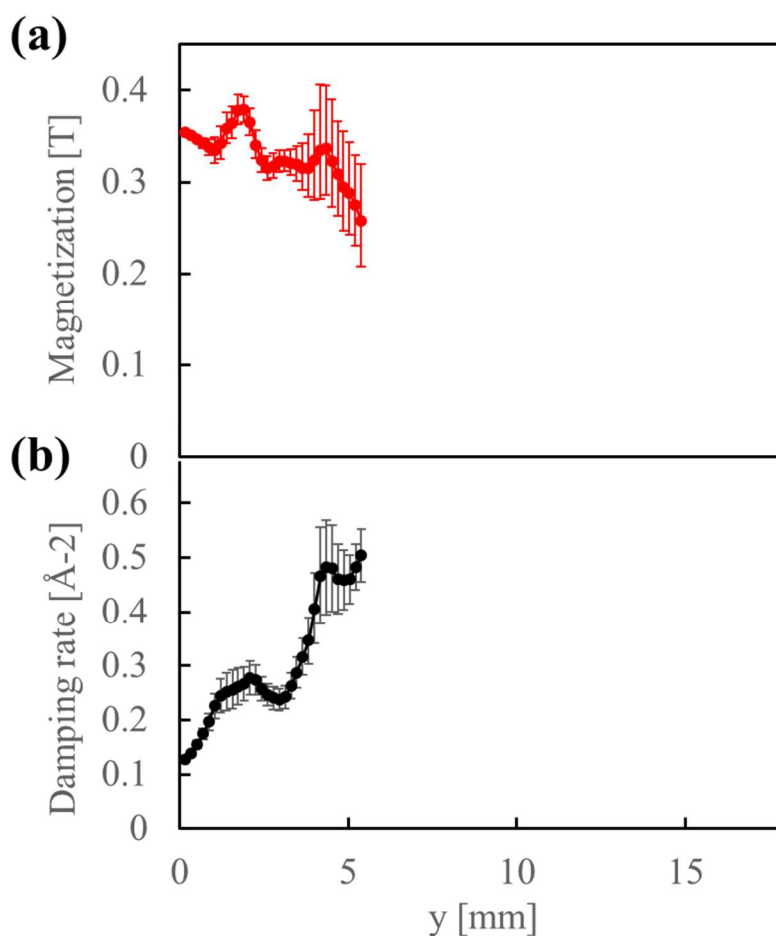


Fig. 2.18  $x = 3$  mm 位置の(a)磁化分布プロファイル (b)減衰係数プロファイル

## 2.4.2 破壊手法による磁化計測結果

中性子実験後、試料を  $1 \times 1 \times 1$  mm<sup>3</sup> の寸法の小片に切断加工した(Fig. 2.19)。その後、 $x = 3$  mm 位置の小片に対してフラックスメータ(TFM2000@東洋磁気工業株式会社製)にて漏洩磁束量を計測し、飽和磁化させた小片試料からの漏洩磁束量をもとに各位置の磁化を算出した。切断の切り代は各面で 0.2 mm であり、評価の空間分解能は 1.2 mm である。破壊手法による磁化評価の主な誤差要因は、加工の寸法ばらつきによる試料の体積ばらつきである。切断加工の寸法ばらつきが  $\pm 10$  vol% であることから、磁化の不確かさを  $\pm 10$  % と定義した。加工によって生じる形状変化は反磁界の影響を変化させる[10]。この影響を磁気シミュレーションソフト JMAG[11]を用いて補正し、切断前の磁化分布を推定した。

Fig. 2.20 に、破壊手法で求めた  $x = 3$  mm の位置の破壊手法による磁化分布プロファイルを示す。 $y = 1.7$  mm の位置で最大の磁化となり、そこから S 極からの距離が大きくなるにつれ、徐々に磁化は小さくなり、 $y = 10$  mm の位置で磁化は 0 T となった。



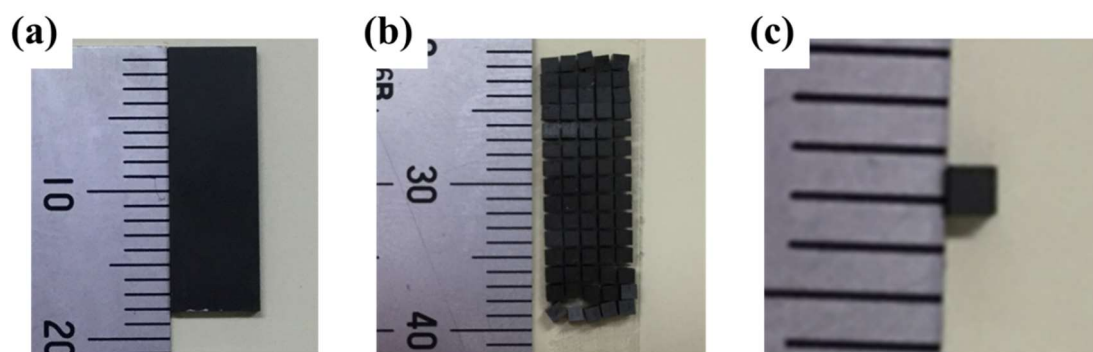


Fig. 2.19 (a)切断前試料 (b)切断後試料 (c)磁束量測定試料

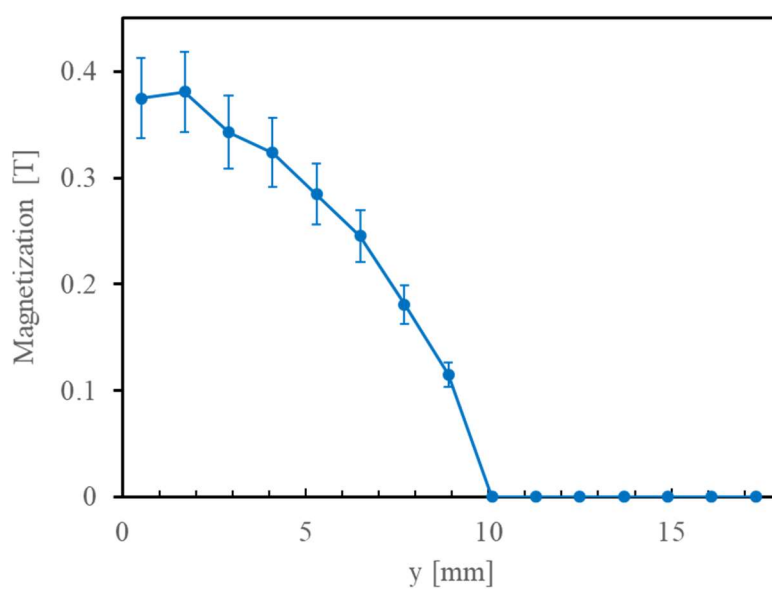


Fig. 2.20  $x = 3 \text{ mm}$  の位置の破壊手法による磁化分布プロファイル

### 2.4.3 逆問題解析による磁化推定

解析的に磁化分布を推定する手法の1つに、逆問題解析手法が提案されており、配向磁石の磁化ベクトルへの適用が検討されている[12-16]. 本節では中性子で測定した試料に対して、逆問題解析手法を適用し、磁化分布を推定した結果を述べる.

#### 2.4.3.1 逆問題解析手法

本手法は、磁石周辺で実測された磁束密度から、磁石内部の磁化ベクトルを再構成する手法である. 用いた解析モデル(Fig. 2.21)とともに、本手法の原理を述べる.

計算モデルのメッシュサイズは  $1 \times 1 \times 1 \text{ mm}^3$  で実施した. 磁化した試料の磁石表面から  $1 \text{ mm}$  の平面 ( $z = 2 \text{ mm}$  の  $x$ - $y$  平面) にて、漏洩磁束密度分布を計測した. 漏洩磁束密度の計測は3軸テスラメーター[17]を備えた三次元磁界ベクトル分布測定装置(IMS製MTXver.5)を用いた. 各点の測定間隔は  $x$  方向に  $1 \text{ mm}$ ,  $y$  方向に  $0.2 \text{ mm}$ , 計測範囲は  $-2 \text{ mm} \leq x \leq 8 \text{ mm}$ ,  $-2 \text{ mm} \leq y \leq 20 \text{ mm}$  とした. 測定点  $k$  の磁束密度ベクトル  $B^k$  は、Biot-Savart の法則を用いて以下の式で計算できる[18].

$$B^k = -\frac{1}{4\pi} \nabla_k \left( \iiint_{\Omega_i} M^i \cdot \nabla \frac{1}{r} dV \right) \quad (2.9)$$

$M^i$  は磁石内部の各メッシュ  $i$  の磁化ベクトル,  $r$  は  $k$  と  $i$  の距離を示す. ここで、以下の目的関数  $W$  を最小化する磁化ベクトルを逆解析的に推定する.

$$\begin{aligned} \min. W &= \sum_{k=1}^{N_m} (B^k - B_0^k)^2 \\ \text{s. t. } M_{\min} &\leq |M^i| \leq M_{\max} \\ \alpha_{\min} &\leq \alpha^i \leq \alpha_{\max} \\ \beta_{\min} &\leq \beta^i \leq \beta_{\max} \end{aligned} \quad (2.10)$$

$B_0^k$  は測定点  $k$  の実測した漏洩磁束ベクトル,  $N_m$  は総測定点数,  $\alpha, \beta$  は球座標系で定義される磁化ベクトルの角度(Fig. 2.22),  $\max, \min$  は各パラメータの上下限を示す. 本試料は単軸配向した試料である. そこで磁化ベクトルの角度  $\alpha, \beta$  は  $\alpha = 0, \beta = 90^\circ$  に固定して解析した. この制約付き最適化問題を、以下のシグモイド関数を適用することで制約のない最適化問題へと変換できる.

$$M(M') = \frac{M_{\max} - M_{\min}}{e^{-gM'} + 1} + M_{\min} \quad (2.11)$$

$M'$  は磁化の設計変数,  $g$  はシグモイド関数のゲインを示す. この目的関数が収束するように、最急降下法を用いて磁化を推定した[15,16].

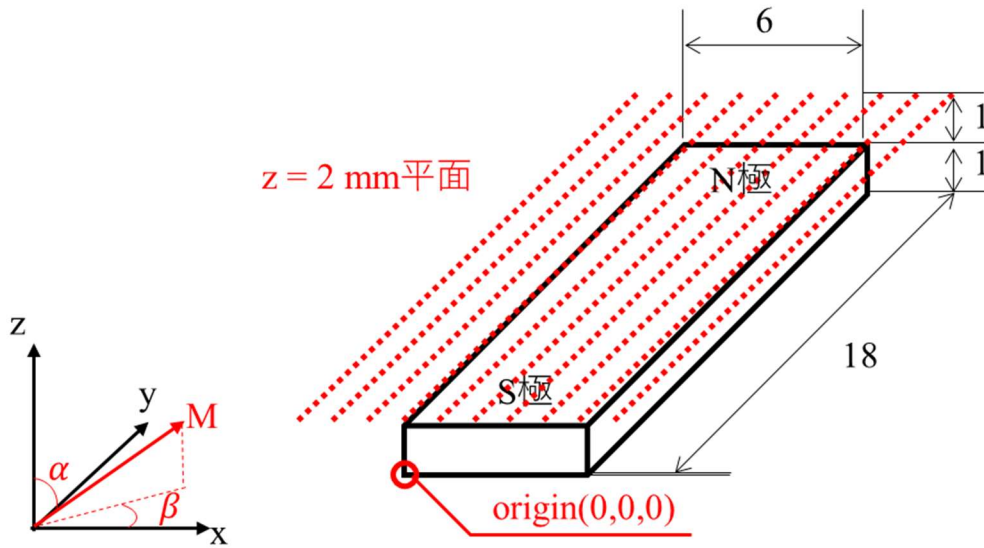


Fig. 2.21 逆問題解析モデル 赤点が漏洩磁束計測点 ( $z = 2 \text{ mm}$  平面)

### 2.4.3.2 推定磁化分布結果

Fig. 2.22 に、磁石の中央部位  $x = 3 \text{ mm}$  の  $y$  方向の 3 次元漏洩磁束プロファイルを示す。  $x$  方向の漏洩磁束は 0 である。これは、試料の  $x$  方向は均一に磁化していることを意味する。  $y$  方向の漏洩磁束は、S 極側の磁石端部  $y = 0 \text{ mm}$  で磁束の方向が ± 反転している。 N 極側は  $y = 9 \text{ mm}$  の部位で磁束の方向が ± 反転している。  $z$  方向の漏洩磁束は、磁束密度の絶対値が  $y = 0 \text{ mm}$ ,  $9 \text{ mm}$  の位置で最大となる。この漏洩磁束の分布は、Fig. 2.16 に示したように  $y = 9 \text{ mm}$  付近で磁化が 0 となり、N 極となったことを示唆する。

漏洩磁束分布の実測データ  $B_0^k$  をもとに、逆問題解析手法を用いて試料の  $x$ - $y$  面の 2 次元磁化分布を推定した。結果を Fig. 2.23(a) に示す。矢印の方向が磁化の方向、色が磁化の強さを示す。シグモイド関数のゲイン  $g = 100$  で計算した。S 極から離れるにつれ、磁化の低下が確認され、 $y = 10 \text{ mm}$  付近ではほぼ 0 となる。

逆解析の課題は、式 2.11 に示すシグモイド関数のゲイン  $g$  といった、解析パラメータの値で解が大きく変化することである。Fig. 2.23(b) に、シグモイド関数のゲイン  $g$  を 1, 50, 100, 200 で計算した  $x = 3 \text{ mm}$  の  $y$  方向磁化分布プロファイルを示す。  $g$  の値によって推定される磁化分布の結果は大きく変化する。  $g$  が小さいと、漏洩磁束に鈍感となり、比較的均一な磁化へと近づく。一方、  $g$  が大きいとわずかな漏洩磁束のゆらぎに敏感となり、磁化分布が不均一な分布となる。各  $g$  の値で推定された磁化分布から式 2.9 にもとづいて算出される漏洩磁束分布は、いずれも実測データに近い結果となり、解を 1 つに決められないことが課題である[17]。ここでは、Fig. 2.20 に示す破壊手法による磁化の実測データと比較することで、これら 4 つの解析結果のうち、  $g = 100$  の結果が最も確からしいと考えられる。

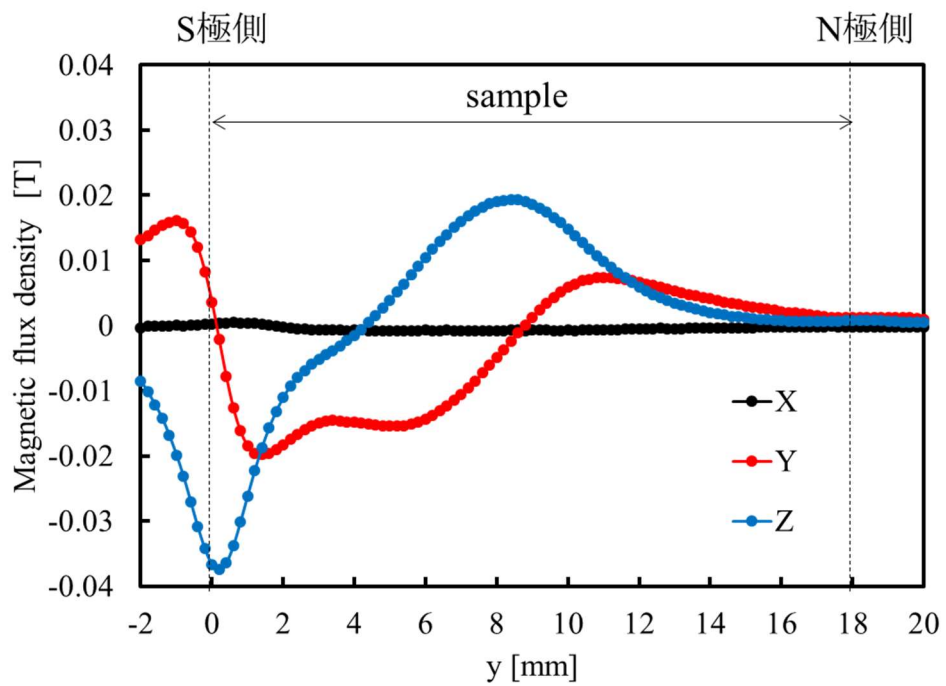


Fig. 2.22 三次元漏洩磁束プロファイル ( $x = 3 \text{ mm}$ ,  $z = 2 \text{ mm}$ )

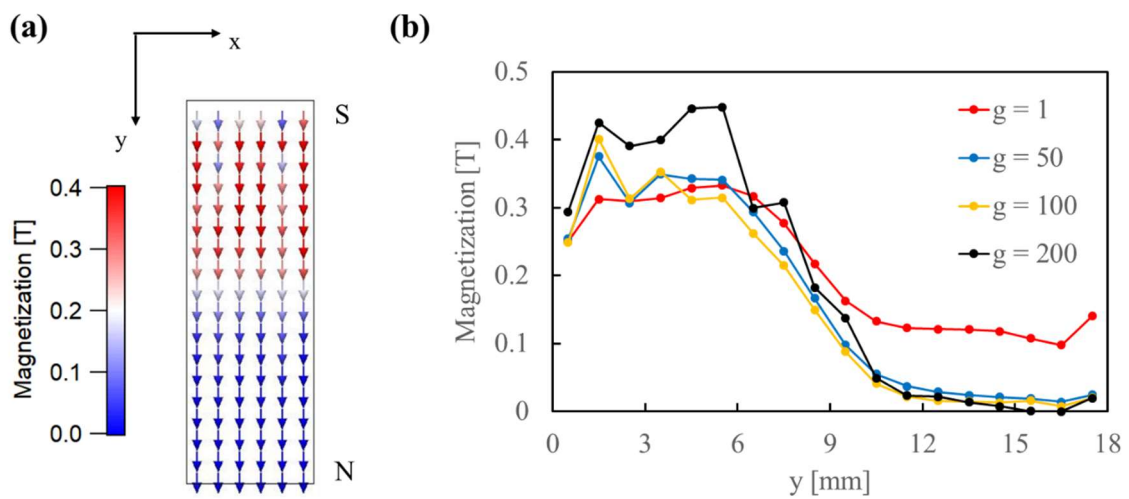


Fig. 2.23 (a) 逆問題解析による推定2次元磁化分布  
(b) 試料中心位置( $x = 3 \text{ mm}$ )の磁化プロファイル

## 2.4.4 各手法の結果比較および考察

各手法で得られた磁化分布の比較と、その磁化分布から順解析によって推定される漏洩磁束分布の結果と実測した漏洩磁束分布との比較を通して、各手法の結果の妥当性と課題について考察したことを述べる。

### 2.4.4.1 磁化分布比較

Fig. 2.24 に、各手法で得られた  $x = 3 \text{ mm}$  の  $y$  方向磁化分布のプロファイルを示す。

以下に、各手法にて得られた結果を比較し、各手法の妥当性について考察したことを述べる。

#### ① 破壊手法

1.2.2.1 節にて、破壊手法による磁化の評価課題は、①加工による磁石端面の磁気特性の劣化と②形状変化にともなう反磁界補正であると述べた。

①は、評価する対象の各小片を同じ形状にすることで、劣化の影響はすべて等しいと考えられる。さらに、各小片の相対磁束量から磁化を評価することで、相対的な磁化分布は正しい結果といえる。

②は、複雑な配向・形状の試料では反磁界の正確な補正は現状困難である。しかし、本実験に用いた単純な配向・形状の試料の場合は適切に補正されると考えられる。

以上より、本手法で得られた磁化分布は、 $\text{mm}$  オーダの空間分解能で平均化した結果として、妥当な計測結果といえる。

#### ② 偏極中性子イメージング

偏極中性子イメージングで得られた磁化分布は、中性子スピンの振動が観測された  $y < 5.5 \text{ mm}$  の領域で、破壊手法の結果と誤差の範囲で一致している。偏極中性子イメージングにて計測した磁化の絶対値が妥当であるといえる。さらに  $y = 2 \text{ mm}$  周辺で、 $\text{mm}$  オーダの空間分解能となる破壊手法では計測できていない、局所的な磁化が確認できる。

一方、破壊手法の結果で磁化が計測される  $5.5 \text{ mm} < y < 10 \text{ mm}$  の領域で、本手法では中性子スピンの振動が観測されず、磁化を計測できなかった。これは、前述したように、磁氣的不均一性の増加にともなう減偏極の増加が原因である。本手法の課題は、磁氣的不均一性の大きい領域、すなわち磁化の低い領域の評価である。

## ③ 逆問題解析

逆問題解析にて得られた磁化分布は、S極の端部を除いて破壊手法の結果と高い精度で一致する。これは、破壊手法で実測した磁化を事前情報として比較しているため、当然の結果といえる。信頼できる事前情報があれば、本手法は簡便な漏洩磁束の計測のみで磁石内部の磁化ベクトルを、非破壊で推定可能な手法である。

ただし本研究で実施した逆問題解析は単純形状かつ単軸配向という条件下の元、結果の妥当性を確認できた。複雑形状、複雑配向磁石への適用が今後の課題といえる。

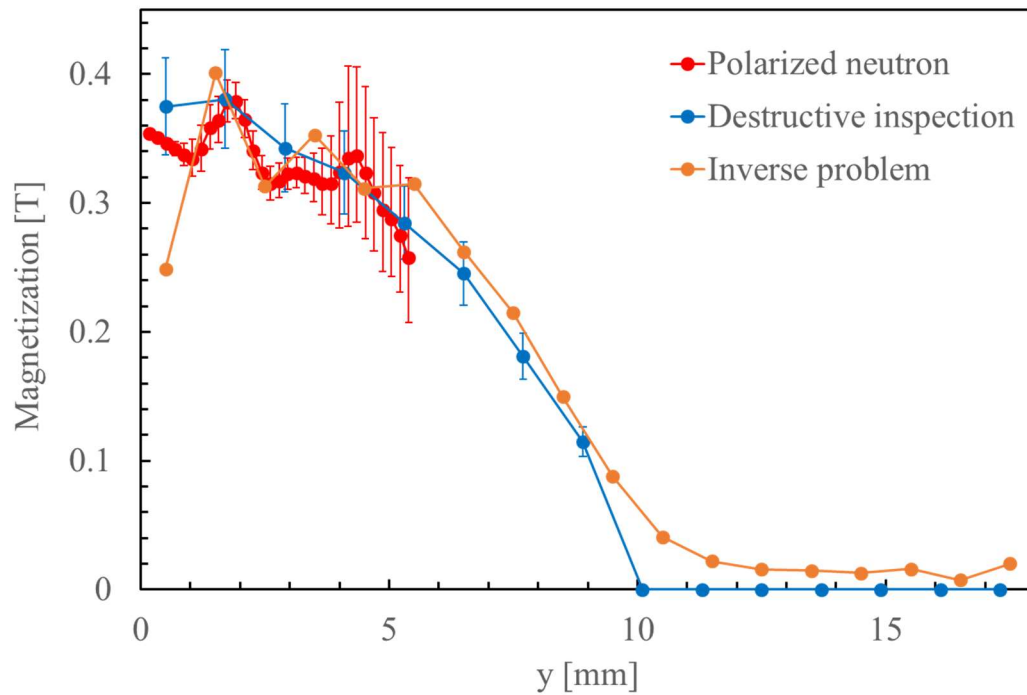


Fig. 2.24 偏極中性子イメージング，破壊手法，逆問題解析で求めた磁化分布プロファイルの比較 ( $x = 3 \text{ mm}$ )

#### 2.4.4.2 推定漏洩磁束分布

Fig. 2.22 に示した 3 次元漏洩磁束分布の結果は、三次元漏洩磁束計測器の計測精度の面から考えると、磁化の計測結果に比べ、より信頼できる計測結果である。そこで、各手法で得られた磁化分布をもとに、順解析で漏洩磁束分布を推定し、この実測した漏洩磁束分布と比較し、各手法の結果の妥当性を考察した。

漏洩磁束の順解析は磁気シミュレーションソフト JMAG[11]を用いた。計算モデルのメッシュサイズは、偏極中性子イメージングにあわせて  $1 \times 0.174 \times 1 \text{ mm}^3$  とした。x 方向、z 方向には均一な磁化と仮定し解析した。偏極中性子イメージングの結果を用いたモデルについて、磁化を計測できた  $y < 5.5 \text{ mm}$  の領域は計測値を導入し、モデル化した。磁化を計測できなかった  $y > 5.5 \text{ mm}$  の領域は磁化 0 としモデル化した。破壊手法、逆問題解析の結果は、実測した各点の磁化を各メッシュ位置に線形で内挿した値をとしモデル化した。

各手法の結果から計算した、 $x = 3 \text{ mm}$  の y 方向、z 方向漏洩磁束プロファイルの結果と、実測した漏洩磁束プロファイルの結果を Fig. 2.25(a), (b)にそれぞれ示す。以下に、各結果の比較を通して考察したことを述べる。

##### ① 破壊手法

$y > 9 \text{ mm}$  の N 極側の推定漏洩磁束分布は、実測した漏洩磁束分布と比べ、y 方向の磁束が最大となる位置( $y = 11 \text{ mm}$ )、磁束の方向が反転する位置( $y = 9.4 \text{ mm}$ )がそれぞれ一致する。N 極の位置(磁化が 0 になる位置)を正確に計測できていることを示している。一方、 $2 \text{ mm} < y < 9 \text{ mm}$  の領域では、解析結果と実測結果に差異が見られる。実測した漏洩磁束の  $2 \text{ mm} < y < 9 \text{ mm}$  の領域で見られる凹凸形状を再現できていない。これは、破壊手法によって計測した磁化分布は、mm オーダで平均化された結果であり、局所的な磁化変化を計測できていないことが原因と示唆される。

##### ② 偏極中性子イメージング

y 成分の漏洩磁束で  $y < 6 \text{ mm}$  の領域で、実測した漏洩磁束と大きく差異が見られる。y 方向の磁束が最大となる位置(中性子  $y = 6.8 \text{ mm}$ , 実測  $y = 11 \text{ mm}$ )、磁束の方向が反転する位置(中性子  $y = 5.8 \text{ mm}$ , 実測  $y = 9.4 \text{ mm}$ )も大きく異なる結果となった。これは前述した  $y > 5.5 \text{ mm}$  での磁化の未検出が原因と考えられる。一方、y 方向、z 方向いずれにも、 $y = 3 \text{ mm}$  周辺に特徴的な凸形状が確認できる。この凸形状は実測した漏洩磁束分布にも同様の分布が確認できる。この分布をマクロな破壊手法の結果からは再現できていないことから、偏極中性子イメージングにて  $y = 2 \text{ mm}$  周辺に計測されたマイクロな磁化分布に起因していると推察される。この結果は偏極中性子イメージングで、 $1 \text{ mm}$  以下の空間的にマイクロな磁化が評価可能であることを示唆する。

## ③逆問題解析

y 方向, z 方向いずれも, 実測した漏洩磁束分布と高い精度で一致する. これは逆問題解析が正しく収束していることを示す. ただし Fig. 2.23 で示したシグモイド関数のゲイン  $g$  を変えて計算した各磁化分布からも同様に実測の漏洩磁束分布と高い精度で一致することを確認している. 順解析した漏洩磁束の分布からも, 磁化の分布を1つに決定できない.

以上の結果から, 偏極中性子イメージングでは従来の破壊手法で得られる磁化分布に比べ, 評価の空間分解能の面で優位性があることが示唆される.

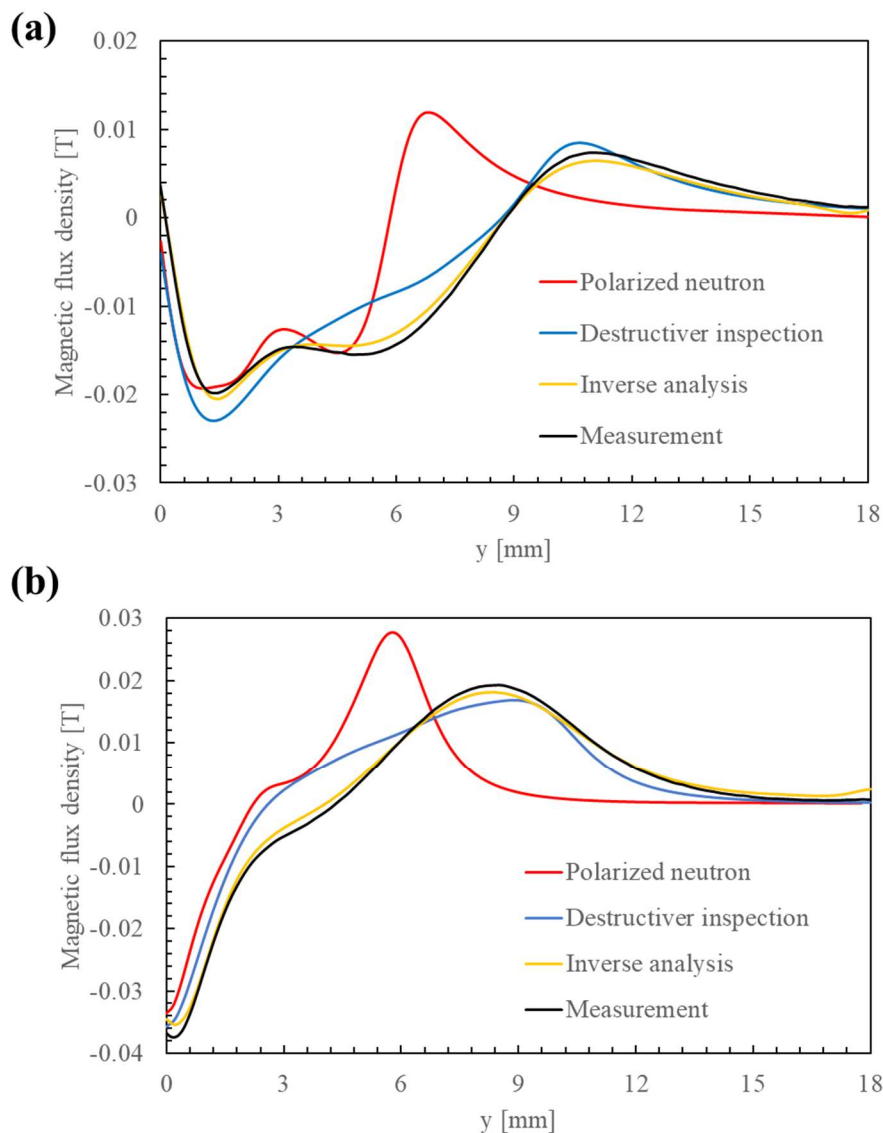


Fig. 2.25 漏洩磁束プロファイル ( $x = 3 \text{ mm}$ ,  $z = 2 \text{ mm}$ )  
 (a) y 方向成分 (b) z 方向成分 実測データは Fig2.22 と同データ



### 2.4.4.3 偏極中性子イメージングの課題

各手法にて得られた磁化分布の比較から、偏極中性子イメージングによる磁化分布の計測結果の妥当性、空間分解能の優位性を確認した。本節では、実際のモータに用いられる磁石材料への本手法の適用課題について考察したことを述べる。

偏極中性子イメージングでは、以下の4つの課題があげられる。

#### ① 漏洩磁束による偏極度波長依存性への影響考慮

磁石からの漏洩磁束が中性子経路内に発生し、試料入射前にスピンの影響を与えてしまうことで、試料透過後の偏極度波長依存性を複雑にする。本研究では、漏洩磁束の低減を目的に実験的にヨークを用いた。さらに磁化方向が単軸配向であることから、漏洩磁束に影響を受けづらい $D_{zz}$ 成分を解析し磁化分布を算出した。しかし実際のモータに用いられる極異方配向磁石評価の場合、すべての方向成分に漏洩磁束が影響を与える可能性がある。

この課題に対しては、漏洩磁束が中性子スピンに与える影響を考慮した解析技術の確立が必要となる。実際に、廣井ら(2018)は、中性子経路上の漏洩磁束の磁場をモデル化し中性子スピンへの影響を考慮した解析手法を提案している[20]。事前に計測した漏洩磁束の次元情報を考慮し、各成分の偏極度波長依存性を同時に解析する技術確立が今後の課題である。

#### ② 磁気的不均一性の大きい領域の中性子スピン振動取得

磁気的不均一性の大きい領域、すなわち磁化の低い領域で、減偏極の影響が大きく、中性子スピンの振動を観測できなかった。配向磁石の評価でも、配向の不十分な部位は磁気的不均一性が大きくなり、減偏極が大きくなると予測される。

この課題に対しては、短波長の偏極中性子を用いることで、減衰前の振動を計測できると考える。本論文では偏極スーパーミラーを用いて  $1.4 \text{ \AA}$  以上の中性子を偏極させ利用した。この他に  $^3\text{He}$  中性子スピフィルターを用いて偏極させる手法が研究され  $1.0 \text{ \AA}$  の偏極中性子の利用が報告されている[21,22]。より短波長の偏極中性子の活用により、低磁化領域の磁化計測が期待される。

#### ③ 微細粒子材料への適用

本研究で測定した試料は、フェライト焼結磁石である。材料の平均結晶粒子径は  $1.65 \text{ \mu m}$  と磁性材料の中では比較的大きい。近年の磁石材料開発では、磁気特性の向上に向け、結晶粒子径の微細化を進めており、ナノオーダーの結晶粒子径をもつ磁石材料が実用化されている[23,24]。結晶粒の微細化は磁区構造の微細化に直結することから、

式 2.6 に示す中性子透過距離中の磁区構造の数が増加し、減偏極が大きくなると予測される。この課題についても②で述べた短波長の偏極中性子の利用が有効と考えられる。

#### ④ Nd-Fe-B 磁石，ボンド磁石への適用

近年、高出力を要求される自動車用モータにはより高い磁束密度を実現する Nd-Fe-B 磁石が用いられる。Nd-Fe-B 磁石を評価する際には、中性子の散乱断面積の大きいボロンが中性子の透過率を下げる要因となる[25]。また、磁粉材料をプラスチックやゴムなどのバインダと混ぜて成形されるボンド磁石も、加工性が優れる利点から産業利用が拡大している。このボンド磁石にバインダとして混ぜられる樹脂材料は水素が多く含まれており、中性子の透過率を下げる要因となる。これらの課題に対して、透過率の低い試料の評価でも、中性子の統計精度を向上させるため、中性子源の出力向上、検出器の検出効率向上が今後の課題といえる。

## 2.5 まとめ

本章では、配向磁石内部の磁化分布評価を目的に、偏極中性子イメージングの適用を検討した。既知の磁化をもつ異方性フェライト磁石に対して、本手法の適用性を実験的に検討した。また、磁化に空間的な勾配を持たせた試料の磁化分布イメージングを実施し、内部磁化分布を実測した。従来の破壊的手法、解析的な逆問題解析手法の結果との比較を通して、本手法の結果の妥当性と優位性を考察した。

その結果、以下の結論が得られた。

- 1) 既知の磁化をもつ異方性フェライト磁石に対して、磁化に応じた偏極度波長依存性を取得し、中性子のラーモア歳差運動に起因するスピン振動を計測した。実験的に漏洩磁束の低減を目的に試料を覆うヨークを用い、またミクロな磁気的不均一性を考慮するための減偏極を含めた解析手法を適用することで、スピン振動の周期から、磁石内部の磁化値を計測可能なことを実験的に確認した。裏付けとして、各量子化軸方向の偏極度に現れる減偏極の磁化依存性から、磁化の変化が磁化方向の  $180^\circ$  反転が主要因であることを示した。
- 2) 空間的な磁化勾配をもつ試料に対して、偏極中性子を用いて磁化の 2 次元イメージングを実施し、磁石内部の 2 次元磁化分布像の取得を実現した。得られた結果の妥当性を、従来手法の破壊的手法との比較、さらに各手法で実測した磁化分布から解析した漏洩磁束分布と、実測した漏洩磁束分布を比較し、偏極中性子のイメージングにて得られた磁化の値の妥当性を確認した。本手法は、従来手法に比べ、評価の空間分解能で優位性があることが示唆された。
- 3) 偏極中性子イメージングにおいて、漏洩磁束による試料入射前後の中性子スピンの回転、また磁気的不均一性による減偏極が正確な磁化分布の計測を困難にする。これらの克服が今後の課題といえる。

偏極中性子イメージングは、非破壊かつ非接触で磁石内部の磁化分布を評価可能な唯一の手法である。本手法の非破壊かつ非接触という利点を活かし、モータの実仕様環境下での内部磁束の評価、磁石の減磁メカニズムの現象可視化などへの応用が期待される。

## 2.6 参考文献

- [1] 本間基文, “磁性材料読本”, 工業調査会, (1998).
- [2] N. Kardjilov, I. Manke, M. Strobl, A. Hilger, W. Treimer, M. Meissner, T. Krist, J. Banhart, “Three-dimensional imaging of magnetic fields with polarized neutrons,” *Nat. Phys.* 4 (2008) 399 - 403.
- [3] A. Hilger, I. Manke, N. Kardjilov, M. Osenberg, H. Markötter, J. Banhart, “Tensorial neutron tomography of three-dimensional magnetic vector fields in bulk materials.” *Nature communications* 9.1 (2018) 1-7.
- [4] T. Shinohara, K. Sakai, M. Ohi, T. Kai, M. Harada, K. Oikawaa, F. Maekawa, J. Suzuki, T. Oku, S. Takata, K. Aizawa, M. Arai, and Y. Kiyonagi, “Quantitative magnetic field imaging by polarized pulsed neutrons at J-PARC,” *Nucl. Instr. and Meth. A* 651, (2011) 121-125.
- [5] T. Krist, “Solid state and conventional neutron optical elements”, *Nucl. Instr. and Meth. A* 529, 50-53, (2004).
- [6] H. Weinfürter and G. Badurek, “Broadband spin inversion of cold and thermal neutrons by improved radio frequency gradient flippers,” *Nucl. Instr. Meth. A* 275, (1989).
- [7] J. D. Parker, K. Hattori, H. Fujioka, M. Harada, S. Iwaki, S. Kabuki, Y. Kishimoto, H. Kubo, S. Kurosawa, K. Miuchi, T. Nagae, H. Nishimura, T. Oku, T. Sawano, T. Shinohara, J. Suzuki, A. Takada, T. Tanimori, K. Ueno, “Neutron imaging detector based on the  $\mu$ PIC micro-pixel chamber,” *Nucl. Inst. Meth. Phys. Res. A* 697, 23, (2013).
- [8] R. Rosman, M. Th. Rekveldt, “Neutron depolarization theory in the Larmor and the scattering approach,” *Condensed Matter* 79 (1990) 61 - 68.
- [9] S. Mitsuda, H. Yoshizawa, and Y. Endoh, “Neutron-depolarization studies on re-entrant spin glass”, *Phys. Rev. B* 45, (1992) 9788.
- [10] H. Nishio, H. Yamamoto, M. Nagakura, and M. Uehara, “Effect of machining on magnetic properties of Nd-Fe-B system sintered magnets,” *IEEE Trans. Magn.*, 26, 1 (1990) 257 - 261.
- [11] 磁気シミュレーションソフト JMAG web ページ, “<https://www.jmag-international.com/jp/>”
- [12] N. Nakai, Y. Takahashi, K. Fujiwara, and H. Ohashi, “Estimation of magnetization distribution in a permanent magnet using genetic algorithm,” in *Proc, 17<sup>th</sup> Int. Symp. Electrmagn. Fields Mechatronics, Elect. Electron. Eng. ISEF*, (2015).
- [13] 岡本 吉史, 中村 勢到, 土井 智史, 小山西 健太, 岡崎 恵一, “非線形計画法によるネオジウム磁石の磁化分布同定に関する検討”, *日本機械学会 第13回最適化シンポジウム* (2018).
- [14] Y. Okamoto, N. Nakamura, K. Osanai, S. Doi, T. Aoki, and K. Okazaki, “Diagnosis method of magnetization distribution in permanent magnet using approximate function based on 1-D Fourier series expansion,” *IEEE Trans. Magn.*, 55, 6, (2019).
- [15] N. Nakamura, Y. Okamoto, K. Osanai, S. Doi, T. Aoki, and K. Okazaki, “Nondestructive estimation of magnetization distribution in permanent magnet using quasi-Newton method based on 2-D Fourier series expansion,” *IEEE Trans. Magn.*, 56, 1, (2020).
- [16] N. Nakamura, Y. Okamoto, K. Osanai, S. Doi, T. Aoki, and K. Okazaki, “On Magnetization Estimation Method of Permanent Magnet Based on Steepest Descent Method Combined with Sigmoid Function,” *The Papers of Joint Technical Meeting on “Static Apparatus” and “Rotating Machinery”, IEE Japan, SA-20-22 RM-20-22* (2020).
- [17] D. R. Popovic, S. Dimitrijevic, M. Blagokevoc, P. Kejik, E. Schurig, and R. S. Popovic, “Three-axis teslameter with integrated hall probe,” *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, 56, 4, (2007).
- [18] N. Nakai, Y. Takahashi, K. Fujiwara, and H. Ohashi, “Estimation of magnetization distribution in a permanent

- magnet using genetic algorithm,” in Proc, 17th Int. Symp. Electrpagn. Fields Mechatronics, Elect. Electron. Eng. ISEF, (2015).
- [19] 五十嵐 一, ”円筒形永久磁石の順・逆解析”, 電学論 A, 120, 8/9 号 (2000) 791 - 797.
- [20] K. Hiroi, T. Shinohara, H. Hayashida, J. D. Packer, K. Oikawa, Y. Su, T. Kai, Y. Kiyonagi, “Development of a polarization analysis method for visualization of the magnetic field distribution in a small electric transformer using pulsed polarized neutron imaging”, JPS Conf. Proc. 22, (2018) 011030.
- [21] 猪野 隆, “ $^3\text{He}$  偏極型中性子スピフィルターの開発”, 日本中性子科学会誌「波紋」14, 4,(2004) 260 - 265.
- [22] 奥 隆之, 吉良 弘, 林田 洋寿, 酒井 健二, 廣井 孝介, 篠原 武尚, 猪野 隆, 大河原 学, 大山 研司, 高田 慎一, 大石 一城, 岩瀬 裕希, 宮田 登, 阿久津和宏, 坂口 佳史, 武田 全康, 鈴木 淳市, 相澤 一也, 新井 正敏, 加倉井 和久, “大強度パルス中性子源施設における  $^3\text{He}$  中性子スピフィルターの実用化研究,” 日本中性子科学会誌「波紋」, Vol.24, No.4 (2014) 250 - 257.
- [23] 宇根 康裕, 佐川 真人, “結晶粒微細化による Nd-Fe-B 焼結磁石の高保磁力化,” 日本金属学会誌, 76, 1 (2012) 12 - 16.
- [24] 小林 久理眞, 漆畑 貴美子, 宇根 康弘, 佐川 真人, “Nd-Fe-B 系焼結磁石の保磁力発現機構に及ぼす結晶磁気異方性, 結晶粒子径, 磁区サイズの影響,” 日本金属学会誌, 76, 1 (2012) 27 - 35.
- [25] ILL Neutron Data Booklet 中性子散乱断面積データベース, “<https://www.ill.eu/about-ill/documentation/>”.

---

## 第3章

# 電磁鋼板の打ち抜きひずみ分布評価

---

第1章にて、自動車用モータに用いられるコア部品は、鉄損低減の必要性について述べた。鉄損を増加させる要因の一つは、加工時の残留ひずみであり、材料内部に残留するひずみ分布を定量的に評価する技術が重要となる。この金属材料内部のひずみを、2次元で可視化できる有効な手法が、中性子ブラッグエッジイメージングである。

本章では、中性子ブラッグエッジイメージングを、コア材料である無方向性電磁鋼板の打ち抜き加工時に残留するひずみ分布評価への適用を検討したことを述べる。

### 3.1 ブラッグエッジイメージングの打ち抜きひずみ評価への適用

電磁鋼板材料を打ち抜き加工する際の残留ひずみについては、これまで数多くの研究がなされてきた。過去の報告では、加工面からの距離が板厚の1/2程度の領域に塑性域のひずみが残留し、板厚の2~3倍程度の領域に弾性域のひずみが残留すると報告されている[1,2]。本研究で測定する試料は、一般的な厚さ500  $\mu\text{m}$ の電磁鋼板材料を用いる。そのため、板厚の1/10の50  $\mu\text{m}$ 程度の空間分解能が要求される。

評価する対象部位の概要をFig. 3.1に示す。本研究ではモータのステータコアを対象とする。ステータコア内にはコイルに流れる電流によって磁束が発生する。ステータコアの中でも磁束密度が最も高い部位であるティース部を想定し[3]、側面を打ち抜き加工した試料のひずみを評価する。打ち抜き加工にともない残留するひずみの方向で重要なのは、①磁束方向ひずみと、②打ち抜き方向ひずみの2方向である。①磁束方向のひずみは、モータ動作中に磁束が流れる方向(磁化方向)であり、鉄損に最も影響を与えるひずみ方向である[4]。②打ち抜き方向ひずみは、加工時に発生する主ひずみ方向である。

これら2方向のひずみ分布を中性子ブラッグエッジイメージングにて計測する。本手法で得られる格子面間隔 $d$ (式1.10)は、中性子入射方向の格子面間隔である。そのため、中性子入射方向のひずみ成分が取得できる。中性子入射方向を変えて①磁束方向、②打ち抜き方向のひずみ分布をそれぞれ取得する。

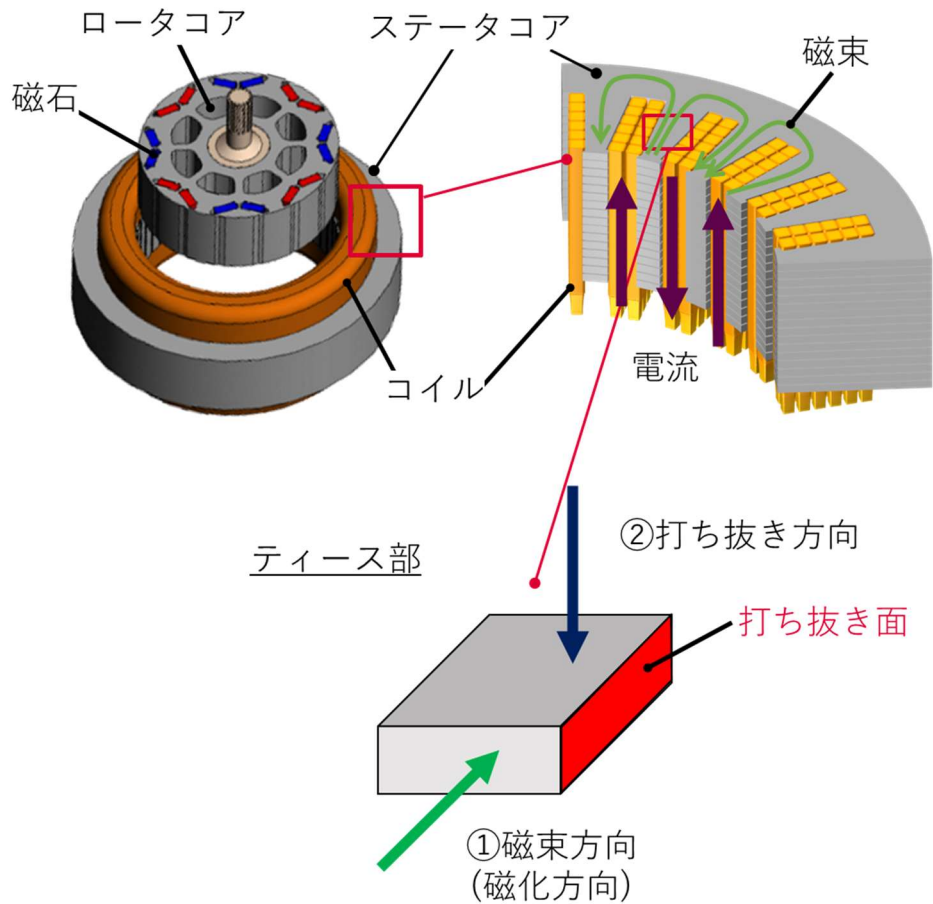


Fig. 3.1 モータ構造とひずみ観察方向

中性子ブラッグエッジイメージングのひずみ計測精度を決定するのは、ブラッグエッジスペクトルのエッジ位置計測精度である。しかし、本手法は中性子の統計不足が問題となる場合が多く、その場合、エッジ位置の計測精度が低下する。中性子統計数を改善させるため、隣接する複数の画素の中性子透過スペクトルを積算して1つのスペクトルを算出するビンニング処理、移動平均処理がしばしば適用される[5-7]。これらの処理は、積算する素子数分だけ中性子の統計量を向上させ、ひずみ計測精度を向上させる反面、空間分解能の低下を引き起こす。本研究の計測対象である電磁鋼板の打ち抜きひずみは、材料内部の微弱なひずみ検出が求められており、空間分解能とひずみ計測精度を両立する必要がある。

中性子の統計数を改善させるビンニング、移動平均処理は、前提として、隣接する画素のひずみ値は等しいと仮定している。そこで、測定試料の加工・形状を積算処理に最適化することで、空間分解能の劣化を最小限に抑え、ひずみ計測精度の向上を狙う。

以下にこれらの実験体系、測定試料についての詳細を述べる。

## 3.2 ブラッグエッジイメージング実験体系

### 3.2.1 ブラッグエッジイメージング実験装置

実験は偏極中性子イメージングと同様に、J-PARC MLF BL22 RADENにて実施した。Tab. 3.1 に中性子実験のパラメーター一覧を、Fig. 3.2 に、実験体系の模式図、Fig. 3.3 に実験装置の外観を示す。偏極中性子イメージングと異なり、機器の構成はシンプルである。各座標軸として、中性子入射方向をz軸方向、2次元検出器による検出面をx-y平面と定義する。

モデレータから放出されるパルス中性子は、飛行距離  $L = 24.4 \text{ mm}$  で試料に照射される。ひずみ計測精度の向上には、中性子の波長分解能を向上させることが望ましい。そこで、中性子の飛行距離は偏極中性子実験よりも長くしている。検出器には microchannel plate (MCP)検出器[8]を用い、有効視野  $28 \times 28 \text{ mm}^2$ 、 $512 \times 512 \text{ pix}$ 、素子分解能  $55 \text{ }\mu\text{m}$  で計測した。検出器の時間分解能は  $10.24 \text{ }\mu\text{s}$  とし、これは波長分解能  $0.00168 \text{ \AA}$  に対応する。なお、TOF[ms]は、Fe 標準試料のブラッグエッジ位置を基準に、波長[ $\text{\AA}$ ]に変換した。試料透過後の中性子ビームの発散の影響を低減させるために、試料と検出器の距離を近づけ、試料  $20 \text{ mm}$  後方に検出器を設置した。

Tab. 3.1 実験パラメータ

パラメータ	値
中性子飛行距離	24.4 m
コリメータ RC1	$\Phi 102 \text{ mm}$
コリメータ RC2	$\Phi 43 \text{ mm}$
パルス数	25 Hz
陽子ビーム出力	620 kw
検出器素子分解能	$55 \text{ }\mu\text{m}/\text{pix}$
L/D	395
検出中性子波長域	$1.31 \sim 2.46 \text{ \AA}$ $2.63 \sim 3.12 \text{ \AA}$ $3.61 \sim 4.60 \text{ \AA}$
検出器時間分解能	$10.24 \text{ }\mu\text{s}$
波長分解能	$0.00168 \text{ \AA}$



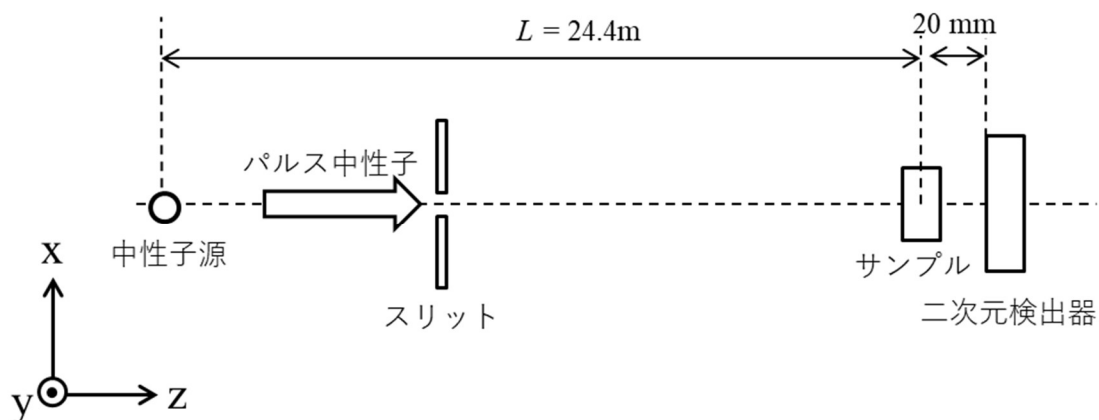


Fig. 3.2 実験体系模式図 z方向が中性子入射方法

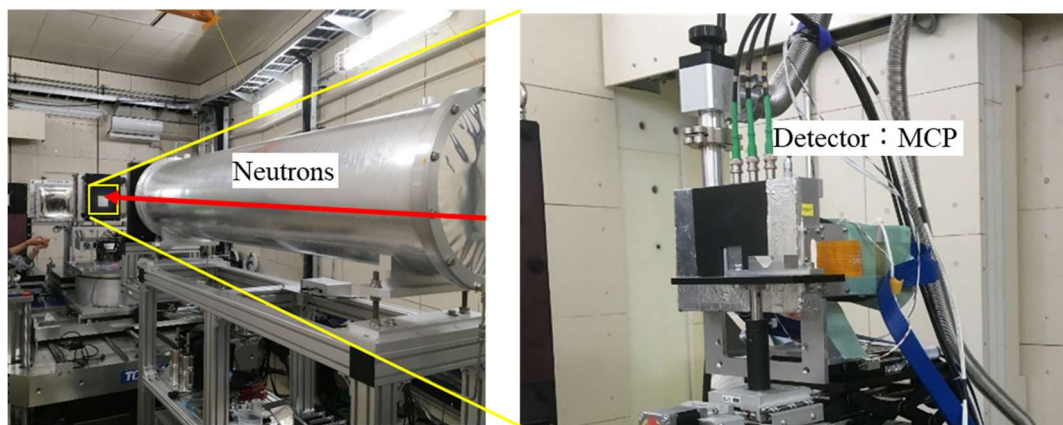


Fig. 3.3 実験装置の外観. 検出器には MCP 検出器を使用.

### 3.2.2 測定試料

測定試料は、板厚 0.5 mm の無方向性電磁鋼板(50A1300(日本製鉄)[9])を用いた。Tab. 3.2 に、測定試料の材料主成分比率を示す。結晶の平均結晶粒径は 12.4 μm である。この材料に対して、磁束方向・打ち抜き方向ひずみを計測する試料を、それぞれ打ち抜き加工にて形成した。以下に、各試料の加工方法を述べる。

Tab. 3.2 計測試料 主成分比率

成分	Fe	Si	Mn	P	他
比率[wt%]	99.67	0.1	0.16	0.065	0.005

### 3.2.2.1 磁束方向ひずみ計測試料

Fig. 3.4(a)に、磁束方向ひずみ計測試料の打ち抜き加工模式図を示す。試料は、x-z 平面に対して垂直に打ち抜き、y-z 断面を作り出した。打ち抜き速度は 100 m/s である。打ち抜き面以外のすべての面は、化学的エッチング加工にて断面を作り出した。エッチング加工は薬品による金属材料の腐食作用を用いて溶解加工する手法であり、ひずみを与えずに加工が可能である[10]。そのため、試料内部には打ち抜き加工に起因するひずみのみが残留する。残留ひずみの分布には、打ち抜き加工時のパンチとダイのクリアランス量が影響することが知られている[11,12]。そこで、板厚に対するクリアランス量の割合をそれぞれ 1%、10%、20%とした 3 水準の打ち抜き試料を用意した。クリアランス量が大きいほど、内部に残留するひずみは広範囲に及ぶと想定される。比較のために、すべての断面をエッチングで加工した無ひずみの試料を含め、合計 4 水準を測定した。Fig. 3.4(b)に、試料の外観を示す。試料の寸法は  $3 \times 0.5 \times 8 \text{ mm}^3$  である。

本試料は Fig. 3.5(a)に示すように、同一条件で加工した試料を各水準 24 枚、合計 96 枚並べて設置し、一度に画像を取得した。データ取得後、画像処理にて各試料の透過像を重ね合わせることで、空間分解能の劣化を最小限に抑え、中性子統計数の向上を狙う。試料設置時の中性子入射方向に対する試料の傾きは、画像処理時の重ね合わせの誤差につながり、空間分解能の劣化を引き起こす。そこで、各試料を平行に設置できるよう専用の試料保持治具を用いて設置した。実際に用いた試料保持治具の外観を Fig. 3.5(b)に示す。

Fig. 3.5(c)に試料への中性子入射方向を示す。パルス中性子は z 方向に入射し、x-y 平面の z 方向ひずみ成分、すなわちモータ動作時の磁束方向(磁化方向)の 2 次元ひずみ分布を計測した。中性子の試料透過距離は 8 mm となる。この透過距離は、ブラッグエッジのエッジ高さが最大となる透過率  $1/e$  になるよう設計した。

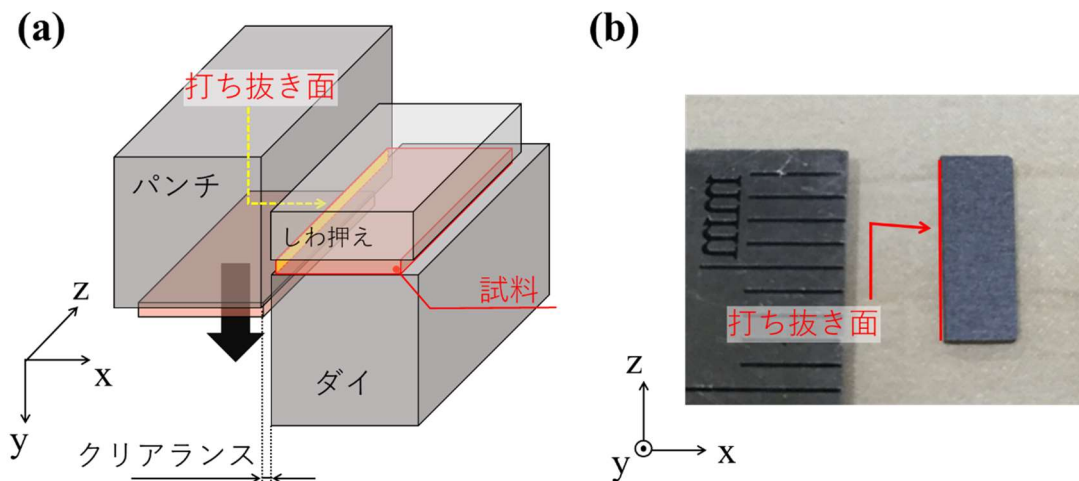


Fig. 3.4 磁束方向ひずみ計測試料

(a) 打ち抜き加工模式図 (b) 磁束方向ひずみ試料外観写真

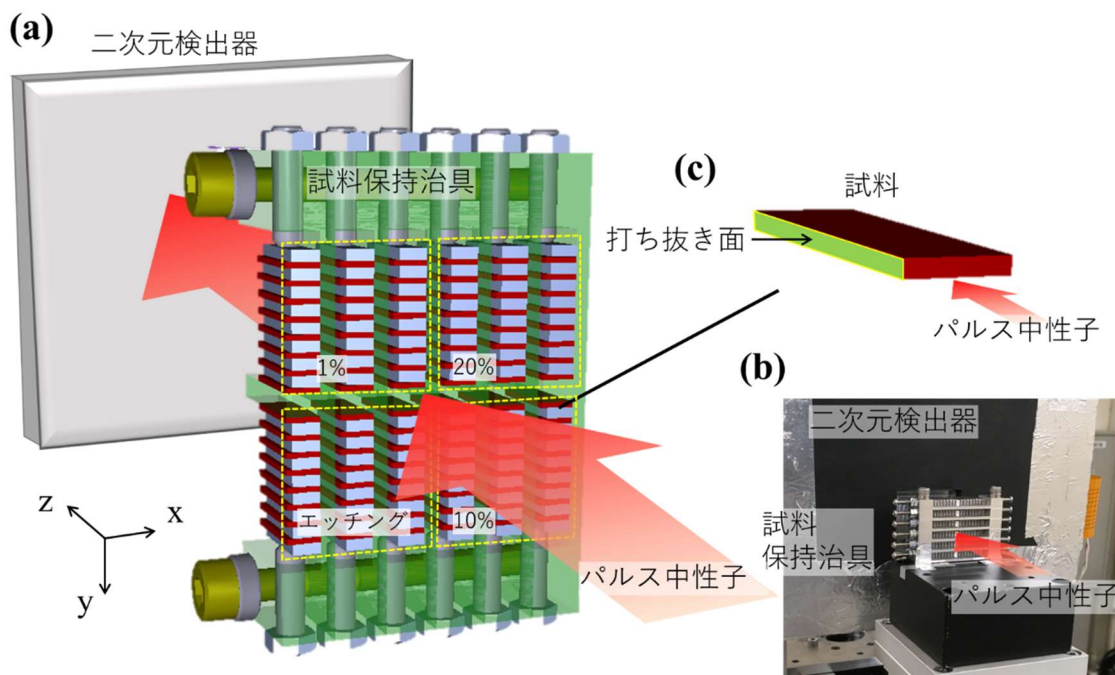


Fig. 3.5 磁束方向ひずみ計測試料 計測セッティング

(a) セッティング模式図 (b) 試料セッティング外観 (c) 中性子入射方向

### 3.2.2.2 打ち抜き方向ひずみ計測試料

Fig. 3.6 に、打ち抜き方向ひずみ計測試料の打ち抜き加工工程模式図を示す。電磁鋼板材料にエッチングにてφ20 mm の穴を加工し(Fig. 3.6(a))、その穴を基準としてダイに固定、φ26 mm のパンチを用いて打ち抜き加工した(Fig. 3.6(b))。その結果、内径側面をエッチング、外径側面を打ち抜きで加工された幅 3 mm のリング状の測定試料を準備した(Fig. 3.6(c))。リング形状とした理由は2つある。1つは、リング形状に打ち抜くことで、円周上では均一なひずみ分布になると考えられる。そこで、円周方向にデータを積算することで中性子の統計数を向上できる。もう1つは、中性子試験後、磁気特性である鉄損を計測するためである。磁束方向ひずみ計測試料と同様に、パンチとダイのクリアランス量を 1%、10%、20%とした3水準の打ち抜き試料と、比較のため、内径・外径側面いずれもエッチングで加工した試料の、合計4水準を測定した。

Fig. 3.7(a)に作製した試料外観を示す。加工した電磁鋼板を打ち抜き型の位置が一致する向きに、中性子透過距離が 8 mm になるように16枚積層し測定した(Fig. 3.7(b))。Fig. 3.7(c)に、試料をセッティングした外観写真を示す。中性子の入射方向は、z方向であり、x-y平面の打ち抜き方向の2次元ひずみ分布を取得した。

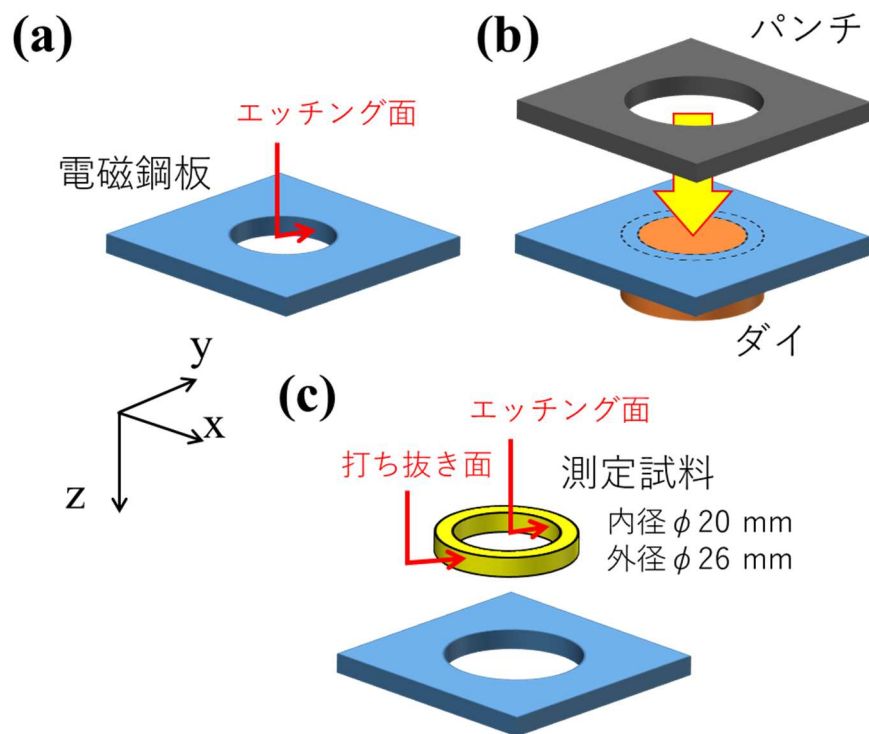


Fig. 3.6 打ち抜き方向ひずみ計測試料 加工工程  
 (a) エッチング工程 (b) 打ち抜き工程 (c) 試料形状

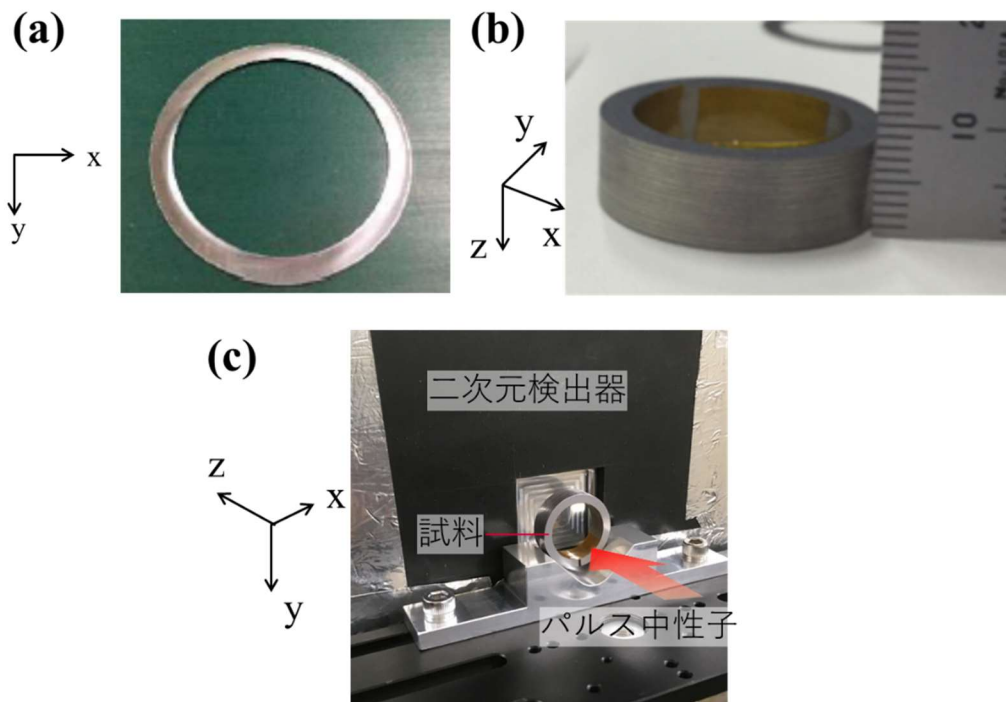


Fig. 3.7 打ち抜き方向ひずみ計測試料 外観  
 (a) 試料 (b) 積層試料 (c) 試料セッティング外観

### 3.2.3 解析手法

多結晶材料を透過した中性子透過率スペクトル $Tr(\lambda)$ に現れるブラッグエッジには、透過した材料の結晶情報が含まれる。ここでは、ブラッグエッジからひずみ情報を抽出するための解析手法について述べる。

#### 3.2.3.1 RITS コードによるシングルエッジ解析

ブラッグエッジ解析コード RITS(Rietveld Imaging of Transmission Spectra)[13-16]を用いてエッジを解析した。RITS は、中性子透過率スペクトルの各ブラッグエッジに対して、シングルエッジフィッティングを行うことで、結晶格子面間隔や転位密度の情報を取得できる。また広範囲の波長領域に対してリートベルト型の解析を行うことで集合組織、結晶子サイズといった情報を取得できる。本研究では、シングルエッジフィッティングを用いて、着目したエッジの位置・広がりを定量的に評価し、そこからひずみ分布を算出した。以下にフィッティングの詳細について述べる。

RITS コードでエッジフィッティングに使用される Jorgensen 関数は、非対称のスペクトル関数である[17]。この関数は、ブラッグエッジのブロードニングを表現するためのガウシアン型誤差関数となる相補誤差関数 $\text{erfc}$ と、エッジの立ち上がり部、テール部を表現する2つの異なる時定数 $\alpha_{\text{hkl}}$ 、 $\beta_{\text{hkl}}$ をもつ関数であり、以下の式で表される。

$$J_{\text{hkl}}(\lambda - 2d_{\text{hkl}}) = \frac{1}{2}\text{erfc}(s) - \frac{\beta_{\text{hkl}} \exp(u) \text{erfc}(y) - \alpha_{\text{hkl}} \exp(v) \text{erfc}(z)}{2(\alpha_{\text{hkl}} + \beta_{\text{hkl}})} \quad (3.1)$$

各パラメータは

$$s = \frac{\lambda - 2d_{\text{hkl}}}{\sqrt{2}w_{\text{hkl}}} \quad (3.2)$$

$$u = \frac{\alpha_{\text{hkl}}}{2} [\alpha_{\text{hkl}}w_{\text{hkl}}^2 + 2(\lambda - 2d_{\text{hkl}})] \quad (3.3)$$

$$v = \frac{\beta_{\text{hkl}}}{2} [\beta_{\text{hkl}}w_{\text{hkl}}^2 - 2(\lambda - 2d_{\text{hkl}})] \quad (3.4)$$

$$y = \frac{\alpha_{\text{hkl}}w_{\text{hkl}}^2 + (\lambda - 2d_{\text{hkl}})}{\sqrt{2}w_{\text{hkl}}} \quad (3.5)$$

$$z = \frac{\beta_{\text{hkl}}w_{\text{hkl}}^2 - (\lambda - 2d_{\text{hkl}})}{\sqrt{2}w_{\text{hkl}}} \quad (3.6)$$

で表される。 $\alpha_{\text{hkl}}$ 、 $\beta_{\text{hkl}}$ はそれぞれ(hkl)からの回折エッジの立ち上がり部、テール部における時定数の逆数を示しており、値が大きいほど鋭いエッジ形状を示す。これらのパラメータは結晶格子間隔 $d_{\text{hkl}}$ に依存し、以下の式で表される。

$$\alpha_{hkl} = \alpha_0 + \frac{\alpha_1}{d_{hkl}} \quad (3.7)$$

$$\beta_{hkl} = \beta_0 + \frac{\beta}{d_{hkl}^4} \quad (3.8)$$

これらのパラメータは計測試料に依存しない，装置固有の値をとる[17]．本実験では無ひずみのエッチング試料のブラッグエッジピークにて算出した $\alpha_{hkl}$ ， $\beta_{hkl}$ の値を用い，各打ち抜き試料のスペクトルをフィッティングした．フィッティングの詳細については 3.2.3.2 節にて後述する．

$d_{hkl}$ は(hkl)の結晶格子面間隔を表しており，この値の変化から以下の式でマクロひずみ $\varepsilon$ を評価可能である．

$$\varepsilon = \frac{d - d_0}{d_0} \quad (3.9)$$

$d_0$ は無ひずみの結晶格子面間隔を示す．本実験では無ひずみのエッチング試料のブラッグエッジピークにて算出した $d_{hkl}$ を $d_0$ と定義してマクロひずみ $\varepsilon$ を求めた．

$w_{hkl}$ はエッジ広がりを示すパラメータであり，材料のマイクロひずみ，結晶子サイズ，中性子パルス幅に依存するパラメータである[16,19,20]．このエッジ広がりからマイクロひずみの分布を評価可能である．

### 3.2.3.2 3段階ブラッグエッジ解析

フィッティング方法として，イギリスのパルス中性子源施設 ISIS にて提案された，3段階スペクトルフィッティング法を用いた[21]． $\alpha$ -Fe 試料(bcc 構造)の(110)のブラッグエッジ (Fig. 3.8)を例に，本手法のフィッティング手順について述べる．

フィッティングはブラッグエッジの(1)長波長側領域，(2)短波長側領域，(3)エッジ領域に段階を分けて実施する．

#### (1) ブラッグエッジ長波長側領域

Fig. 1.29 に示すように，ブラッグエッジの長波長側領域では，干渉性非弾性散乱，非干渉性弾性散乱，非干渉性非弾性散乱，吸収断面積が生じる．ブラッグエッジ近傍の領域に着目した場合，これら全断面積 $\sigma_0$ を以下の式に示す波長依存の1次関数で近似する．

$$\sigma_0 = a_0 + b_0\lambda \quad (3.10)$$

この時，長波長側の領域の中性子透過率スペクトル $Tr(\lambda)$ は

$$\begin{aligned} Tr(\lambda) &= \exp[-\sigma_0(\lambda)] \\ &= \exp[-(a_0 + b_0\lambda)] \end{aligned} \quad (3.11)$$

と表される．エッジの長波長側のデータを1次関数でフィッティングし， $a_0$ ， $b_0$ のパラメータを決定する．

1次関数フィッティングの際，解析の安定性向上を目的に，大前らが提案するランダムサンプリング手法を用いている[22]．本手法は，領域内のデータから一定割合の点をランダムに抽出し，1次関数フィッティングを行う．このフィッティングを複数回繰り返す，各フィッティング結果の重み付け平均で $a_0$ ， $b_0$ のパラメータを決定する手法である．

### (2) ブラッグエッジ短波長側領域

ブラッグエッジの短波長側の領域では，長波長側の全断面積に加えて，ブラッグエッジ断面積(干渉性散乱断面積)が加わる．このブラッグエッジ断面積を，以下の1次関数で近似する．

$$\sigma_{hkl} = a_{hkl} + b_{hkl}\lambda \quad (3.12)$$

この時，短波長側の領域の中性子透過率スペクトル $Tr(\lambda)$ は

$$\begin{aligned} Tr(\lambda) &= \exp[-\{\sigma_0(\lambda) + \sigma_{hkl}(\lambda)\}] \\ &= \exp[-(a_0 + b_0\lambda)] \exp[-(a_{hkl} + b_{hkl}\lambda)] \end{aligned} \quad (3.13)$$

と表される．エッジの短波長側のデータを1次関数でフィッティングし，あらたに $a_{hkl}$ ， $b_{hkl}$ のパラメータを決定する．

この1次関数フィッティング時にも，長波長側と同様にランダムサンプリング手法を用いてパラメータを決定する．

### (3) ブラッグエッジ領域

ブラッグエッジ領域では，短波長領域で考慮したブラッグエッジ断面積がある幅で減少していく．この領域の透過率スペクトル $Tr(\lambda)$ は，式 3.1 の Jorgensen 関数 $J_{hkl}(\lambda - 2d_{hkl})$ を用いて，以下の式で表される．

$$\begin{aligned} Tr(\lambda) &= \exp[-\{\sigma_0(\lambda) + \sigma_{hkl}(\lambda)J_{hkl}(\lambda - 2d_{hkl})\}] \\ &= \exp[-\sigma_0(\lambda)] \exp[-\sigma_{hkl}(\lambda)J_{hkl}(\lambda - 2d_{hkl})] \\ &= \exp[-(a_0 + b_0\lambda)] \exp[-(a_{hkl} + b_{hkl}\lambda)J_{hkl}(\lambda - 2d_{hkl})] \end{aligned} \quad (3.14)$$

これまでのフィッティング過程で $a_0$ ， $b_0$ ， $a_{hkl}$ ， $b_{hkl}$ のパラメータは決定している．さらに Jorgensen 関数内の $\alpha_{hkl}$ ， $\beta_{hkl}$ のパラメータは無ひずみのスペクトルより決定している．最終的に，ブラッグエッジ領域のフィッティングで結晶格子面間隔 $d_{hkl}$ とエッジ広がり $w_{hkl}$ を決定する．

3段階スペクトルフィッティング法の利点は2つあげられる。

1つ目は、各段階のフィッティングパラメータを少なくし、解析精度を向上させる点である。装置由来の $\alpha_{hkl}$ 、 $\beta_{hkl}$ と同時に、結晶格子間隔 $d_{hkl}$ とエッジ広がり $w_{hkl}$ をフィッティングすることは安定性に欠ける。各段階のフィッティングパラメータを順に少なくし、結晶格子面間隔 $d_{hkl}$ とエッジ広がり $w_{hkl}$ のフィッティング精度を向上させる狙いがある。

2つ目は、計算コストの低減である。ブラッグエッジイメージングでひずみ分布を算出する際、2次元データの各pixで得られる透過率スペクトルすべてに対してフィッティングを行う必要がある。そのため、一度にフィッティングするパラメータの数を少なくできる3段階スペクトルフィッティング法は有効な手段である。

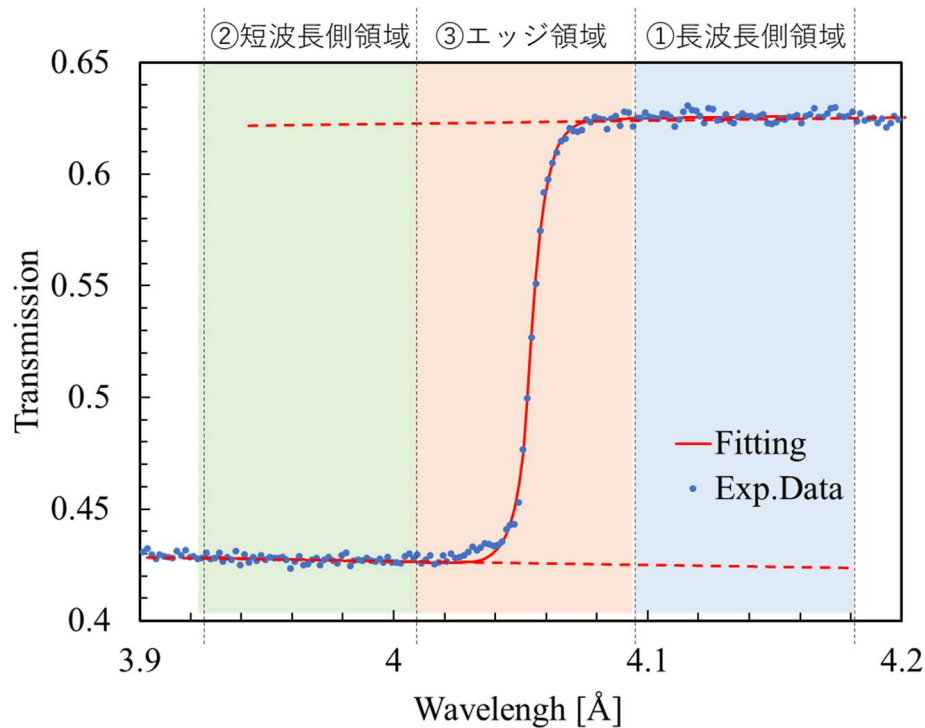


Fig. 3.8 3段階スペクトルフィッティング法模式図



### 3.3 磁束方向ひずみ計測

本節では、中性子ブラッグエッジイメージングを用いて、磁束方向ひずみ分布を計測した結果を示す。中性子統計向上のために適用した、重ね合わせ処理の効果を定量的に確認する。その後、得られたエッジ広がり分布、エッジ位置から算出したマクロひずみ分布を示す。最後に、EBSDの評価結果と比較し、結果の妥当性を考察したことを述べる。

#### 3.3.1 ブラッグエッジイメージング結果

##### 3.3.1.1 ブラッグエッジスペクトル解析

Fig. 3.9(a)に、磁束方向ひずみ試料に対して、得られた透過像を示す。透過像は以下の式で算出した。

$$\int Tr(x, y, \lambda) d\lambda = \frac{\int I(x, y, \lambda) d\lambda}{\int I_0(x, y, \lambda) d\lambda} \quad (3.15)$$

$I_0(x, y, \lambda)$ は入射スペクトル、 $I(x, y, \lambda)$ は試料を透過したスペクトルを示す。 $I_0(x, y, \lambda)$ 、 $I(x, y, \lambda)$ はそれぞれ 16.0 h, 36.0 h の時間で計測した。無ひずみを想定したエッチングサンプル 24 枚、打ち抜き時のクリアランス量を 1%, 10%, 20% と変えた各 24 枚、合計 96 枚の試料を同時に取得した。各水準の 1 枚の試料を拡大した透過像を Fig. 3.9(b) に示す。画像の左側が打ち抜き面であり、上から下方向に打ち抜かれている。

各試料の透過像の、上下端から算出した y 方向の中間位置と、打ち抜き面である左端を基準位置として、24 枚の画像の  $I_0(x, y, \lambda)$ 、 $I(x, y, \lambda)$  を積算し、式 3.15 を用いて各水準試料の積算透過像を作製した。なお、本研究での重ね合わせ処理では試料の傾き方向を補正する処理は行っていない。専用の試料保持治具を用いて、各水準の試料が平行に設置できるように注意した。Fig. 3.9(c) に重ね合わせ処理後の透過像を示す。この透過像に対して RITS を用いシングルエッジフィッティングを実施した。

最初に、式 3.1 に示す Jorgensen 関数の  $\alpha_{hkl}$ 、 $\beta_{hkl}$  のパラメータを決定する。

Fig. 3.10(a) に、無ひずみのエッチング試料の透過スペクトルを示す。このスペクトルは Fig. 3.9(c) に示す黄色破線領域 ( $45 \times 4 \text{ pix} (\cong 2.5 \times 0.22 \text{ mm})$ ) で算出した。 $\alpha\text{-Fe}$  の bcc 構造に対応する複数のブラッグエッジが確認できる。Fig. 3.10(a) 中の添え字は各ブラッグエッジに対応する回折面を示す。(110), (200), (220) のブラッグエッジ短波長側では、形状が直線ではなく不揃いな形状を示している。これは試料の集合組織の影響である。

各ブラッグエッジのフィッティング結果を Fig. 3.10 に赤実線で示す。Fig. 3.10(b) に、(110) エッジ周辺を拡大したスペクトルを示す。実測点に対して正しくフィッティングされている。各回折エッジの  $2d_{hkl}$ 、 $\alpha_{hkl}$ 、 $\beta_{hkl}$  のフィッティング結果を Tab. 3.3 に示す。すべてのエッジで、立ち上がり部の時定数の逆数を示す  $\alpha_{hkl}$  に比べ、テール部での時定数の逆数

を示す $\beta_{hkl}$ の値が小さい。この特徴はモデレータから放出される中性子のパルス特性が、長波長側にテールを引いていることに起因する [23,24]。また、 $\alpha_{hkl}$ 、 $\beta_{hkl}$ の値は長波長側によるほど、小さくなる傾向、すなわちエッジ形状がなだらかになる傾向が確認できた。これは式 3.7, 3.8 から考えると、妥当な結果である。

本試料の場合、試料の集合組織に起因してエッジの短波長側では完全な直線形状でない。そのため、3 段階フィッティングにおける②短波長側領域のフィッティング範囲に依存して $\alpha_{hkl}$ 、 $\beta_{hkl}$ の値が変化する。ここで実施したフィッティング範囲と同じ範囲を用いて、すべての解析を実施した。

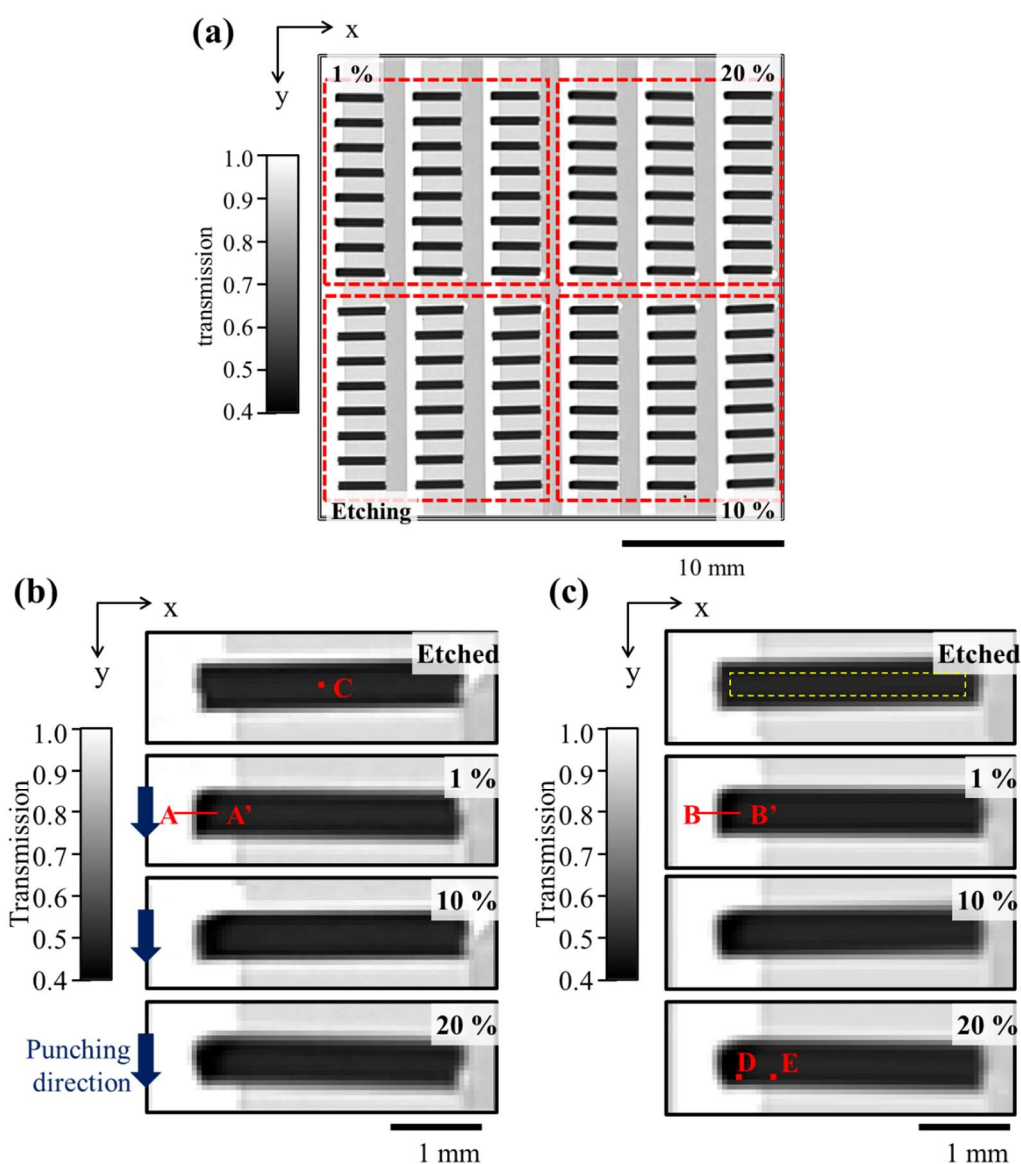


Fig. 3.9 磁束方向ひずみ試料 中性子透過像

(a) 全試料透過像 (b) 各水準 1 試料の透過画像 (c) 各水準 24 試料の重ね合わせ画像

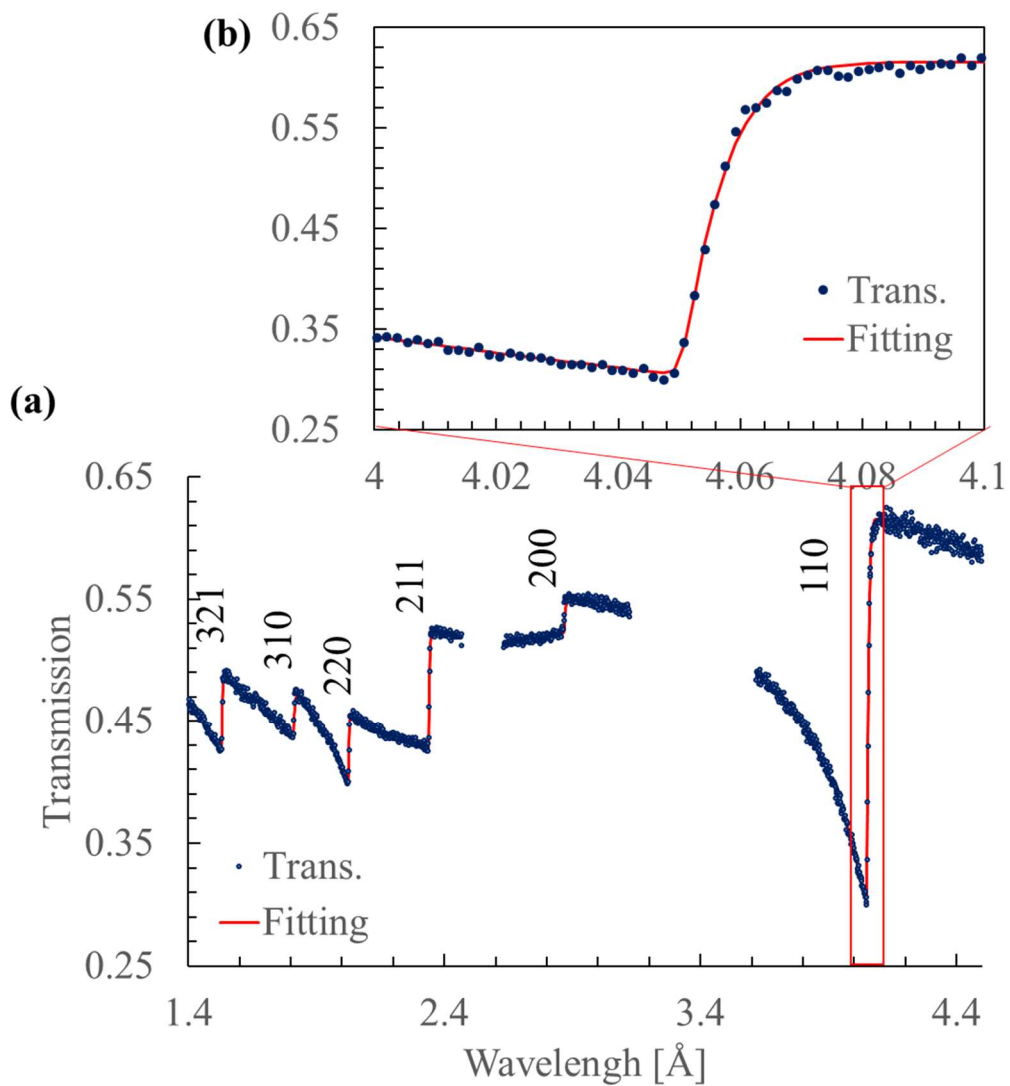


Fig. 3.10 エッチング試料(無ひずみ)ブラッグエッジスペクトル (a) 全体スペクトル. (b) (110)面エッジ拡大スペクトル. 点が実測点, 赤線がフィッティング結果を示す. 図中の添え字は回折面のミラー指数を示す.

Tab. 3.3 エッチング試料(無ひずみ試料)フィッティング結果

回折面	(110)	(200)	(211)	(220)	(310)	(321)
TOF [ms]	24.6277	17.4296	14.2196	12.3091	10.9997	9.2973
$2d_{hkl}$ [Å]	4.0502	2.8671	2.3395	2.0255	1.8103	1.5305
$\alpha_{hkl}$ [ms <sup>-1</sup> ]	1843.53	1483.12	2255.79	2498.77	1650.78	4096.02
$\beta_{hkl}$ [ms <sup>-1</sup> ]	29.34	29.42	59.71	75.33	29.40	68.65

### 3.3.1.2 重ね合わせ処理の効果に関する考察

空間分解能を最小限に抑え、中性子の統計数を向上させるため、同一条件で加工された複数の試料を同時に測定し、画像処理による重ね合わせ処理を行った。本節では、重ね合わせ処理による①空間分解能の劣化、②ひずみ計測精度の向上を、それぞれ定量的に考察したことを述べる。

#### ①空間分解能の劣化

打ち抜きクリアランス量1%の打ち抜き面のA-A', B-B'(Fig. 3.9参照)の透過率ラインプロファイルを図3.11に示す。画像の空間分解能を、エッジ高さの90%から10%までの幅と定義し、それぞれの空間分解能を比較した。

重ね合わせ処理していないA-A'の空間分解能は2.35 pix( $\equiv 130 \mu\text{m}$ )である。これは検出器の画素分解能  $55 \mu\text{m}$  に加え、試料の中性子入射方向に対する傾き、中性子の発散による影響が考えられる。試料と検出器の距離が  $20 \text{ mm}$  あり、 $L/D$  が  $395$  であることを考えると発散量は  $50 \mu\text{m}$ ( $\equiv 20 \text{ mm}/395$ )となり、画素分解能とあわせて妥当なオーダーである。

重ね合わせ処理したB-B'の空間分解能は2.51 pix( $\equiv 138 \mu\text{m}$ )であり、A-A'の空間分解能に比べ  $0.16 \text{ pix}$ ( $\equiv 8.8 \mu\text{m}$ )分増加している。この増加量が画像の重ね合わせ処理により生じた空間分解能の劣化分である。この要因は試料ごとの加工出来栄えによるばらつきが考えられる。打ち抜き加工の場合、加工後の断面形状の再現性が高いことから、検出器の画素分解能、中性子の発散に比べて、重ね合わせ処理による空間分解能劣化の影響は小さいといえる。

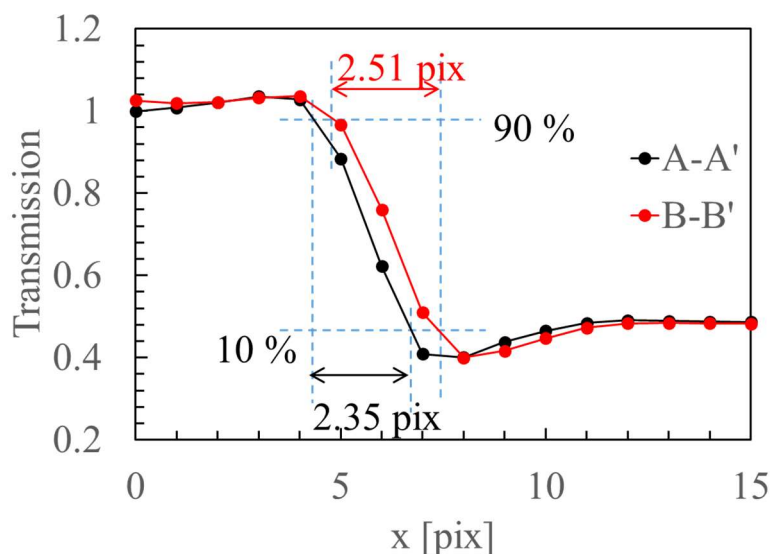


Fig. 3.11 A-A', B-B'(Fig. 3.9参照)透過率プロファイル。空間分解能を、エッジ高さの90%から10%までの幅と定義し評価。

## ②ひずみ計測精度の向上

Fig. 3.12 に、エッチング試料 1 pix (Fig. 3.9(b)点 C)の、重ね合わせ枚数を変えた(110)ブラッグエッジスペクトルとそのフィッティング結果を示す。数値はエッジ位置とフィッティング誤差( $2\sigma$ )を示す。いずれの結果においても RITS コードによるフィッティングは収束し、エッジ位置を算出できた。しかし、重ね合わせ枚数が少ないスペクトルでは実測データのばらつきが大きく、フィッティング誤差が大きい。重ね合わせ枚数の増加にともない、実測点のばらつきが低減し、フィッティング誤差が小さくなることが確認できる。

重ね合わせ枚数を変えたブラッグエッジスペクトルに対して、フィッティングによって得られた結晶格子面間隔 $d_{110}$ をもとに、式 3.9 を用いて各 pix のひずみを算出した。重ね合わせ枚数 1, 8, 24 枚のエッチング試料のひずみ計測値 2 次元分布を Fig. 3.13(a)に示す。また、各 pix のひずみ値のばらつき( $2\sigma$ )の値と重ね合わせ枚数の関係を Fig. 3.13(b)に示す。重ね合わせ枚数の増加にともない、ばらつきが大幅に低減している。1 枚の試料から算出したひずみ値のばらつき 1513  $\mu$ ST に比べ、24 枚の重ね合わせでひずみ値のばらつきは 186  $\mu$ ST となり、画像重ね合わせにより 1/8 以上のひずみ計測精度の向上を実現できた。

ただし、ひずみの計測精度の向上は重ね合わせ枚数が 16 枚で頭打ちとなる。これは中性子の統計以外の要因がひずみの計測精度を制限している主要因であることを示唆している。この要因の 1 つに中性子の波長分解能があげられる。本実験を実施した RADEN の波長分解能は 0.2%であり、ひずみに算出すると 200  $\mu$ ST に相当する。更なるひずみの計測精度には、より波長分解能の高いビームを用いることが効果的と考えられる。

以上の結果から、重ね合わせ処理で、空間分解能の劣化を最小限に抑えつつ、中性子の統計量を向上させ、高精度なひずみ計測を実現した。

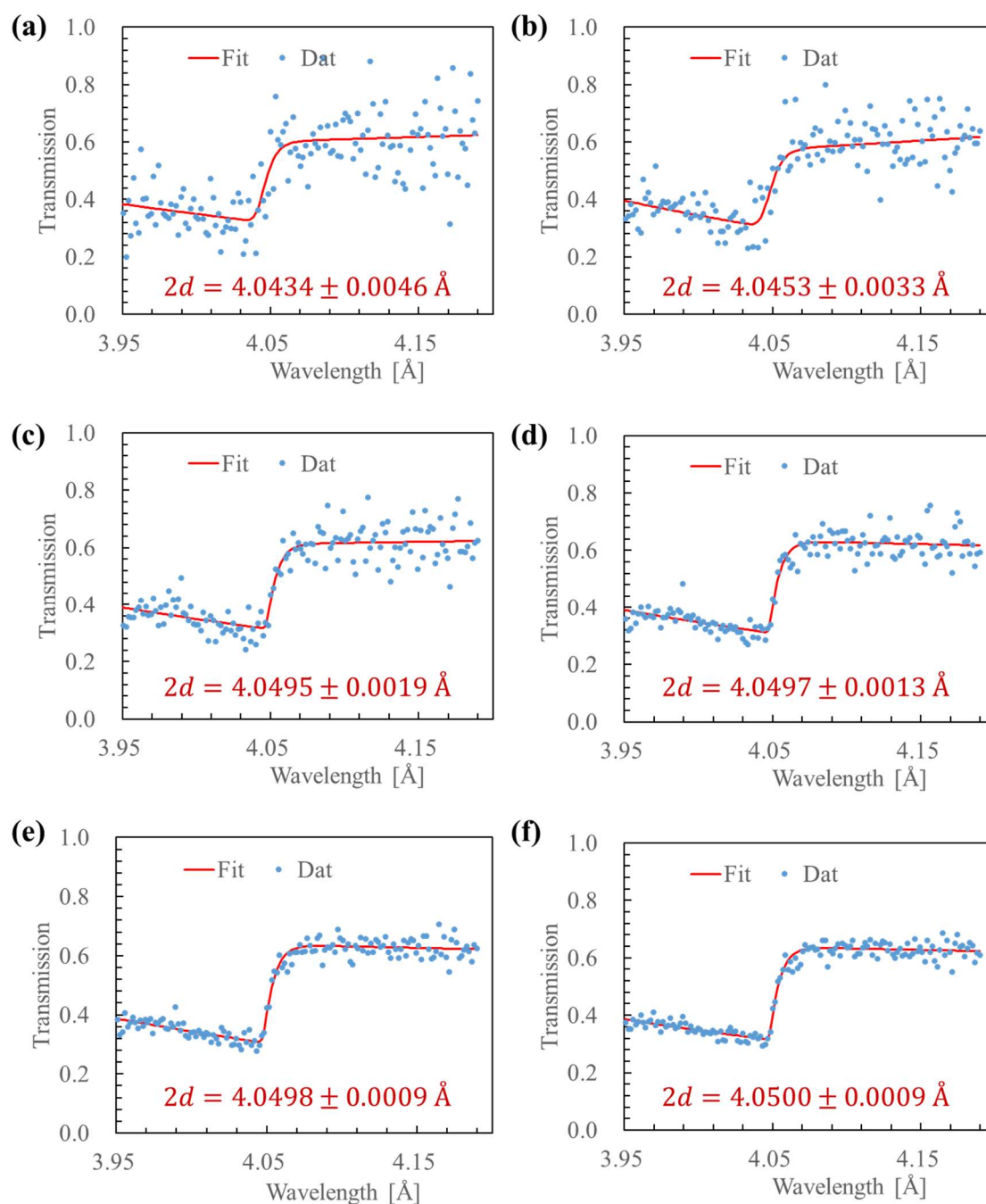


Fig. 3.12 エッチング試料 Fig. 3.9(b)中 C 点の(110)ブラッグエッジスペクトル. 点が実測点, 赤実線がフィッティング結果. 数値はエッジ位置とフィッティング誤差

- (a) 1 枚重ね合わせ
- (b) 2 枚試料重ね合わせ
- (c) 4 枚試料重ね合わせ
- (d) 8 枚試料重ね合わせ
- (e) 16 枚試料重ね合わせ
- (f) 24 枚試料重ね合わせ

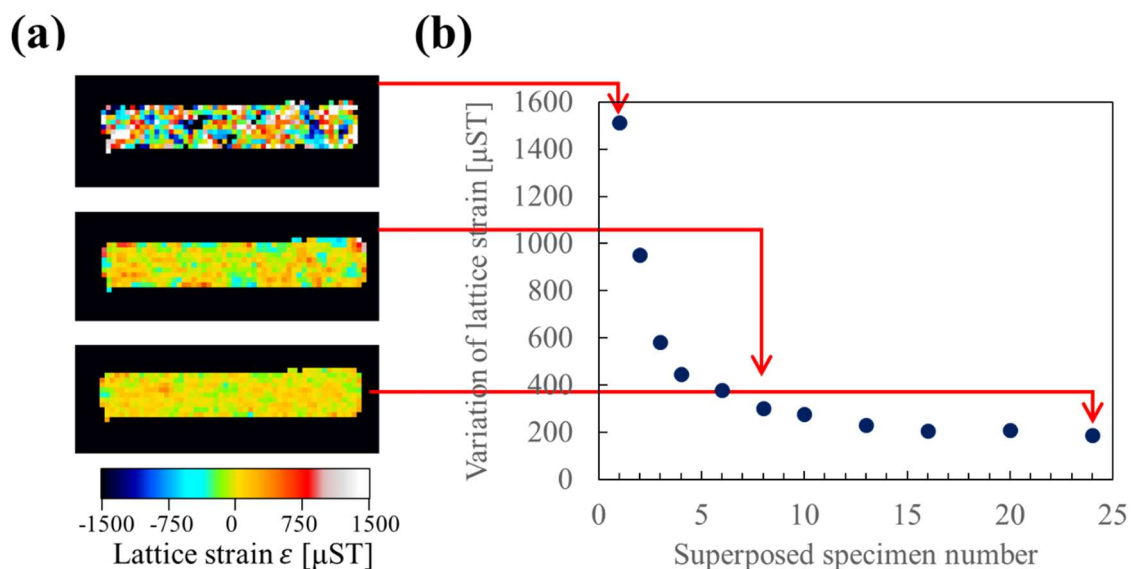


Fig. 3.13 (a) エッチング試料のひずみ計測値2次元分布 上から重ね合わせ枚数 1, 8, 24枚 (b) ひずみばらつきと重ね合わせ枚数の関係

### 3.3.1.3 残留ひずみ分布計測結果および考察

ひずみが最も広範囲に残留するクリアランス量 20 %試料の、打ち抜き面近傍(Fig. 3.9(c)中 D 点), コア内部(Fig. 3.9(c)中 E 点), それぞれの透過率スペクトルを Fig. 3.14 に示す. 打ち抜き面近傍の D 点では, コア内部の E 点に比べ, 全エネルギー領域で透過率が減少している. 打ち抜き面以外の試料界面でも同様の傾向が確認できたことから, これは試料界面による屈折の影響と考えられる. また, 各ブラッグエッジの短波長側で, 相対的に透過率が減少しており, (110)のエッジが最も特徴的である. これは加工にともなう結晶子サイズの微細化によって, 回折中性子の消衰効果(同一結晶子内で再度回折し, 回折強度が弱まる効果)が発生する確率が低減したことが原因と示唆される[13]. また, エッジ短波長側のエッジ形状も変化していることから, 加工によって集合組織も変化していることが示唆される. これらの特徴については, 後述する EBSD の結果と比較し, 妥当性を考察する.

Fig. 3.14(b)に, 各スペクトルの(110)ブラッグエッジを拡大した結果と, スペクトルに対してフィッティングした結果を示す. フィッティングによって決定した  $w_{110}$  の値は D, E の位置でそれぞれ  $0.0063 \pm 0.0016 \text{ \AA}$  と  $0.0016 \pm 0.0028 \text{ \AA}$  であり,  $2d_{110}$  の値は D, E の位置でそれぞれ  $4.0523 \pm 0.0010 \text{ \AA}$  と  $4.0494 \pm 0.0008 \text{ \AA}$  であった. 打ち抜き面近傍はコア内部に比べ, 格子面間隔の広がり, エッジの広がりが確認された. これらは加工にともない

残留したひずみの影響である。以下に、エッジの広がり分布，格子面間隔から算出するマクロひずみの分布について結果を示す。

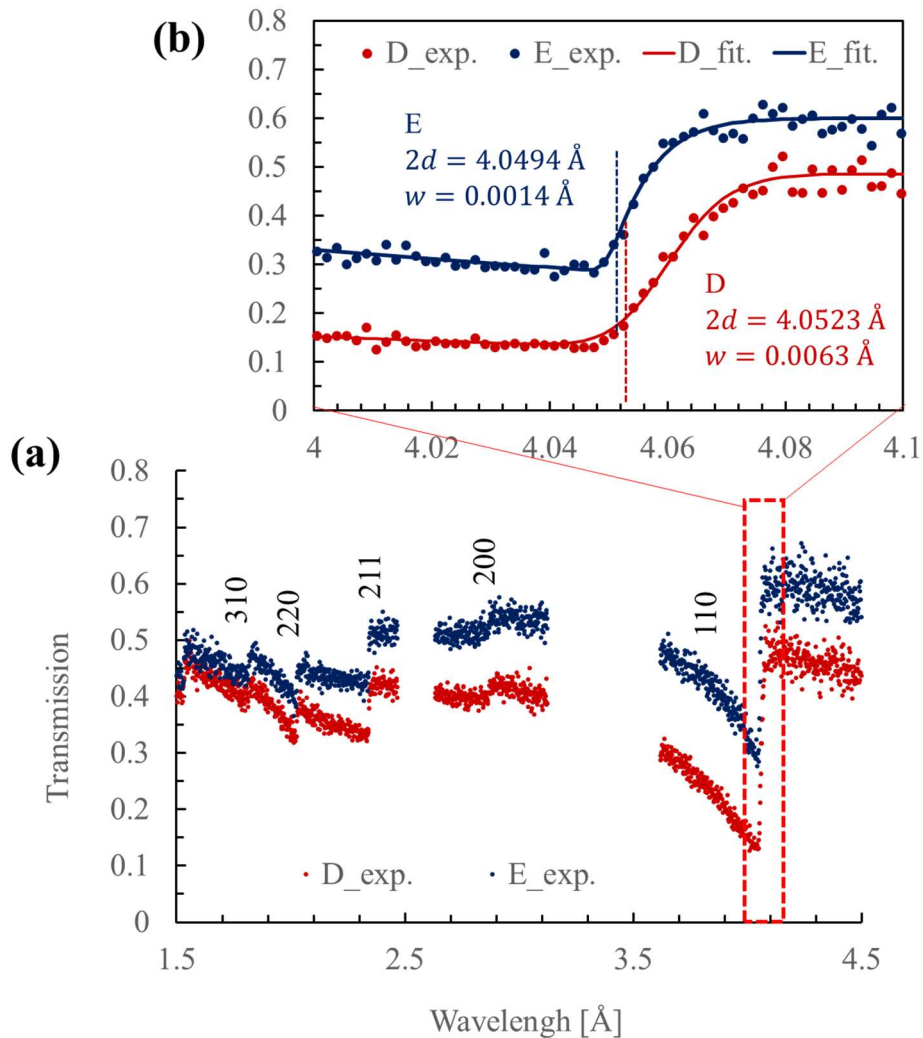


Fig. 3.14 クリアランス量 20%試料の D, E 点(Fig. 3.9(c)中)のブラッグエッジスペクトル (a) 全体プロファイル (b) (110)ブラッグエッジ 点は実測点，実線はフィッティング結果，図中の添え字は回折面のミラー指数を示す。

### ① エッジ広がり分布

Fig. 3.15(a)に，フィッティングによって得られたエッジ広がり $w_{110}$ の2次元分布を示す。また，Fig. 3.15(a')にクリアランス量 20%試料の打ち抜き面近傍拡大図をあわせて示す。無ひずみのエッチング試料は，試料全体でエッジの広がり確認されない。一方，打ち抜き試料では，すべての試料の打ち抜き面近傍でエッジの広がる領域が確認される。クリアランス量 20%試料の加工面近傍では，①打ち抜き方向に広がる強いエッジ広がり分布と②試



料上面に沿って延びる弱いエッジ広がり分布が確認できる。さらに、これらのエッジ広がり分布は、クリアランス量の増加にともない拡大する傾向が確認できる。このエッジの広がり分布は、結晶粒内のマイクロひずみと結晶子サイズに起因する。加工によって、加工面端部にマイクロひずみの残留、もしくは結晶子サイズの微細化、もしくはこれらの両方が生じていることが示唆される。

## ② マクロひずみ分布

Fig. 3.15(b)に、フィッティングによって得られた結晶格子面間隔 $d_{110}$ をもとに、式 3.9 を用いて算出したマクロひずみ $\varepsilon$ の 2 次元分布を示す。また、Fig. 3.15(b')にクリアランス量 20 %試料の打ち抜き面近傍拡大図をあわせて示す。エッチング試料のひずみは一様で、平均値は  $4.5 \mu\text{ST}$  であり、エッチング試料は無ひずみであることが確認できる。

打ち抜き試料では、打ち抜き面近傍に強い引張ひずみが確認できる。Fig. 3.15(b')に示すように、その分布は①打ち抜き方向に沿って端面に分布し、試料下部に高強度の引張ひずみを計測した。また、Fig. 3.15(b')に示すように②打ち抜き面に直交する方向に、試料上面に沿って分布する引張ひずみも確認できる。

ひずみの定量比較のため、Fig. 3.15 に実測した板厚中央の  $y = 0.25 \text{ mm}$  位置の  $x$  方向ひずみプロファイルを示す。打ち抜き面端部の引張ひずみ強度は、クリアランス量 1 %, 10 %, 20 %試料それぞれで  $891 \pm 330 \mu\text{ST}$ ,  $1225 \pm 360 \mu\text{ST}$ ,  $1210 \pm 342 \mu\text{ST}$  であり、クリアランス量 10 %, 20 %試料の引張ひずみ強度はクリアランス量 1 %の試料に比べ大きい。さらにその残留する空間的な領域は、クリアランス 1 %試料では打ち抜き端からおよそ  $140 \mu\text{m}$ , クリアランス量 10 %, 20 % 試料では  $250 \mu\text{m}$  であり(Fig. 3.16 中赤のハッチング領域)、クリアランス量の増加にともない拡大している。引張ひずみの残留領域については、打ち抜き面から板厚のほぼ半分の長さの領域で塑性変形が発生している先行研究と比較して妥当な結果といえる[2,25]。これらの局所に発生する引張ひずみ分布は、画像の重ね合わせ処理により、空間分解能の劣化なくひずみの計測精度を向上させ、ひずみ分布を計測したことで確認できた結果といえる。

過去の高エネルギー放射光を用いた非破壊による内部ひずみの計測では、③コア内部に広範囲に広がる弱い圧縮ひずみが報告されている[2]。1.3.1 節で述べたように、圧縮ひずみは引張ひずみに比べて鉄損への影響が大きいことから、このコア内部の圧縮ひずみの評価は重要である。しかし Fig. 3.15(b)のひずみ 2 次元分布では、この圧縮ひずみを明確には確認できない。そこで、得られたひずみ分布の値に対して  $5 \times 3 \text{ pix}$  の空間的移動平均処理を行った。結果を Fig. 3.17 に示す。クリアランス量 10 %, 20 %試料において、打ち抜き面からおよそ  $0.3 \sim 1.5 \text{ mm}$  の広範囲で、 $-200 \mu\text{ST}$  の圧縮ひずみが可視化された。従来の破壊をとまなう評価技術では、この微弱な圧縮ひずみは試料の前処理段階で開放され計測できない。この結果は、本手法の非破壊で計測可能な利点を活かした結果といえる。

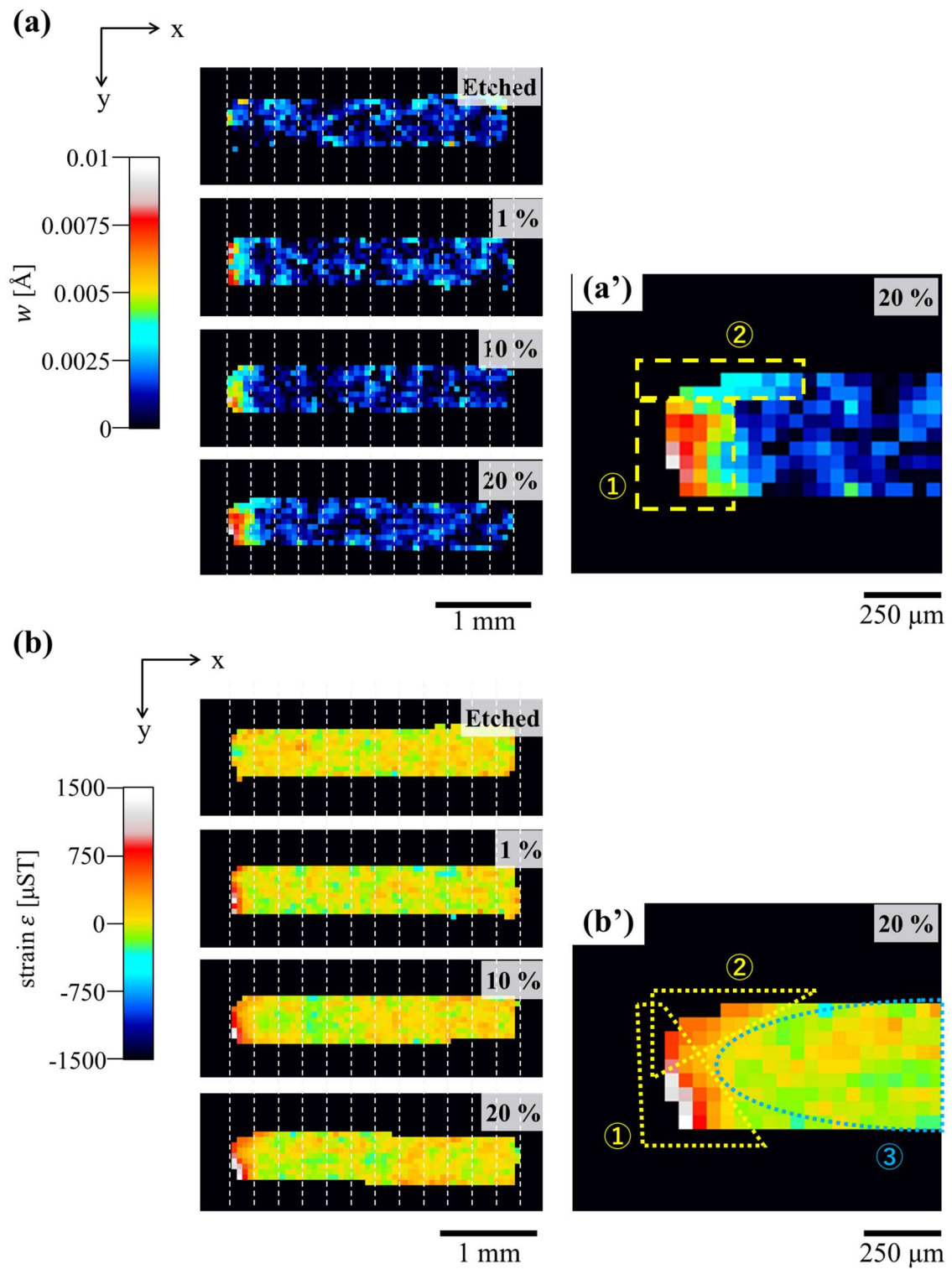


Fig. 3.15 (a) エッジ広がり 2次元分布 (b) マクロひずみ 2次元分布  
 白破線は打ち抜き面を基準に 250  $\mu\text{m}$  間隔で描写. Fig. 3.9(c)の透過像と対応

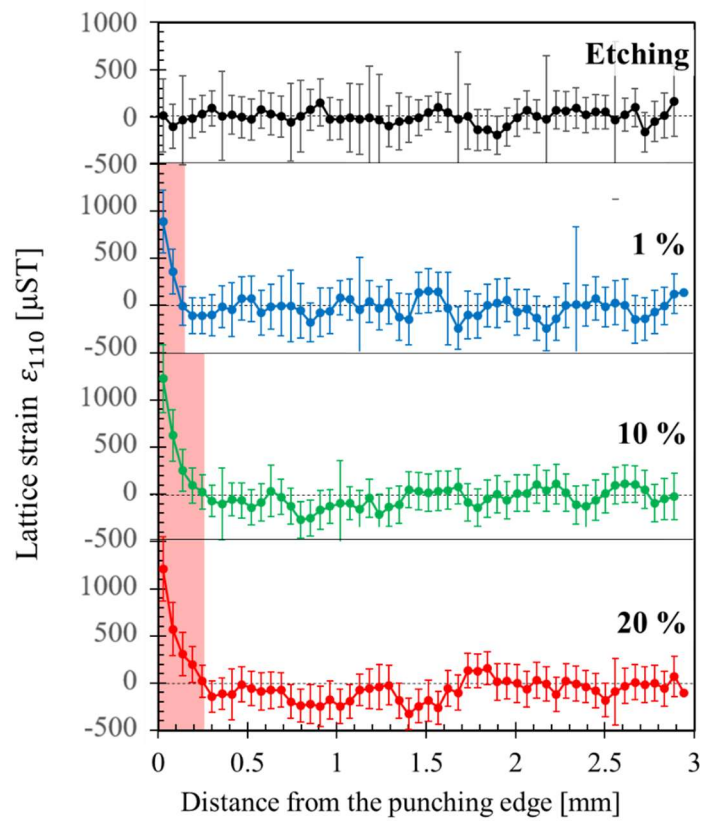


Fig. 3.16  $y = 0.25$  mm 位置の x 方向マクロひずみプロファイル

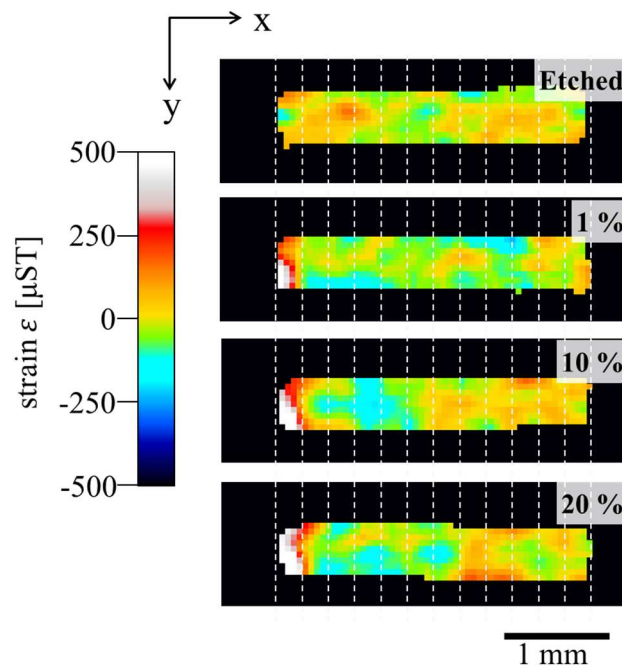


Fig. 3.17 マクロひずみ 2次元分布(Fig. 3.15(b))の移動平均結果( $5 \times 3$  pix)

### 3.3.2 EBSD 観察結果との比較および考察

中性子ブラッグエッジイメージングにて得られた結果の妥当性検証のため、中性子実験後の試料を EBSD にて観察した。EBSD は金属材料表面の結晶方位分布、マイクロひずみに関連のある局所方位差(KAM)をミクロンオーダーの高い空間分解能で取得が可能である。Fig. 3.18 に、観察位置と計測パラメータを示す。エッチング試料、打ち抜きクリアランス量 1 %、10 %、20 %、各水準の 1 試料、計 4 試料を観察した。試料の  $z = 4 \text{ mm}$  の位置をイオンミリング加工によって中性子でひずみ分布を取得した  $x$ - $y$  断面を切り出し、打ち抜き面周辺を観察した。装置は日立ハイテク製 FE-SEM SU7000, EDAX 社製 EBSD Velocity を用いた。

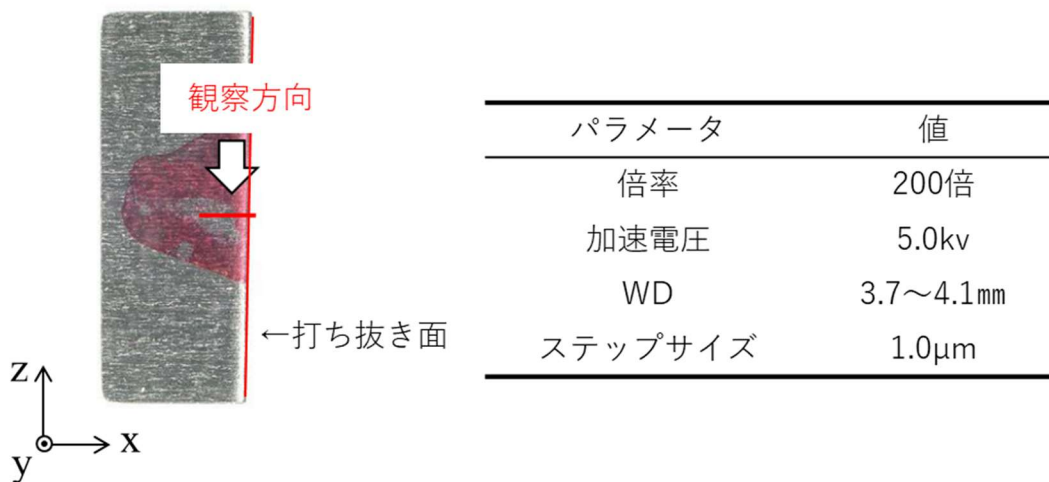


Fig. 3.18 EBSD 観察位置と計測パラメータ

Fig. 3.19 に各試料の SEM 像、中性子入射方向である  $z$  方向に関する結晶方位分布をあらわす IPF MAP, 局所方位差分布を示す KAM MAP を示す。すべての画像で、左側が打ち抜き面であり、画像上面から下面方向が打ち抜き方向である。

以下に、①形状的特徴、②集合組織、③マイクロひずみ分布について、中性子ブラッグエッジイメージングの結果と比較し、その妥当性を考察したことを述べる。

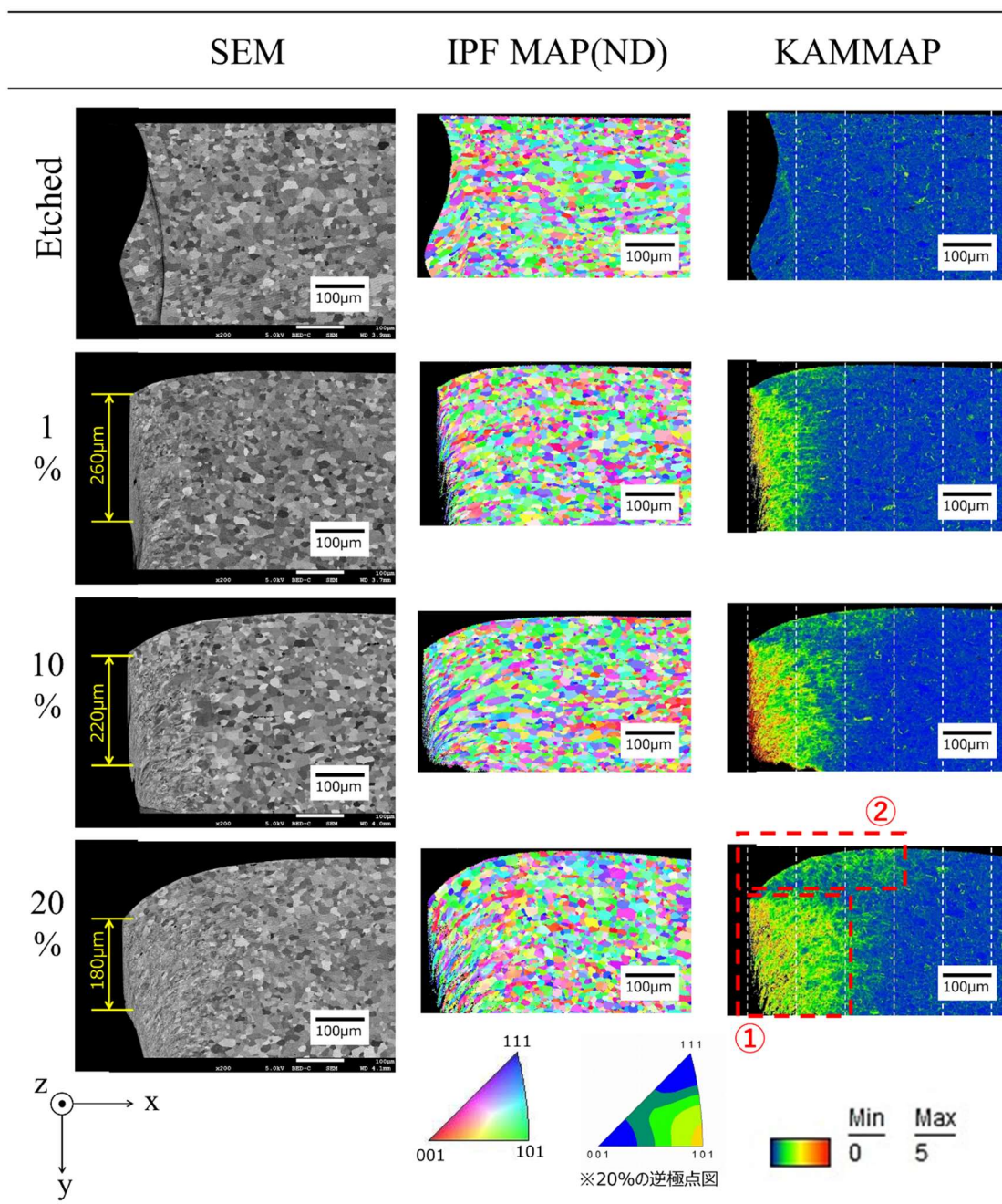


Fig. 3.19 EBSD 観察結果

① 形状的特徴

SEM 像から，打ち抜き断面の形状的特徴を確認する．エッチング試料は加工方法が他の試料と異なるので，他の試料と異なる形状を示す．Fig. 3.20(a)に一般的な打ち抜き断面(x-y 断面)の形状模式図を，Fig. 3.20(b)にクリアランス量 10%の打ち抜き面(y-z 面)の外観を示す．打ち抜き断面は，だれ，せん断面，破断面，バリに分類され，せん断面と破断面は打ち抜き面の外観，形状から判断できる．各面の幅は，加工条件によって大きく変化することが知られている．クリアランス量を増加させた場合，せん断面の幅が減少すると報告されている[12]．打ち抜き試料の各 SEM 像から，クリアランス量の増加にともない，せん断面の幅は減少する傾向が確認できる．その幅はクリアランス量 1%，10%，20%の時，それぞれ 260  $\mu\text{m}$ ，220  $\mu\text{m}$ ，180  $\mu\text{m}$  であった．形状的差異とともに，内部に残留するひずみ分布も大きく変化していると示唆される．

SEM 像と Fig. 3.9(c)に示す中性子透過像と比較すると，中性子透過像からは形状的特徴を明確には確認できない．中性子イメージングの分解能は 55  $\mu\text{m}/\text{pix}$  であり，SEM の分解能 1  $\mu\text{m}$  と比べて悪いことから，打ち抜き断面の形状的特徴を評価するのに中性子イメージングは適切な手法でない．

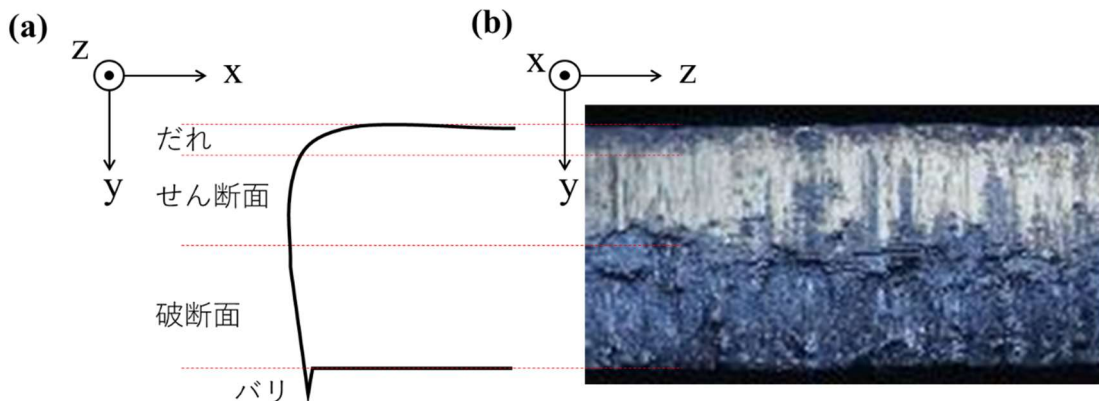


Fig. 3.20 打ち抜き面形状 (a) 打ち抜き断面(x-y 断面)模式図．Fig. 3.19 の SEM 像に対応．(b) クリアランス量 10%試料の打ち抜き面(y-z 断面)外観

## ② 集合組織

IPF MAP から、すべての試料で(110)の配向が存在している。クリアランス量 20%の集合組織をあらわす逆極点図を Fig. 3.19 下部に示す。Fig. 3.14 に示したブラッグエッジスペクトルはこの集合組織を反映したスペクトル形状であると考えられる。Fig. 3.21 に、打ち抜き面近傍の D 点(Fig. 3.9 参照), 試料内部の E 点(Fig. 3.9 参照), のブラッグエッジスペクトルと、中性子断面積計算ツール NXS [26]を用いて計算した(110)に配向した集合組織を考慮したブラッグエッジスペクトルを示す。4 Å 周辺の(110)のブラッグエッジ形状に着目すると、計算から求めたエッジ形状は、エッジ短波長側が鋭い形状となる。この形状は試料内部 E 点にて実測されたブラッグエッジ形状に近い。一方、加工点近傍 D 点のエッジ短波長側の形状は、より線形である。これは加工端点近傍では加工にともなう結晶回転が生じ、集合組織が弱くなったことが原因と考えられる。以上の結果から、ブラッグエッジ形状が試料の集合組織情報を反映していることを定性的に確認できた。

EBSD の観察結果から、加工部端面では、結晶粒の変形にともなう微細化が確認できる。この結果は、Fig. 3.21 に示すように、試料内部の E 点に比べ、加工部近傍の D 点で生じたブラッグエッジスペクトルのエッジ短波長側の透過率低下、加工端部周辺で生じたエッジの広がりを裏付ける結果といえる。

このブラッグエッジスペクトルの計算結果は実測のフィッティングではなく、任意の配向度で(110)に配向したスペクトルを定性的に計算したに過ぎない。実際の試料では(321)にもわずかに配向している。佐藤らが提案するフルスペクトルフィッティングを活用することで集合組織、結晶子サイズの定量的な分析が可能となる[27]。スペクトルからの結晶子サイズの定量化が実現できれば、エッジ広がり的重要因素である結晶子サイズの微細化とマイクロひずみを切り分けることが可能となる。

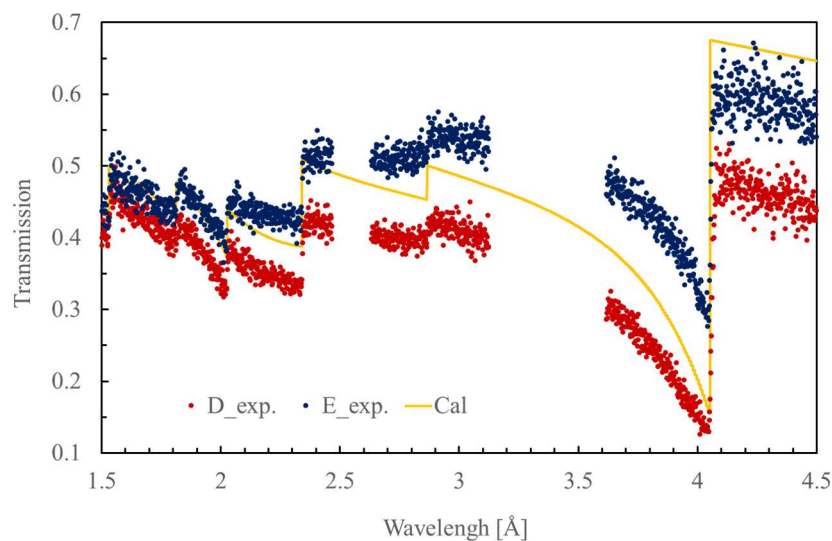


Fig. 3.21 クリアランス量 20%試料の D, E 点(Fig. 3.9(c)中)のブラッグエッジスペクトルと(110)に配向した集合組織を考慮した計算スペクトル

### ③ ミクロひずみ分布

EBSDのKAM値は、同一結晶粒内の隣接する画素間の局所的な方位差を表しており、金属結晶内のマイクロひずみに相関をもつ値である。そのため、KAM値は中性子ブラッグエッジイメージングにおけるエッジ広がりに近い情報を含んでいる(ブラッグエッジのエッジ広がりには結晶子サイズにも起因する)[28,29]。

Fig. 3.19に示すKAMMAPから、エッチング試料にはKAM値の高い領域は存在しない。これはエッチング試料にはひずみが残留していないことを示している。

打ち抜き試料には、すべての試料で打ち抜き面周辺にKAM値の高い領域が存在する。クリアランス量20%試料のKAMMAPから、KAM値の高い領域は①打ち抜き方向の下部に広がる領域と②試料上面のだれ部位に分布している様子が確認できる。この分布は、中性子ブラッグエッジイメージングにて得られたエッジ広がり $w_{110}$ の2次元分布(Fig. 3.15(a'))の分布と高い精度で一致する。

KAM値の高い領域は、クリアランス量1%、10%、20%の時、それぞれ打ち抜き面から100  $\mu\text{m}$ 、150  $\mu\text{m}$ 、250  $\mu\text{m}$ である。クリアランス量の増加にともない、その範囲が増加する傾向がある。この傾向はFig. 3.15(a)に示す中性子ブラッグエッジイメージングのエッジ広がり傾向と一致しており、その領域のオーダーも正しい。この結果から、ブラッグエッジイメージングのエッジ広がり、結晶子サイズの微細化、マイクロひずみの分布の両方が起因していると示唆される。

以上の結果から、EBSDによるKAMMAPと中性子イメージングのエッジ広がり分布の2次元分布を比較し、中性子ブラッグエッジイメージングにて得られた結果の妥当性を確認できた。



### 3.4 打ち抜き方向ひずみ計測

本節では、中性子ブラッグエッジイメージングを用いて、打ち抜き方向ひずみ分布を計測した結果を示す。打ち抜き面からの距離と、エッジ広がり、マクロひずみのプロファイルを示す。最後に、EBSD の評価結果と比較し、その結果の妥当性を考察したことを述べる。

#### 3.4.1 ブラッグエッジイメージング結果

##### 3.4.1.1 ブラッグエッジスペクトル解析

Fig. 3.22(a)に、打ち抜きクリアランス量 20 %試料の透過像を示す。この透過像は式 3.15 を用いて算出した。 $I_0(x, y, \lambda)$ ,  $I(x, y, \lambda)$ はそれぞれ 6.0 h, 12.0 h の時間で計測した。内径側面はエッチングで、外径側面は打ち抜きで加工した面である。外径のエッジ形状を円フィッティングすることで円中心座標を算出し、その座標を中心として極座標展開し、横軸角度 $\theta$ 、縦軸中心からの距離 $r$ の画像に変換した。その結果を Fig. 3.22(b)に示す。画像下側の端面が打ち抜き面、画像上側の端面がエッチング端面である。 $\theta$ 軸の分解能は 1.0 deg/pix,  $r$ 軸の分解能は 55  $\mu\text{m}/\text{pix}$  である。RITS によるブラッグエッジ解析はこの極座標展開した画像に対して実施する。

中性子統計量の向上を目的に、極座標展開後の透過像に対して横方向(角度 $\theta$ )  $\pm 30$  度分データの移動積算処理を行い、各 pix の透過率スペクトルを算出した。クリアランス量 20 %試料の打ち抜き面極近傍の A 点(Fig. 3.22(b)参照), 打ち抜き面からの距離 330  $\mu\text{m}$  の B 点(Fig. 3.22(b)参照), 打ち抜き面からの距離 1.5 mm のコア内部 C 点(Fig. 3.22(b)参照)における、それぞれの透過率スペクトルを Fig. 3.23(a)に示す。

(110)ブラッグエッジの短波長側のエッジ形状は、A,B,C 点でそれぞれ異なる形状を示す。コア内部の C 点では透過率が高く、上に凸の形状となる。一方、B 点, A 点と端部に近づくにつれ、透過率は減少し、無配向のエッジ形状へと変化している。これらのエッジ形状の変化は磁束方向ひずみ計測試料の EBSD の結果から考えて、加工による結晶子サイズの微細化、結晶回転により集合組織の緩和が原因と考えられる。

ひずみの算出に向け、本試料では(211)のブラッグエッジに着目した。理由として、磁化方向ひずみの試料で解析した(110)のブラッグエッジは、試料の集合組織の影響でエッジ高さが(211)に比べ低い点、bcc 構造の $\alpha\text{-Fe}$  試料では(110)と同様に(211)の回折は第 2 種ひずみ(1 結晶粒内の平均応力)の影響を受けにくい点[30]、応力に対する各結晶面の格子ひずみの感度をあらかず中性子回折弾性係数が(110)と(211)は同じであることから、磁束方向ひずみ試料の計測結果と定量的に比較可能な点があげられる[31,32]。

Fig. 3.23(b)に、(211)ブラッグエッジを拡大した結果と、各スペクトルのフィッティング結果を実線で示す。なお、フィッティング時の $\alpha_{hkl}$ 、 $\beta_{hkl}$ の値は3.3.1.1節で述べた方法と同様に、エッチング試料の全体スペクトルから、あらためて算出した値を用いている。フィッティングによって決定した $2d_{211}$ の値はA、B、C点の位置でそれぞれ $2.3397 \pm 0.0011 \text{ \AA}$ 、 $2.3390 \pm 0.0004 \text{ \AA}$ 、 $2.3395 \pm 0.0004 \text{ \AA}$ であった。また、 $w_{211}$ の値は $0.0057 \pm 0.0018 \text{ \AA}$ 、 $0.0018 \pm 0.0008 \text{ \AA}$ 、 $0.0012 \pm 0.0009 \text{ \AA}$ であった。誤差の値はパラメータフィッティング時の $2\sigma$ を示す。打ち抜き面から $330 \mu\text{m}$ 離れたB点で結晶格子面間隔の減少が確認され、また打ち抜き面に近づくにつれエッジの広がりが増加していく様子が確認された。

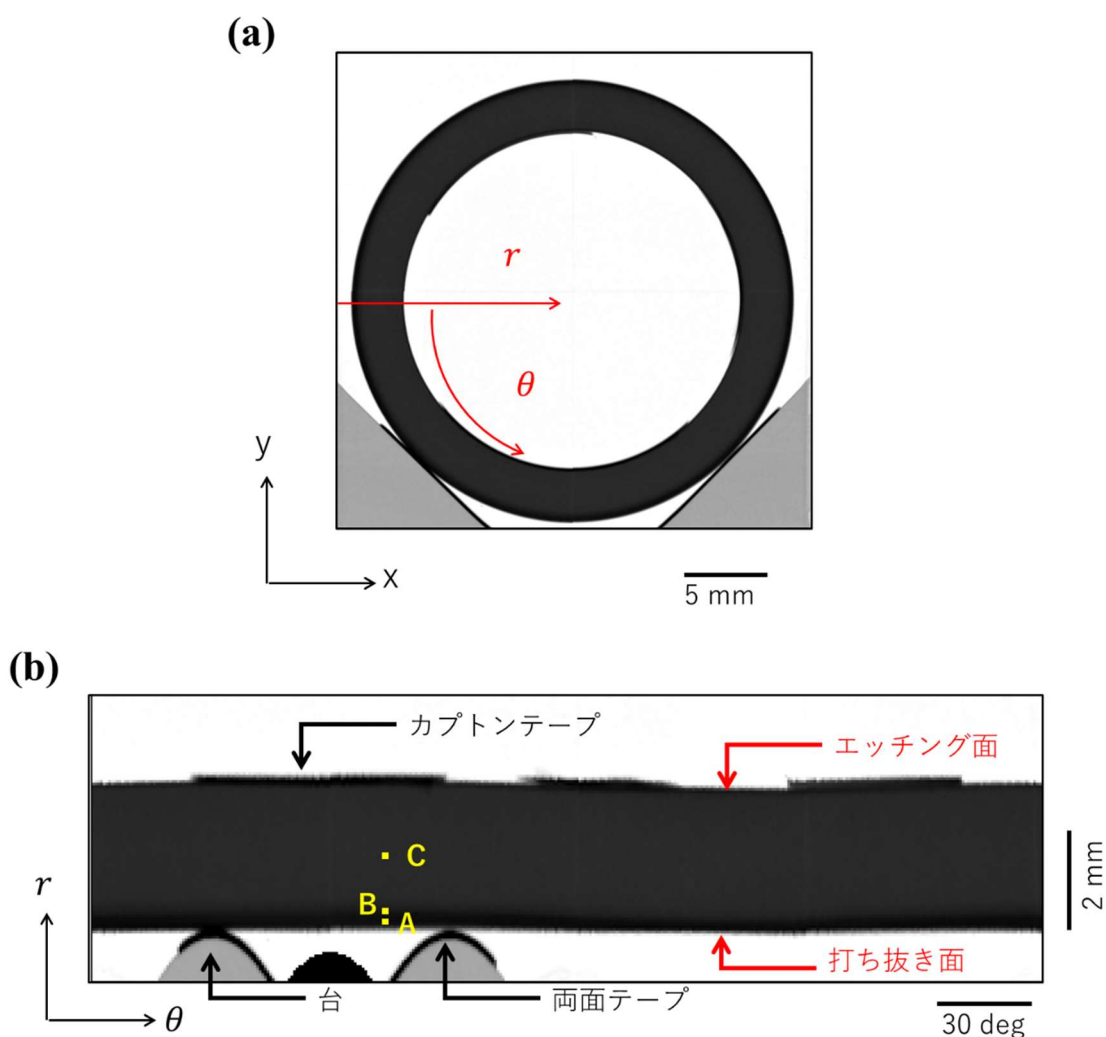


Fig. 3.22 打ち抜き方向ひずみ測定試料 クリアランス量 20% 試料透過像  
 (a) 取得透過像 (b) 極座標展開後の透過像 横軸が角度、縦軸が中心からの距離

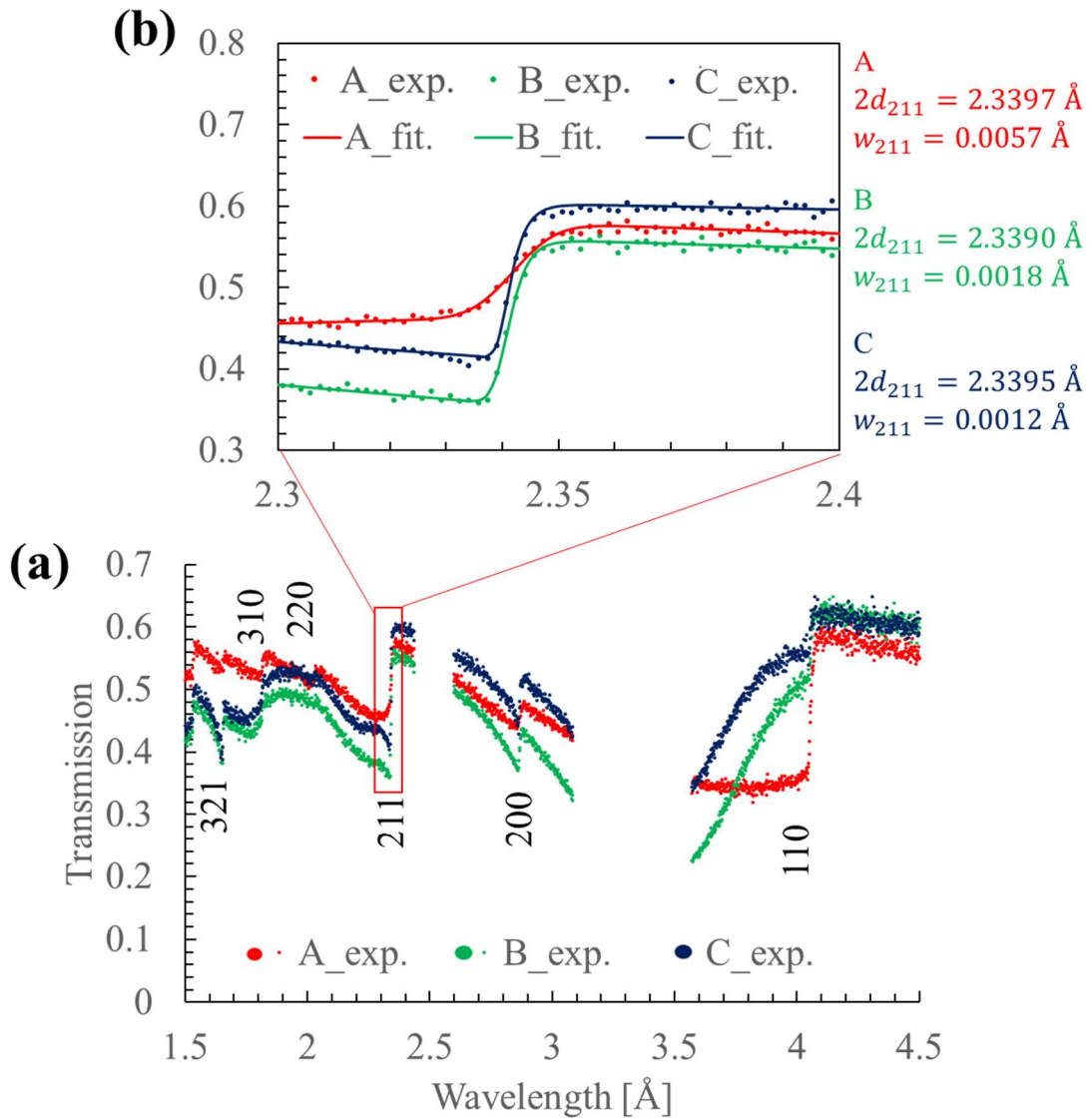


Fig. 3.23 A, B 点, C 点(Fig. 3.22(b)中)のブラッグエッジスペクトル

(a) 全体プロファイル (b) (211)ブラッグエッジ 点は実測点, 実線はフィッティング結果

### 3.4.1.2 残留ひずみ分布計測結果および考察

各試料の透過像に対して, シングルエッジフィッティングを行い, エッジ広がり  $w_{211}$  と結晶格子面間隔  $d_{211}$  の 2 次元分布を算出した. 以下に, エッジ広がり分布, 格子面間隔から算出したマクロひずみの分布について結果を示す.

① エッジ広がり分布

Fig. 3.24 に、フィッティングによって得られたエッジ広がり  $w_{211}$  の 2 次元分布を示す。無ひずみのエッチング試料は、試料全体においてエッジの広がり確認されない。一方、打ち抜き試料では、すべての試料で打ち抜き面近傍でエッジの広がりが確認される。これは、磁束方向ひずみ計測試料の結果と同様に、打ち抜きに起因するマイクロひずみの残留、結晶子サイズの微細化に起因していると示唆される。

また、すべての試料において 0 度、120 度周辺はエッジ広がり領域が大きい。一方、270 度周辺はその領域が小さくなる。すべての打ち抜き試料で同じ傾向を示すことから、加工に用いた型特有の特徴が原因と考えられる。

Fig. 3.25 に、エッジ広がり値を 360 度分平均化し、打ち抜き面からの距離のプロファイルを出した各試料の結果を示す。クリアランス量の増加にともない、エッジが広がる領域が拡大している (Fig. 3.25 中赤ハッチング領域)。これはマイクロひずみが残留する領域が拡大することに起因していると示唆され、磁束方向ひずみ計測試料の結果とも一致する。

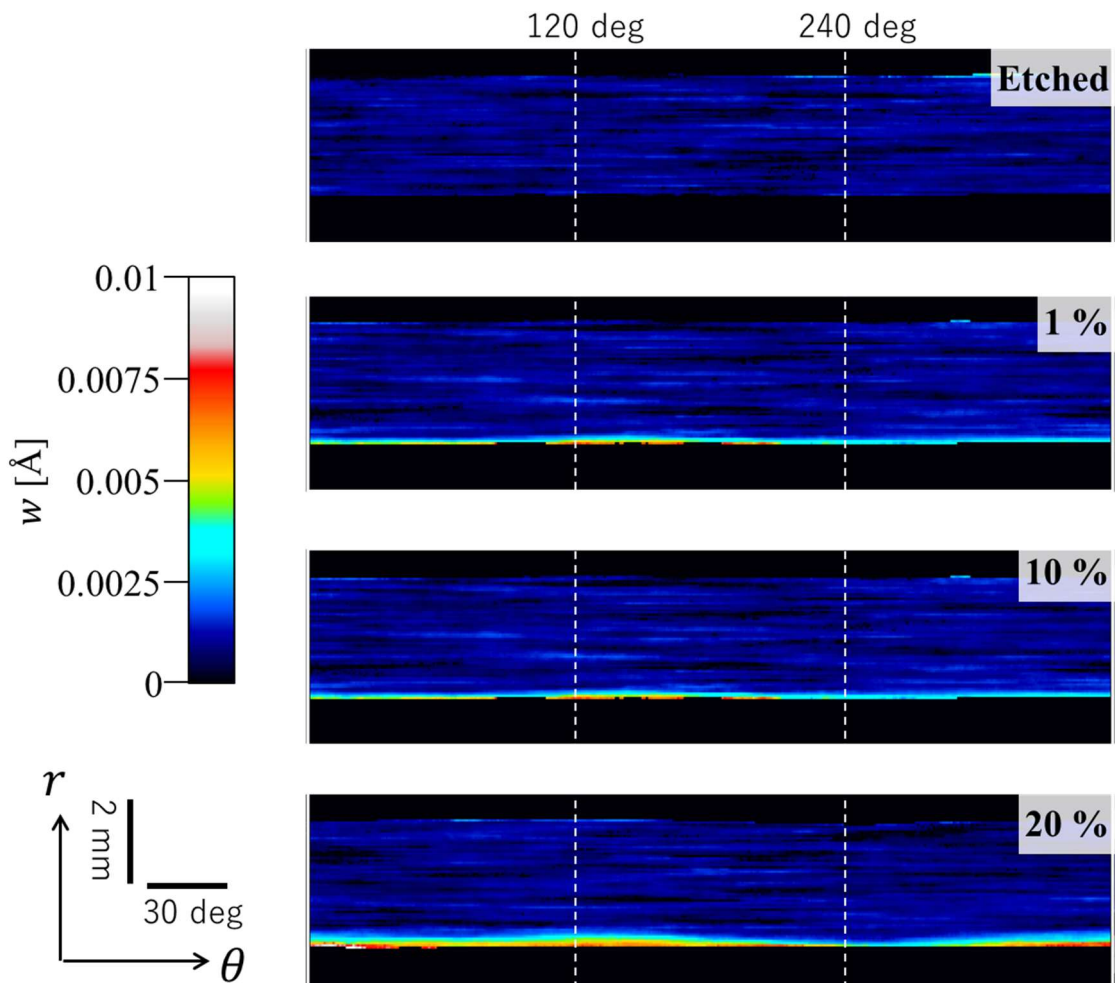


Fig. 3.24 エッジ広がり 2 次元分布 Fig. 3.22(b)の透過像と対応

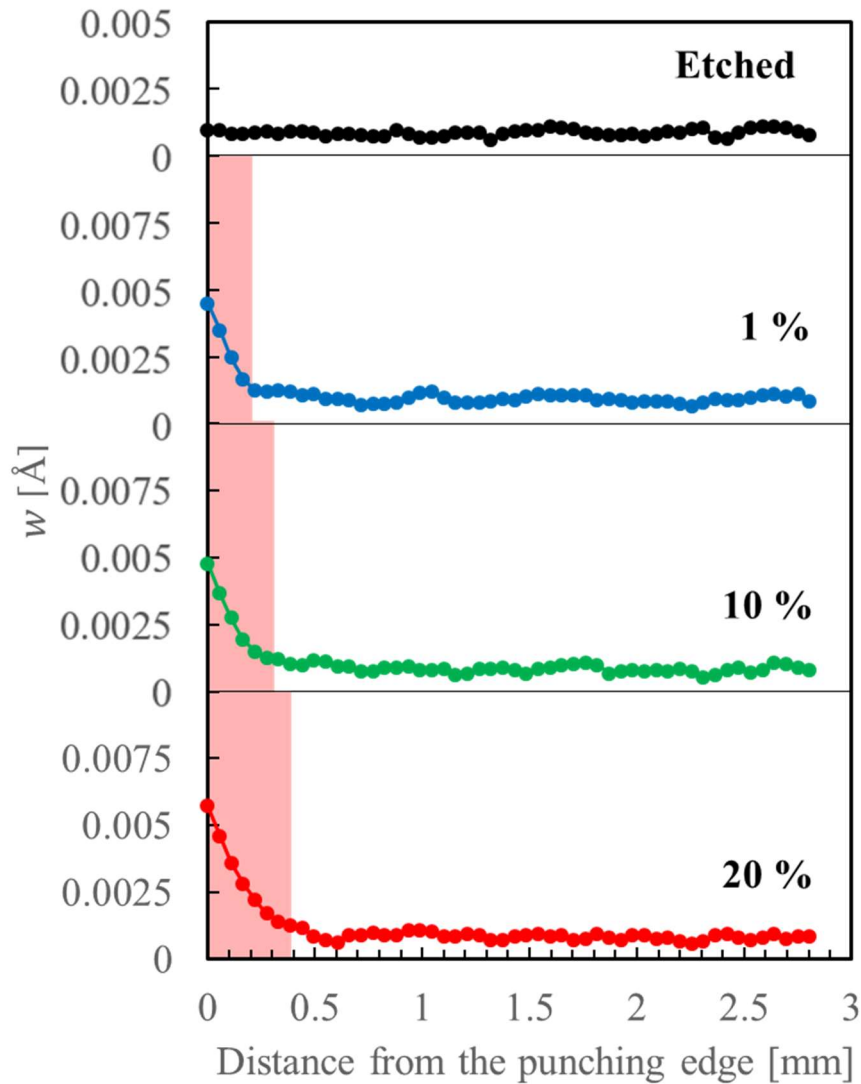


Fig. 3.25 打ち抜き面からの距離とエッジ広がりのプロファイル(360度分平均化した結果)

## ② マクロひずみ分布

Fig. 3.26 に、フィッティングによって得られた結晶格子面間隔 $d_{211}$ をもとに、式 3.9 を用いて算出したマクロひずみ $\varepsilon$ の 2 次元分布を示す。すべての試料で画像の横方向(試料周方向)に筋状のノイズが存在する。これは試料周方向に移動積算処理した結果生じたアーチファクトと考えられる。

エッチング試料のひずみの平均値は $-0.9 \mu\text{ST}$ 、ばらつきは  $134.9 \mu\text{ST}(2\sigma)$ であった。エッチング試料は無ひずみであることが確認できる。

打ち抜き試料の結果から、クリアランス量 20 % 試料で打ち抜き面近傍に顕著な圧縮ひずみが確認できる。その周方向の分布は、マイクロひずみの分布と同様に、0 度、120 度周辺で残留するひずみは強く、270 度周辺で残留するひずみは弱い。

算出したひずみの値を 360 度分平均化し、打ち抜き面からの距離のプロファイルを算出した各試料の結果を Fig. 3.27 に示す。エッチング試料では見られない、打ち抜き面近傍の圧縮ひずみがすべての打ち抜き試料で確認できる。その強さはクリアランス量に依存せず最大-200  $\mu\text{ST}$  の圧縮ひずみである。その領域はクリアランス量 1 % 試料の場合、端部から 200 $\mu\text{m}$  程度、クリアランス量 10 %、20 % 試料の場合、端部から 300 $\mu\text{m}$  程度の領域に残留している (Fig. 3.27 中青ハッチング領域)。また、圧縮ひずみの内側に弱い引張りひずみが確認された (Fig. 3.27 中赤ハッチング領域)。この結果は、過去の高エネルギー放射光を用いた内部ひずみの報告と一致する [2]。

以上のように、試料の周方向の計測結果を平均化することで、打ち抜き面からの距離と打ち抜き方向のひずみの関係を高精度に取得できた。

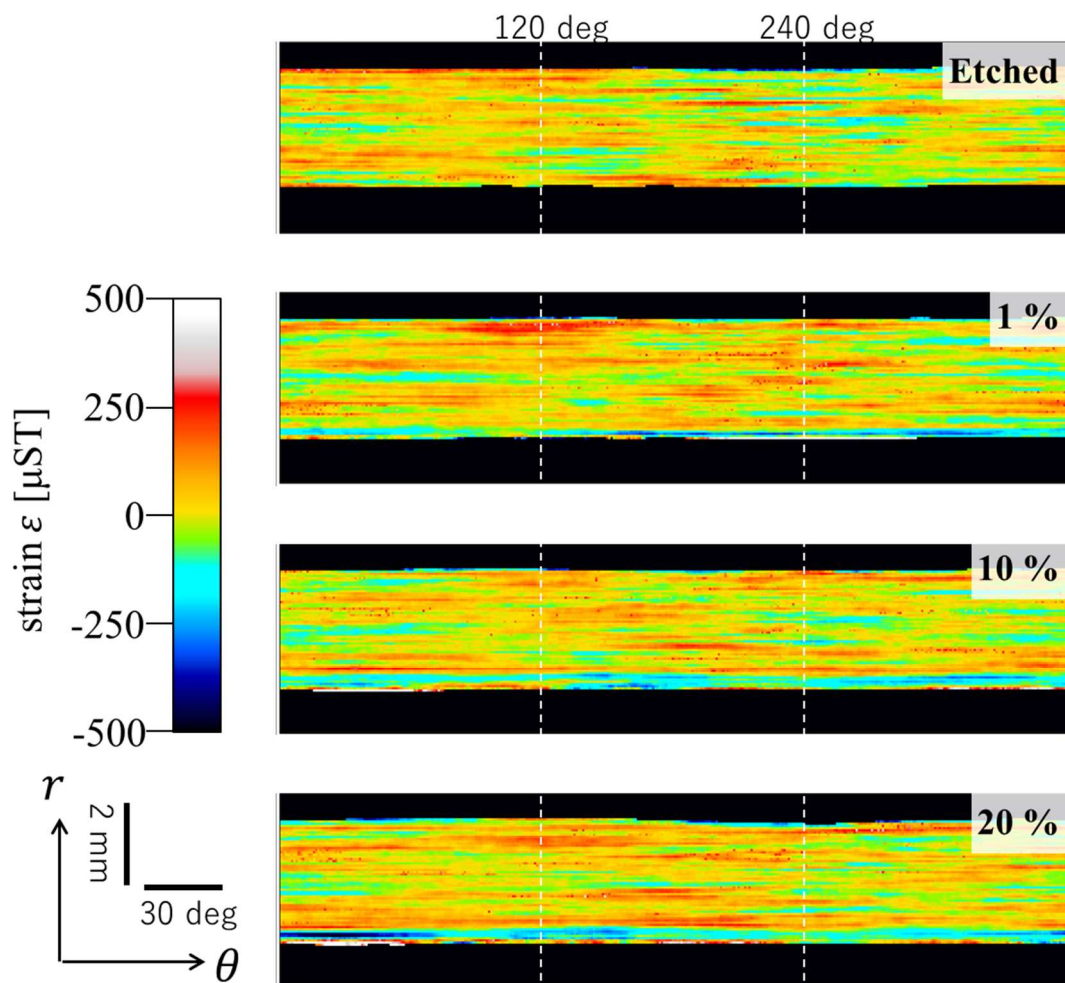


Fig. 3.26 マクロひずみ 2 次元分布 Fig. 3.22(b)の透過像と対応

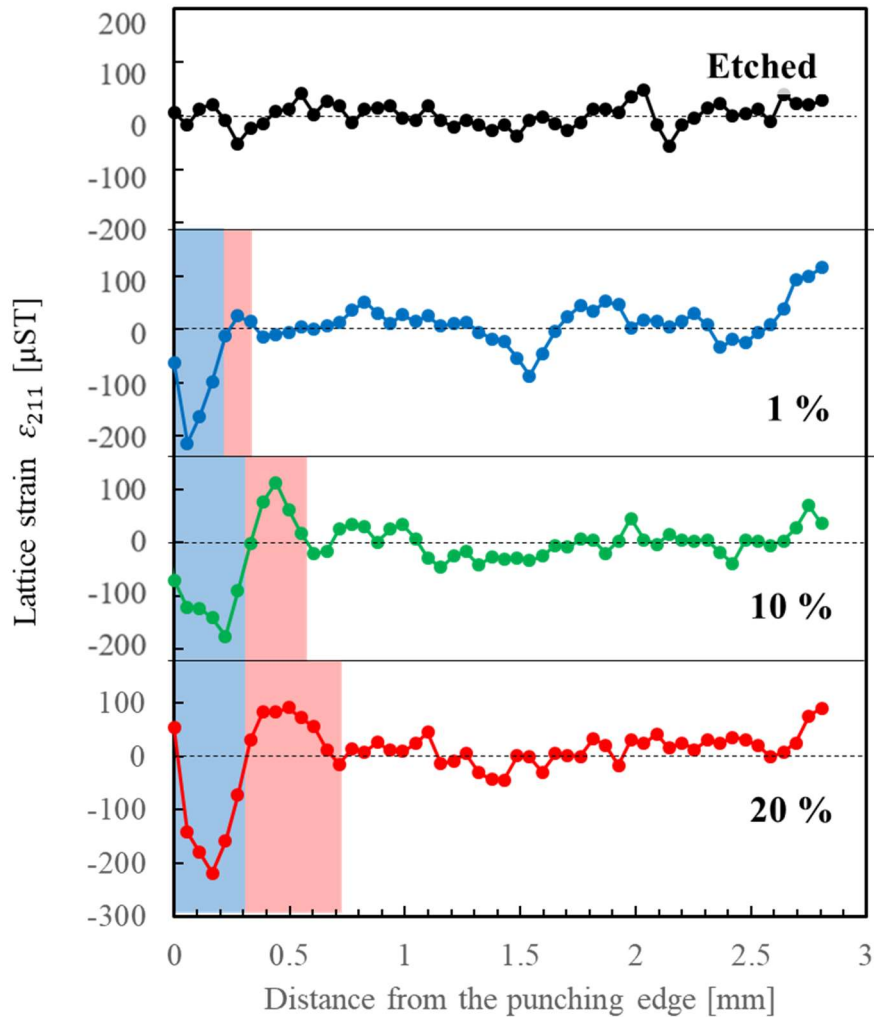


Fig. 3.27 打ち抜き面からの距離とマクロひずみのプロファイル(360度分平均化した結果)  
青ハッチング領域, 赤ハッチング領域はそれぞれ圧縮, 引張ひずみの領域を示す.

### 3.4.2 EBSD 観察結果との比較および考察

中性子ブラッグエッジイメージングの結果の妥当性を検証するため, 中性子実験後の試料の金属材料組織を, EBSD を用いて観察した. 計測装置, パラメータは Fig. 3.18 に示したものと同一である. 観察位置を Fig. 3.28 に示す. エッチング試料, 打ち抜きクリアランス量 1%, 10% については, 各水準の角度 90 度の位置(Fig. 3.24 参照)を測定した. また打ち抜きクリアランス量 20% の試料については, 角度 90 度, 270 度の位置(Fig. 3.24 参照)の 2 か所を観察した. 90 度位置, 270 度位置は中性子ブラッグエッジイメージングの結果でそれぞれエッジ広がる領域が広い位置と狭い位置である.

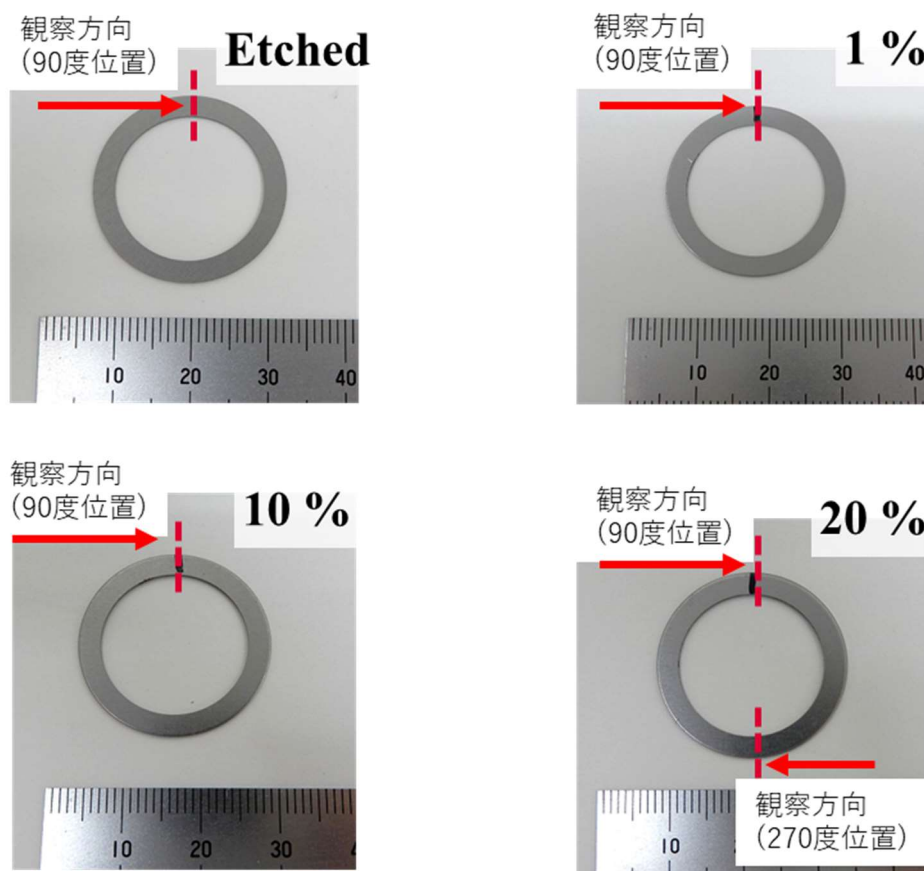


Fig. 3.28 EBSD 観察位置

Fig. 3.29 に、各観察位置の SEM 像、中性子入射方向である  $z$  方向に関する IPF MAP, KAM MAP を示す。すべての画像で、左側が打ち抜き面、下方向が打ち抜き方向である。

SEM 像からクリアランス量の差による形状の差は、磁束方向ひずみ測定試料の EBSD 結果と同じ傾向であることを確認した。KAM MAP で確認されるマイクロひずみ分布は、磁束方向ひずみ測定試料の EBSD 結果と同様に、クリアランス量の増加にともなう残留ひずみ領域の拡大が確認できる。これは中性子ブラッグエッジイメージングの結果(Fig. 3.25)とも一致する。リング状の打ち抜き加工と板状の打ち抜き加工は、加工の形状出来栄え、内部ひずみ分布について同じ状態であると考えられる。

クリアランス量 20% 試料の KAM MAP から、270 度位置に比べ 90 度位置が KAM 値の大きい領域が広い。これは Fig. 3.24 に示す中性子ブラッグエッジイメージングの結果と一致する。中性子ブラッグエッジイメージングで得られる 2 次元ひずみ分布の結果は、従来の 1 断面のみを切り出して評価する破壊的手法では得られない結果であり、本手法の有効性を示す結果といえる。



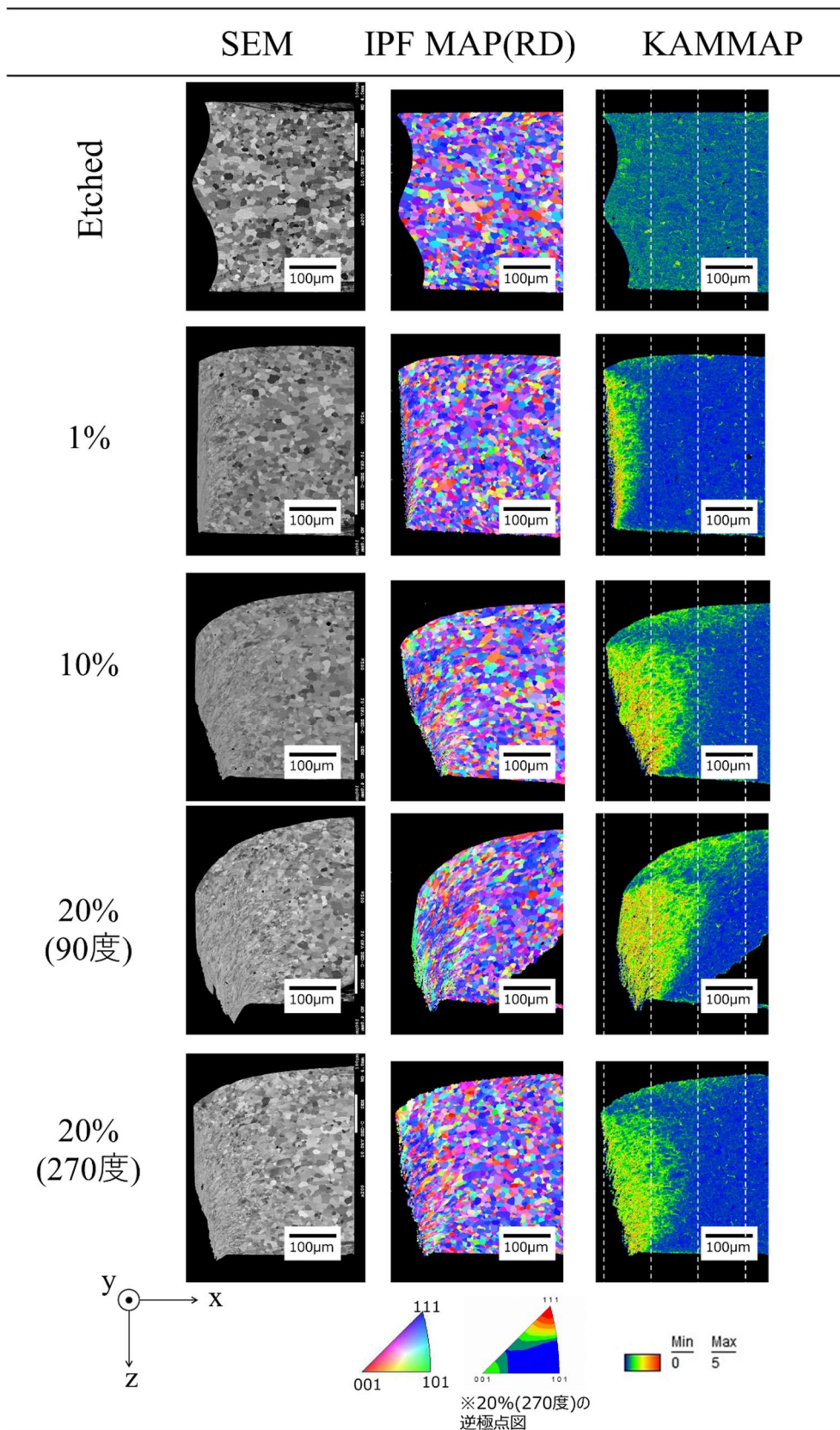


Fig. 3.29 EBSD 観察結果

中性子入射方向である  $z$  方向の IPF MAP から、すべての試料で(111)に強い配向が確認できる。クリアランス量 20 % (観察位置 270 度) の逆極点図を Fig. 3.29 下部に示す。Fig. 3.30 に、各位置のブラッグエッジスペクトル (Fig. 3.23(a) 参照) にあわせて、中性子断面積計算ツール NXS [26] を用いて計算した (111) に配向した集合組織の場合のブラッグエッジスペクトルを示す。Fig. 3.21 の結果と同様に、あくまで定性的な比較として記載する。

4.0 Å 周辺の(110)ブラッグエッジ短波長側の形状に着目すると、実測された B 点、C 点のブラッグエッジ形状は、計算にて求めたブラッグエッジ形状と同様の傾向を示している。実測したブラッグエッジスペクトルがコア内部の集合組織を反映した形状であることが定性的に確認できる。一方、打ち抜き面近傍の A 点のスペクトルはエッジ短波長側の形状が他のスペクトル形状と大きく異なる。これは、打ち抜き面近傍で加工によって結晶回転が生じ、集合組織が弱くなったことが示唆される。EBSD の結果 (Fig. 3.29) から、クリアランス量が 20 % 観察位置 90 度の打ち抜き面近傍で、極先端で結晶回転により集合組織の変化が確認できる。これはブラッグエッジのスペクトル形状変化を裏付ける結果といえる。

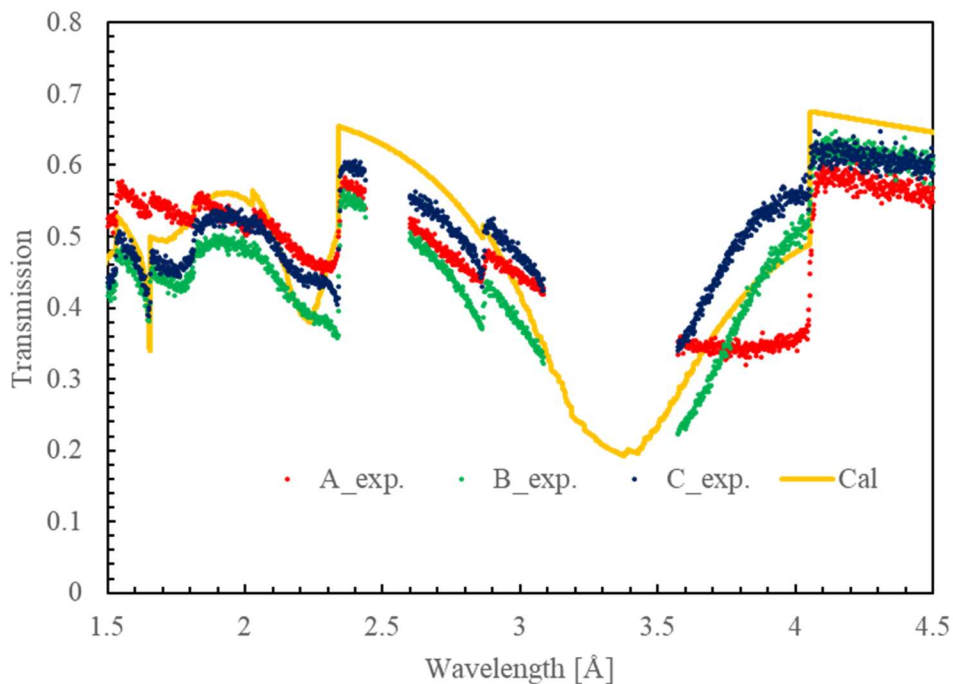


Fig. 3.30 クリアランス量 20 % 試料の A, B, C 点 (Fig. 3.22(b) 中) のブラッグエッジスペクトルと(111)に配向した集合組織を考慮した計算スペクトル

### 3.5 鉄損値との比較

実測したひずみ分布の磁気特性の面からの裏付けを目的に、リング形状の打ち抜き方向ひずみ計測試料を用いて鉄損を計測した。交流磁気特性試験装置(メトロン技研製 SK220)を用いて、最大飽和磁束 1.0 T 周波数 50 Hz の際の鉄損量 W10/50, 最大飽和磁束 1.5 T 周波数 50 Hz の際の鉄損量 W15/50 を計測した。鉄損値は取得したヒステリシス曲線の面積と定義している。Fig. 3. 31 に結果を示す。鉄損量はエッチング試料にて各条件で計測された鉄損量で規格化した値を示す。

エッチング試料に比べ、打ち抜き加工試料はいずれも鉄損値が 10~20%ほど増加している。その増加量は打ち抜きクリアランス量の増加にともない増加する傾向がある。最大飽和磁束が増加した際に、鉄損の増加がより顕著になった結果は、端部の引張ひずみによる磁気抵抗の増加が、コア内部の磁束密度の増加につながり、内部に残留する圧縮ひずみの影響がより顕著になったことが原因と考えられる。打ち抜き端部に残留する引張ひずみ、コア内部に広範囲に発生する圧縮ひずみ両方が鉄損を増加させる要因である。

鉄損の実測結果は、中性子によるひずみ分布計測の結果と比べて整合性があり、中性子による計測結果を裏付ける結果となった。本研究で着目したクリアランス量という加工パラメータに絞った場合、クリアランス量を小さくするほど残留ひずみが少なくなり、鉄損が小さくなるといえる。ただし、クリアランス量を小さくすると加工にともなう刃具の摩耗や損傷が増加する[33]。刃具摩耗の増加は生産性の低下、加工費の増加につながる。そのため、磁気特性と生産性の両面から加工パラメータを最適化することが重要である。

材料内部に残留するひずみが鉄損に与える影響を把握する解析手法が土井らによって提案されている[3]。中性子ブラッグエッジイメージングで取得した残留ひずみ分布の実測データは、これらの解析技術の妥当性検証、精度向上に有効なデータといえる。

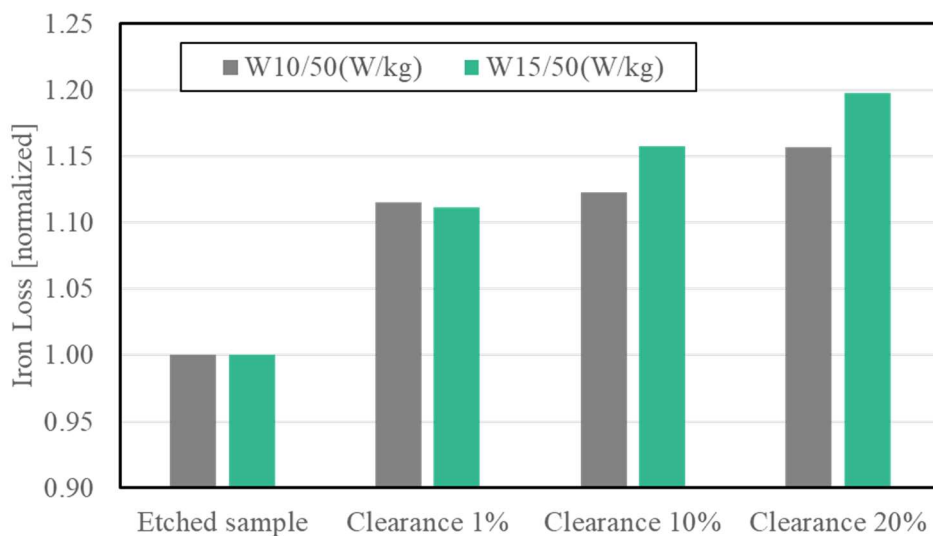


Fig. 3.31 鉄損計測結果 値はエッチング試料の鉄損量で規格化

### 3.6 加工解析による内部ひずみ分布推定

中性子や高エネルギー放射光といった大型施設を必要とする量子ビームの場合、ビームタイムに制限があることから、多くの水準を測定することは現実的でない。実測結果を活用し加工解析技術の妥当性検証、解析精度向上への活用が期待される。

本節では、加工解析を用いて推定した内部残留ひずみ分布の結果と、中性子ブラッグエッジイメージングにて取得した内部残留ひずみ分布の比較を通して、解析結果の妥当性を考察したことを述べる。

#### 3.6.1 解析条件

Fig. 3.32 に加工解析の概要、Tab. 3.4 に、加工解析の条件一覧を示す。打ち抜き解析条件は、磁束方向ひずみ測定試料を想定して、パンチ、ダイ、しわ押えを設けた加工モデルを打ち抜きクリアランス量 1 %、10 %、20 %の各水準で計算した。解析ソフトは塑性加工シミュレーションソフト FORGE[34]を用い、2次元モデルで解析した。

材料の破断条件として、材料パラメータである破壊臨界値 $C$ を以下の Cockcroft-Latham の式[35]を用い定義した。

$$C = \int_0^{\bar{\varepsilon}_f} \rho_{\max} d\bar{\varepsilon} \quad (3.16)$$

$\rho_{\max}$ は最大応力、 $\bar{\varepsilon}$ は相当塑性ひずみ、 $\bar{\varepsilon}_f$ は破断時の相当塑性ひずみを示す。この式は最大応力の変形履歴にともなう積分値が破壊臨界値 $C$ に達した時に破壊が始まることを意味する。この材料パラメータ $C$ は、引張試験による材料物性評価から算出することが理想とされる。しかし打ち抜き加工の場合、局所の複雑な変形、破壊をともなうことから、材料試験の現象とは一致しないことが多い。そこで、打ち抜き加工した打ち抜き面を観察し、破断開始位置となる破断面の位置(Fig. 3.20 参照)と、加工解析で算出する破断面の位置が一致するよう、材料パラメータ $C$ を求める手法が用いられる[36]。本解析では、Fig. 3.19 に示した SEM での断面形状観察の結果をもとに、破断面位置を合わせこむことで材料パラメータ $C$ を決定した。その際の内部残留応力分布を、中性子で得られた内部ひずみ分布と比較し、解析の妥当性を考察する。

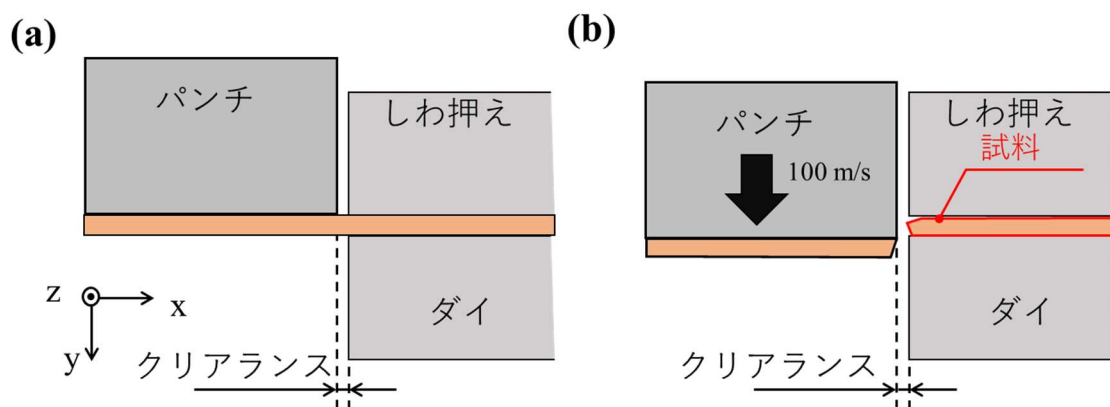


Fig. 3.32 加工解析概要 (a) 加工前 (b) 加工後

Tab. 3.4 加工解析条件一覧

パラメータ	値
試料材質	50A1300
板厚	0.5 mm
解析モデル	有限要素法(弾塑性解析)
モデルタイプ	2次元
メッシュサイズ	0.02 × 0.02 mm
ソルバ	FORGE NxT200
破断条件	延性破壊 (Cockcroft-Latham)

### 3.6.2 解析結果と実測結果の比較および考察

Fig. 3.33 に加工解析で推定した x-y 断面の各方向成分の内部残留応力分布を示す。試料の左側が打ち抜き面，下方向が打ち抜き方向を示す。各結果はそれぞれ上からクリアランス量 1%，10%，20%の結果である。カラーマップは解析で推定した相当応力を示す。参考までに，材料評価にて得られた応力-ひずみ曲線 (Stress-Strain curve) をもとに算出したひずみ値もあわせて示す。

以下に，各方向成分の解析結果と中性子のひずみ分布実測結果との比較について述べる。

#### (a) 磁化方向応力分布

Fig. 3.33(a)に，磁化方向(z)方向の残留応力分布を示す。この結果は磁化方向ひずみ計測試料にて実測したひずみ 2 次元分布 (Fig. 3.15(b)参照) に対応する。

加工解析の結果は，すべての試料で引張応力が残留している。この引張応力はクリアランス量 1%の試料は打ち抜き面極近傍の領域に存在している。一方，クリアランス量 10%，20%の試料はその領域が拡大し，打ち抜き面から 250  $\mu\text{m}$  の範囲まで残留している。この残留する領域は実測結果と一致する。その強度はクリアランス量 20%の解析結果で 400 MPa( $\approx 2000 \mu\text{ST}$ )程度と中性子の計測結果とおおむね一致する。さらに引張応力の分布は，打ち抜き面に沿って分布する応力と試料上面に沿って分布する 2 つの応力分布が確認できる。この引張応力分布は Fig. 3.15(b')に示す実測結果と一致している。

また，コア内部で-100MPa( $\approx -100 \mu\text{ST}$ )程度の弱い圧縮応力が確認できる。その領域はすべての試料において打ち抜き面から 1.3 ~ 1.7 mm までの領域に広範囲に分布している。この微弱な圧縮応力についても実測結果(Fig. 3.17 参照)と，強度・範囲について一致する。

#### (b) 打ち抜き方向応力分布

Fig. 3.33(b)に打ち抜き方向(y)方向の残留応力分布を示す。この結果は打ち抜き方向ひずみ計測試料にて実測したひずみプロファイル (Fig. 3.27 参照) に対応する。

加工解析結果は，クリアランス量 1%試料は加工面端部 0 ~ 100  $\mu\text{m}$  の領域に引張応力，100 ~ 350  $\mu\text{m}$  の領域に圧縮応力が残留している。またクリアランス量 10%，20%の試料については加工面端部 0 ~ 200  $\mu\text{m}$  に引張応力，200 ~ 500  $\mu\text{m}$  の領域に圧縮応力，500 ~ 750  $\mu\text{m}$  の領域に引張応力，750 ~ 1700  $\mu\text{m}$  の領域に圧縮応力と，圧縮と引張の応力が交互に残留する様子が確認される。Fig. 3.27 の中性子による実測結果から，加工面端部 0 ~ 300  $\mu\text{m}$  の領域に圧縮ひずみ，300 ~ 750  $\mu\text{m}$  の領域に引張ひずみが交互に波打つように残留している様子が実測されており，ひずみ分布の傾向は一致している。端部から 750  $\mu\text{m}$  以降の領域については残留ひずみが微弱であることから，中性子イメージングにて実測できていない結果と考える。

**(c) 主応力分布**

Fig. 3.33(c)に主応力分布を示す。本材料の降伏点がおよそ 400 MPa であることから 400 MPa 以上の主応力の領域が塑性変形が生じる領域である。塑性変形に伴ってマイクロひずみが大きくなると想定すると、この領域が打ち抜き方向ひずみ計測試料にて実測したマイクロひずみ分布 (Fig. 3.15(a)参照) に対応すると考えられる。

加工解析の結果は、打ち抜き面近傍の領域が塑性域に達しており、その領域はクリアランス量の増加にともない拡大していく。塑性域の分布は、クリアランス量 10 %、20 %の試料について、引張応力の分布と同様に、打ち抜き面に沿って分布する領域と打ち抜き面に直交する方向に試料上面に沿って分布する 2 つの領域が確認できる。この分布は実測したマイクロひずみの分布 (Fig. 3.15(a')) と一致する。

中性子ブラッグエッジイメージングにて実測した内部残留ひずみ分布と加工解析で推定した内部残留応力の比較を通して、加工解析によるひずみ推定結果の妥当性を検証できた。Cockcroft -Latham の式を用い定義する破壊臨界値  $C$  のパラメータを、実際の加工断面形状を用いて合わせこむ簡便な弾塑性解析によって推定した内部の残留応力分布が十分確からしいことを確認した。

加工解析結果は 2 次元の応力分布を推定できる。そのため、2 次元のひずみ分布を実測可能な中性子ブラッグエッジイメージングの結果は、各位置のひずみ絶対値のほかに、ひずみの領域や分布を多角的に比較できる利点がある。

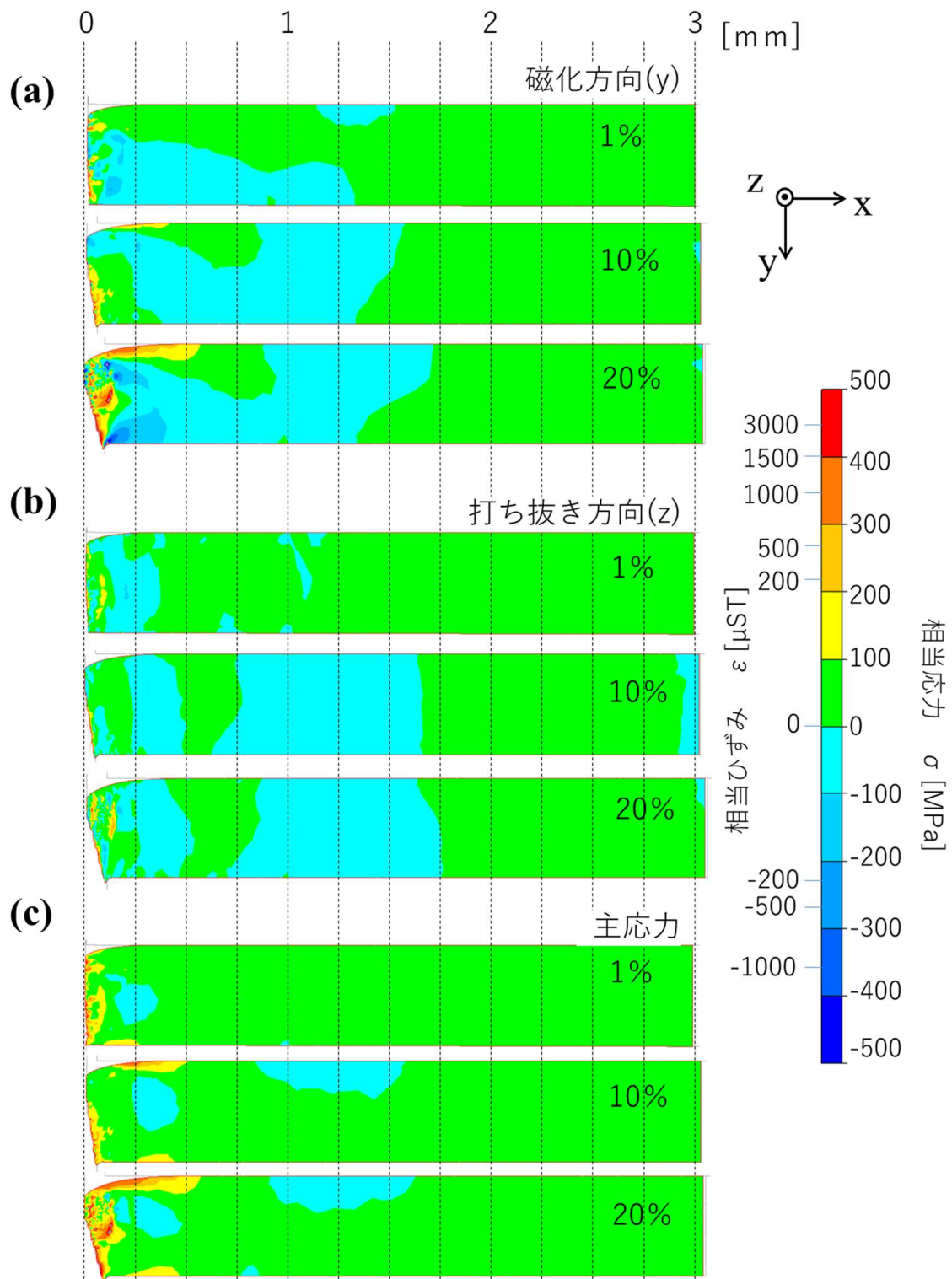


Fig. 3.33 加工解析結果 (a)磁化方向残留応力分布 (b)打ち抜き方向残留応力分布 (c)主応力分布 すべて左側が打ち抜き面，上から下に打ち抜いた．各結果はそれぞれ上からクリアランス量1%，10%，20%



### 3.7 ひずみ計測におけるブラッグエッジイメージングの優位性

中性子ブラッグエッジイメージングにて、同一加工水準の試料画像の重ね合わせ処理、周方向の移動積算処理を適用することで、空間分解能とひずみ計測精度の両立を実現した。これまでの結果をもとに、中性子ブラッグエッジイメージングの現状の計測性能と優位性を示す。

Fig. 3.34 に、各種 X 線および中性子回折装置のひずみ計測精度と計測分解能の能力を示す[37]。あわせて、本研究での中性子ブラッグエッジイメージングの到達点を赤点で追記する。

放射光 X 線回折法では、ひずみ計測精度 $\pm 15 \mu\text{ST}$ 程度を実現可能である。空間分解能もビームを絞ることで  $10 \mu\text{m}$  程度まで実現可能である。中性子回折法では、J-PARC MLF BL19 “匠(TAKUMI)”にてひずみの計測精度 $\pm 75 \mu\text{ST}$ 程度が報告されている[38]。ただし空間分解能は  $1 \text{ mm}$ にとどまる。放射光に比べ中性子回折の利点は、金属材料に対する高い透過性を活かした、バルク材料内部のひずみ計測である。

本研究の J-PARC MLF BL22 “螺鈿(RADEN)”で実施した中性子ブラッグエッジイメージングを用いたひずみ計測実験では、空間分解能  $130 \mu\text{m}$ 、ひずみの分解能 $\pm 186 \mu\text{ST}$ を実現した。中性子の波長分解能に優れる J-PARC MLF BL19 “匠(TAKUMI)”にて実施すれば中性子回折法と同等のひずみの計測精度の実現が期待される。

中性子ブラッグエッジイメージングを用いたひずみ計測の最大の優位性は、回折法と異なり 2 次元での分布計測を一度に計測可能な点である。本研究で実施した磁化方向ひずみ分布計測をもとに、放射光 X 線回折と比較して、計測時間の観点で優位性を述べる。測定試料の計測範囲は  $3 \times 0.5 \text{ mm}$ 、素子分解能  $55 \mu\text{m}$  で計測していることから  $486 (= 54 \times 9) \text{ pix}$  の計測点(Fig. 3.15 参照)がある。さらに 4 水準の試料を同時に測定していることから合計 1944 点の計測点となる。この測定をダイレクトビーム  $16.0 \text{ h}$ +試料撮像  $36.0 \text{ h}$  の合計  $52.0 \text{ h}$  の計測時間で実現している。一方、放射光 X 線回折で同じ計測範囲と計測分解能で分布計測した場合を考える。一点の計測時間を  $5 \text{ min}$  と仮定した場合、1944 点の測定では合計  $162.0 \text{ h}$  必要となり、1 週間ほどのビームタイム確保が必要となる。中性子ブラッグエッジイメージングでは 3 倍以上の計測効率を実現できており、広範囲の面積を高い空間分解能でひずみの 2 次元分布を取得する際に優位性がある。

また 3.6.2 節で述べた、実測結果と解析結果の比較には、点の比較に比べ 2 次元分布を比較することで多角的な考察が可能となることから、本手法の有効な活用法といえる。中性子ブラッグエッジイメージングにて 2 次元分布を取得したうえで、局所のデータを放射光で計測するといった、それぞれのプローブの特徴を活かす、相補的な活用が期待される。

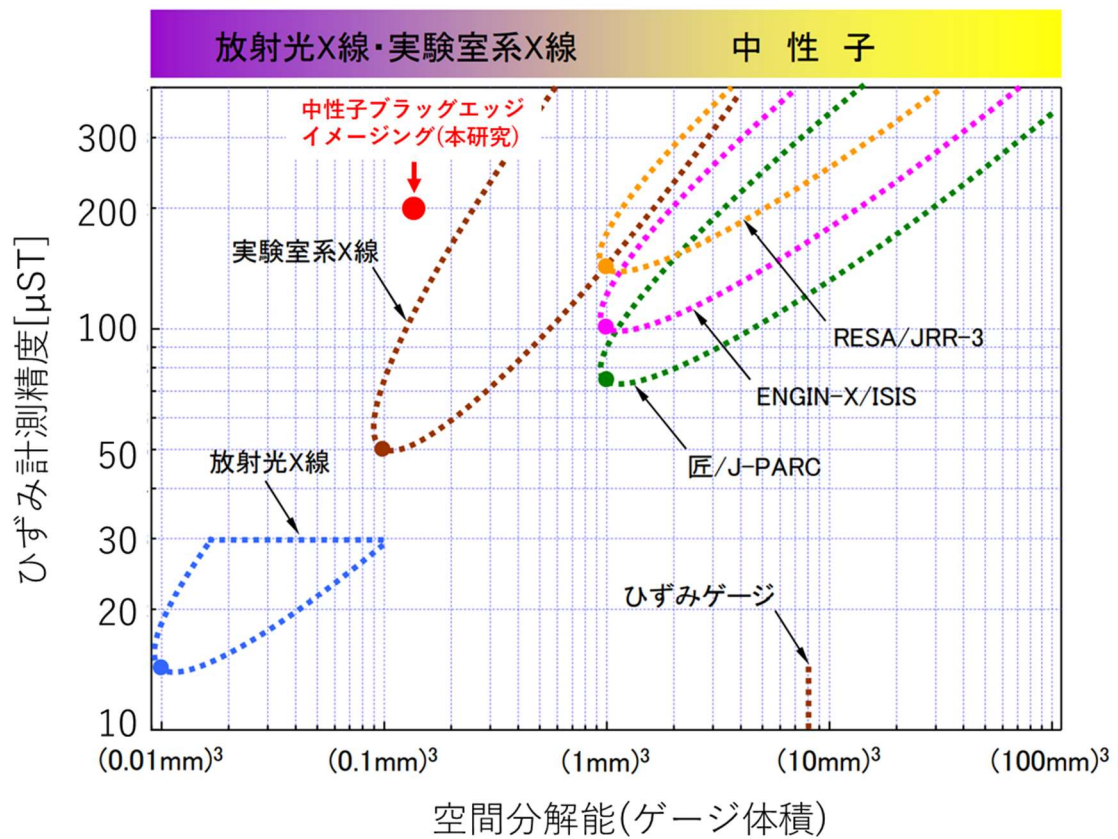


Fig. 3.34 X線/中性子回折のひずみ計測精度と空間分解能 [37]

### 3.8 まとめ

本章では、自動車用モータのコア材料において、加工時に発生する打ち抜き残留ひずみの可視化を目的に、中性子ブラッグエッジイメージングの適用を検討した。本手法の課題である、空間分解能とひずみ計測精度の両立に向けて、目的に応じたデータの積算を適用し、磁束方向ひずみ分布、打ち抜き方向ひずみ分布を取得した。得られた結果と、EBSDを用いた分析結果、鉄損値と比較し、その妥当性を考察した。さらに加工解析との比較を通して、加工解析技術の妥当性を考察した。

その結果、以下の結論が得られた。

- 1) 中性子ブラッグエッジイメージングによるひずみ計測の空間分解能とひずみ計測精度の両立に向け、同一条件で加工した試料のデータの重ね合わせ処理を行いその効果を検証した。打ち抜き加工の評価では、重ね合わせ処理による空間分解能の劣化は0.16 pixと非常に小さいことを確認し、その条件でひずみの計測ばらつきは、中性子統計数の向上により1/8に低減し、ひずみ計測精度 $\pm 186 \mu\text{ST}$ を達成した。より波長分解能の高い中性子の利用で更なる計測精度の向上が期待される。
- 2) 磁束方向のひずみ分布計測として、(110)のブラッグエッジを解析し、エッジ広がり分布、エッジ位置からマイクロひずみ分布を取得した。打ち抜き面端部に広がる引張ひずみ分布、コア内部に広がる圧縮ひずみ分布を実測した。さらに打ち抜きクリアランス量の拡大にともなう残留ひずみ分布領域の拡大を確認した。
- 3) 打ち抜き方向のひずみ分布計測として、周方向の積算処理を行うことで、打ち抜き面から各距離のひずみプロファイルを実測した。  
(211)のブラッグエッジを解析し、打ち抜き端部から200～300  $\mu\text{m}$ の領域に分布する圧縮ひずみ分布と、300～700  $\mu\text{m}$ の領域に分布する引張ひずみ分布を実測した。さらにクリアランス量の拡大によるこれらのひずみ領域の拡大を計測した。
- 4) EBSDを用いて断面組織を分析し、集合組織、結晶子サイズ、マイクロひずみ分布を確認した。これらの結果と中性子ブラッグエッジイメージングの結果を比較し、中性子イメージングで得られた結果の妥当性を確認した。
- 5) 測定試料の鉄損値を計測し、中性子ブラッグエッジイメージングにて計測した残留ひずみが多いほど鉄損値が増加する傾向を確認した。
- 6) 加工解析による内部残留応力分布の解析結果と中性子ブラッグエッジイメージングのひずみ分布実測結果を比較し、これらの一致を確認した。Cockcroft-Lathamの式を用いた簡易的な加工解析手法の妥当性/有効性を示した。

## 3.9 参考文献

- [1] 千田 邦浩, “電磁鋼板の局所領域磁気特性および加工劣化に関する研究”, 同志社大学 大学院理工学研究科 博士論文 (2016)
- [2] Y. Zaizen, T. Omura, M. Fukumura, K. Senda, H. Toda, “Evaluation of stress distribution due to shearing in non-oriented electrical steel by using synchrotron radiation”, *API Adv.* 6, 055926 (2016)
- [3] 土井 智史, 青木 哲也, 岡崎 恵一, 高橋 康人, 藤原 耕二, “加工残留応力による磁気異方性を考慮した鉄損解析手法の検討”, *電気学会論文誌 B*, 138 巻, 1 号, (2018) 34-44
- [4] O. Perevertov, “Influence of the applied elastic tensile and compressive stress on the hysteresis curves of Fe-3%Si non-oriented steel”, *J. Magn. Magn. Mater.*, 428, (2017) 223-228
- [5] A. S. Tremsin, J. B. McPhate, J. V. Vallergera, O. H. W. Siegmund, W. B. Feller, H. Z. Bilheux, J. J. Molaison, C. A. Tulk, L. Crow, R. G. Cooper, D. Penumadu, “Transmission Bragg edge spectroscopy measurements at ORNL Spallation Neutron Source”, *J. Phys. Conf. Ser.* 251(2010), 012069
- [6] A. S. Tremsin, T. Y. Yau, W. Kockelmann, “Non-destructive examination of loads in regular and self-locking Spirallock® threads through energy- resolved neutron imaging”, *Strain* 52, (2016) 548-558
- [7] Y. H. Su, K. Oikawa, T. Shinohara, T. Kai, T. Horino, O. Idohara, Y. Misaka, Y. Tomota, “Neutron Bragg-edge transmission imaging for microstructure and residual strain in induction hardened gears”, *Scientific Reports*. 11, 4155 (2021).
- [8] A. S. Tremsin, J. V. Vallergera, J. B. McPhate and O. H. W. Siegmund, “Optimization of high count rate event counting detector with microchannel plates and quad timepix readout”, *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. A* 787 (2015) 20 - 25
- [9] 日本製鉄 電磁鋼板 web サイト “<https://www.nipponsteel.com/product/sheet/list/20.html>”
- [10] 下川 房男, “エッチング技術の基礎”, *精密工学会誌*, 77, 2 (2011) 162 - 168
- [11] M. Achouri, G. Germain, P. D. Santo, D. Saidane, “Experimental and numerical analysis of micromechanical damage in the punching process for High-Strength Low-Alloy steels”, *Mater. Des.*, 56 (2014) 657 - 670
- [12] 古閑 伸裕, 塚越 恒平, “高強度鋼板打抜きにおけるクリアランスの工具摩耗に及ぼす影響”, *塑性と加工*, 55, 646 (2014) 1024 - 1028
- [13] H. Sato, T. Kamiyama, Y. Kiyonagi, A Rietveld-type analysis code for pulsed neutron Bragg-edge transmission imaging and quantitative evaluation of texture and microstructure of a welded  $\alpha$ -Iron plate, *Materials Transactions*, 52 (2011) 1294 - 1302.
- [14] 佐藤 博隆, “パルス中性子透過法による結晶組織構造情報の定量的イメージング”, 北海道大学 大学院工学研究科 量子理工学専攻 博士論文 (2011)
- [15] H. Sato, T. Shinohara, R. Kiyonagi, K. Aizawa, M. Ooi, M. Harada, K. Oikawa, F. Maekawa, K. Iwase, T. Kamiyama Y. Kiyonagi, "Upgrade of Bragg edge analysis techniques of the RITS code for crystalline structural information imaging." *Physics Procedia* 43 (2013) 186-195.
- [16] H. Sato, T. Sato, Y. Shiota, T. Kamiyama, A. S. Tremsin, M. Ohnuma, Y. Kiyonagi, Relation between Vickers hardness and Bragg-edge broadening in quenched steel rods observed by pulsed neutron transmission imaging, *Mater. Trans.* 56 (2015) 1147 - 1152.
- [17] S. Vogel, “A Rietveld-Approach for the Analysis of Neutron Time-of-Flight Transmission Data”, Ph. D. Thesis, Christian Albrechts Universität, Kiel (2000).
- [18] R. B. Von Dreele, J. D. Jorgensen, C. G. Windsor, “Rietveld refinement with spallation neutron powder diffraction data”, *J. Appl. Cryst.*, 15 (1982) 581 - 589.

- [19] A. Reid, I. Martinez, M. Marshall, T. Minniti, S. Kabra, W. Kockelmann, T. Connolley, and M. Mostafavi, "Mapping of axial plastic zone for roller bearing overloads using neutron transmission imaging," *Materials & Design* 156, (2018) 103 - 112.
- [20] H. Sato, K. Iwase, T. Kamiyama, Y. Kiyonagi, "Simultaneous broadening analysis of multiple Bragg edges observed by wavelength-resolved neutron transmission imaging of deformed low-carbon ferritic steel", *ISIJ International*, 60, 6 (2020) 1254 - 1263.
- [21] J. R. Santisteban, L. Edwards, A. Steuwerb, P. J. Withers "Time-of-flight neutron transmission diffraction." *J. Appl. Cryst.* 34 (2001) 289 - 297.
- [22] 大前 良磨, "中性子ブラッグエッジ解析コード RITS におけるシングルエッジフィッティングの安定性の向上及び日本刀の結晶構造組織解析", 名古屋大学 大学院工学研究科 総合エネルギー工学専攻 修士論文 (2019)
- [23] F. Maekawa, M. Harada, K. Oikawa, M. Teshigawara, T. Kai, S. Meigo, M. Ooi, S. Sakamoto, H. Takada, M. Futakawa, T. Kato, Y. Ikeda, N. Watanabe, T. Kamiyama, S. Torii, R. Kajimoto, M. Nakamura, "First neutron production utilizing J-PARC pulsed spallation neutron source JSNS and neutronic performance demonstrated." *Nucl. Instr. and Meth. A* 620.2-3 (2010) 159 - 165.
- [24] 勅使河原 誠, "中性子の減速 2 (パルス中性子源)." *波紋* 28.3 (2018) 135 - 143.
- [25] H. Toda, Y. Zaizen, M. Namikawa, N. Shiga, Y. Oda, and S. Morimoto, "Iron loss deterioration by shearing process in non-oriented electrical steel with different thickness and its influence on estimation of motor iron loss," *IEEJ Trans. Ind. Appl.* 3, 1, (2014) 55 - 61.
- [26] M. Boin, "NXS: a program library for neutron cross section calculations." *J. Appl. Cryst.* 45. 3 (2012) 603-607
- [27] H. Sato, T. Kamiyama, K. Iwase, T. Ishigaki, and Y. Kiyonagi, "Pulsed neutron spectroscopic imaging for crystallographic texture and microstructure." *Nucl. Instr. and Meth. A* 651.1 (2011) 216-220.
- [28] Y. H. Su, K. Oikawa, S. Harjo, T. Shinohara, T. Kai, M. Harada, K. Hiroi, S. Zhang, J.D. Parker, H. Sato, Y. Shiota, Y. Kiyonagi, Y. Tomota, "Time-of-flight neutron Bragg-edge transmission imaging of microstructures in bent steel plates", *Materials Science & Engineering A* 675 (2016) 19-31.
- [29] K. Oikawa, Y. H. Su, Y. Tomota, T. Kawasaki, T. Shinohara, T. Kai, K. Hiroi, S. Y. Zhang, J. D. Parker, H. Sato, Y. Kiyonagi, "A comparative study of the crystallite size and the dislocation density of bent steel plates using Bragg-edge transmission imaging, TOF neutron diffraction and EBSD." *Physics Procedia* 88 (2017) 34-41.
- [30] K. Tanaka, Y. Akiniwa, M. Hayashi, "Neutron diffraction measurements of residual stresses in engineering materials and components." *Journal of the Society of Materials Science, Japan* 51.12 Appendix (2002) 165-174.
- [31] 林眞 琴, 石渡 雅幸, 皆川 宣明, 船橋 達, "中性子回折による残留応力測定における弾性定数の回折面依存性." *材料* 44, 504 (1995) 1115 - 1120.
- [32] 秋庭 義明, "中性子回折法による応力測定", *材料* 54, 7 (2005) 785 - 790.
- [33] 古閑 伸裕, 塚越 恒平. "高強度鋼板打ち抜きにおけるクリアランスの工具摩耗に及ぼす影響." *塑性と加工* 55. 646 (2014) 1024-1028.
- [34] TRANSVALOR FORGE software web サイト "https://www.transvalor.com/en/forge"
- [35] M.G. Cockcroft, D.J. Latham, "Ductility and the workability of metals", *J. Inst. Metals*, 96 (1968) 33-39.
- [36] 田中徹, 萩原世也, 只野裕一, 稲田拓真, 森孝信, 瀧脇健二, "有限要素法を用いた打ち抜き加工における切断面の延性破壊判定に関する考察," *塑性と加工* 52, 609 (2011) 1104 - 1108.
- [37] 材料加工分科会, 中性子による材料工学研究の将来を考えるシンポジウム, "http://x-ray.jsms.jp/neutron/080620/1.pdf"
- [38] S. Harjo, K. Aizawa, T. Ito, H. Arima, J. Abe, A. Moriai, K. Sakasai, T. Nakamura, T. Nakatani, T. Iwahashi, T. Kamiyama, "Aspire to Become TAKUMI-TAKUMI present status and research topics." *Materials Science Forum*. Vol. 652. Trans Tech Publications Ltd, 2010.

---

## 第4章

# 結 論

---

これまで、自動車用モータ材料へのエネルギー分析型中性子イメージングの応用について述べた。本章では、本研究の総括と、今後の課題と展望について述べる。

### 4.1 本研究の総括

本論文は全4章で構成され、以下に本研究を通して得られた成果を要約する。

第1章では、自動車産業界の現代の変革を示し、電動化におけるモータ開発の重要性を示した。高磁束密度を実現する異方性配向磁石の活用を述べ、磁石内部の磁化分布評価の必要性を示した。また、コアの打ち抜き加工時に残留する内部ひずみが鉄損へ与える影響を述べ、内部ひずみ分布評価の必要性を示した。これらの評価を実現する手法として、偏極中性子を用いた磁場イメージングと中性子ブラッグエッジイメージングを用いたひずみ分布イメージングを示し、本研究の目的を示した。

第2章では、偏極中性子イメージングを用いた磁石内部の磁化分布の計測にあたり、実験的に漏洩磁束の低減を目的に試料を覆うヨークを用い、またミクロな磁氣的不均一性を考慮するための減偏極を含めた解析手法を適用することで、偏極中性子の偏極度波長依存性に現れるスピン振動の周期から評価した磁化の計測結果の定量性を示した。さらに、空間的な磁化勾配をもつ試料に対して、磁化の2次元イメージング像を取得した。従来手法である破壊手法、解析的手法である逆問題解析手法の結果と比較し、本手法の妥当性、空間分解能の優位性を議論した。

第3章では、中性子ブラッグエッジイメージングを用いたひずみ分布の計測にあたり、空間分解能とひずみ計測精度の両立に向け、取得データの重ね合わせ処理を適用した。空間分解能の劣化を最小限に抑え、空間分解能 130  $\mu\text{m}$ 、ひずみ計測精度 186  $\mu\text{ST}$  を実現し、打ち抜き加工にともなう、磁化方向・打ち抜き方向の2次元ひずみ分布を取得した。EBSDによる結果、鉄損の実測結果と比較し、本手法で得られた結果の妥当性を示した。最後に、

加工解析結果との比較を通して、加工解析の妥当性を検証した。

以上、本研究では自動車用モータ材料へのエネルギー分析型中性子イメージングの応用について述べてきた。エネルギー分析型中性子イメージングは、従来の破壊的手法では得られない、磁化やひずみといった内部応力情報を分布として取得可能な強力なツールである。

自動車産業全体が大きく変化する今、評価・解析技術は開発の方向性を示す羅針盤である。本論文で述べた内容を応用、発展させ、羅針盤が示す先にある、カーボンニュートラル社会実現の一助となることを期待する。

## 4.2 今後の課題と展望

本研究は、偏極中性子による磁場イメージング、中性子ブラッグエッジによるひずみイメージングという 2 つの手法について述べてきた。それぞれの手法における今後の課題をあらためてまとめ、中性子応用の展望について述べる。

### 4.2.1 偏極中性子イメージングの実仕様磁石への適用課題

本研究の総括で述べたように、偏極中性子イメージングは基礎実験を通して磁化分布可視化の適用性を実験的に実証した。ここでは実際にモータに用いられる磁石材料への適用課題をまとめる。

課題は以下の 3 つがあげられる

#### ⑤ 漏洩磁束の影響を考慮した内部磁束の定量解析技術確立

中性子経路中の漏洩磁束は、試料入射前後に中性子スピンの影響を与える。その結果、試料透過後の偏極度波長依存性を複雑にし、定量的な評価を困難にする。実際のモータに用いられる複雑な異方性をもつ配向磁石の場合、漏洩磁束を考慮した解析技術の確立が必要となる。漏洩磁束の 3 次元情報を考慮し、各成分の偏極度波長依存性を同時に解析する技術確立が今後の課題である。

#### ⑥ 磁気的不均一性の大きい試料の中性子スピン振動取得

磁気的不均一性の大きい領域、すなわち磁化の低い領域で、減偏極の影響が大きく、中性子スピンの振動を観測できなかった。実際の配向磁石の評価では、配向ばらつきもこの磁気的不均一性を悪化させる。さらに、現在実用化が進んでいる、微細な磁区構造を有する磁石材料では、この影響はより顕著になると予測される。

これらの課題に対して、より短波長の偏極中性子を用いた、減衰前の振動の計測が課題といえる。

#### ⑦ Nd-Fe-B 磁石、ボンド磁石への適用

中性子の散乱断面積の大きいボロンや水素を含む、Nd-Fe-B 磁石、ボンド磁石への適用した場合、中性子の統計精度向上が課題である。中性子源の出力向上、検出器の検出効率向上が期待される。



## 4.2.2 ブラッグエッジイメージングのひずみ計測性能向上の課題

本研究は、磁気特性に影響を与える電磁鋼板の打ち抜き残留ひずみに着目した。ひずみ計測は、製品の耐久保証に向けた強度設計へ活用される場合が多い。強度設計に適用する場合、破壊の起点となるひずみの計測が求められるため、より高いひずみ計測精度・空間分解能が要求される。ここではその課題を示す。

課題は、計測精度・空間分解能の向上と、中性子の統計向上に分けて述べる。

### ① ひずみ計測精度の向上

ひずみ計測精度を向上させるためには、中性子の波長分解能の向上が必要であることを述べた。そのほかに、複数のブラッグエッジ情報の活用もひずみ計測精度の向上に効果的と考えられる。ただし、各種回折面の情報を活用する際には各回折面での回折弾性定数の考慮が不可欠である。X線回折で実績のある手法[1]を参考に中性子ブラッグエッジからの応力ひずみ計測への適用が課題といえる。

### ② 空間分解能の向上

本研究では  $55 \mu\text{m}/\text{pix}$  の素子分解能をもつ MCP 検出器を用いた。近年の検出器開発では、中性子検出イベントの重心計算による検出分解能の向上が報告されている[2,3]。また 3.3.1.2 節で述べた中性子の発散によるボケも  $50 \mu\text{m}$  と比較的大きく、 $L/D$  の向上も必須である。

これらの対策は必然的に中性子統計の減少につながる。空間分解能の向上には中性子統計の向上もあわせて考える必要がある。

### ③ 中性子統計の向上

①②で述べたひずみ計測の性能向上には、中性子の統計向上が共通の課題である。この課題に対して、ハード的には中性子源の高出力化が効果的である。J-PARC MLF においても 2018 年に設計値である 1 MW 相当の連続運転を実現している。今後の安定した高出力運転を期待したい。また欧州で建設中の中性子実験施設 ESS は 5 MW の出力を予定している。これらのハード的な高出力化は空間分解能、ひずみ計測精度の向上に直接効果をもたらす。

ソフト的には、データ駆動型科学の適用が期待される。機械学習をデータ解析に応用し、ノイズの大きい測定データから高精度な信号を復元する手法が提案されている。すでに少ない画像数からの CT 再構成[4]や中性子回折への応用[5]、X線吸収微細構造解析への応用[6]、中性子反射率測定への応用[7]などが報告されている。解析面で中性子の統計不足を補うことで、エネルギー分析型中性子イメージングの性能を大きく引き上げることが可能になると期待される。

### 4.2.3 中性子応用の展望

本研究で示したように、中性子はユニークな特徴をもつプローブである。中性子のエネルギー情報を活用することで得られる材料内部の物性情報は、他の手法では得られないあらたな知見となる。放射光などの異なる量子ビームと相補的に利用することで、幅広い産業分野への応用が期待される。

ただし、現状、計測時のさまざまな仮定・制約が発生する。例えば、偏極中性子を用いた磁場のイメージングでは、中性子透過方向で均一の磁場状態である必要がある。また対象材料にも制限がある。ブラッグエッジイメージングによるひずみ計測も同様に、中性子透過方向で均一のひずみでないと定量的な評価は難しい。高精度なデータ取得には、透過厚さも最適化が要求される。

産業応用の活性化には、これらの仮定・制約を十分に理解したうえで、計測できることと目的とのすり合わせが重要となる。大型施設を利用する中性子の場合、この十分な事前検討が得られる結果の質に影響する。

同じ大型施設を利用する放射光の場合、国内では世界有数の大型放射光施設 SPring-8 に加え、近年では、あいち-SR[8]や SAGA-LS[9]といった、産業利用に特化した中型・小型の放射光施設が各地に建設・活用されている。放射光が研究だけでなく、製品の不良解析・品質管理に活用できる、より身近な存在へとなった。

中性子においても、北大の HUNS(Hokkaido University Neutron Source) [10]、理化学研究所の RANS(RIKEN Accelerator-driven compact Neutron Source)[11]といった中型・小型パルス中性子源の開発が進んでいる。世界有数の大型中性子施設 J-PARC に加え、これらの小型・中型パルス中性子源の性能向上、産業応用活性化により、中性子が産業界にとってより身近なプローブになることを期待する。

### 4.3 参考文献

- [1] 田中 啓介, 鈴木 賢治, 秋庭 義明, “残留応力の X 線評価”, 養賢堂 (2006)
- [2] A. S. Tremsin, J. B. McPhate, J. V. Vallerga, O. H.W. Siegmund, W. B. Feller, E. Lehmann, A. Kaestner, P. Boillat, T. Panzner, U. Filges, "Neutron radiography with sub-15  $\mu\text{m}$  resolution through event centroiding." Nucl. Instr. and Meth. A 688 (2012) 32 - 40.
- [3] N. P. Borges, S. L. Adrian, S. C. Vogel, "Event centroiding applied to energy-resolved neutron imaging at LANSCE." Journal of Imaging 4.2 (2018) 40.
- [4] 工藤 博幸, “新方式コンピュータトモグラフィと圧縮センシング” 精密工学会誌 82, 6 (2016) 506-512.
- [5] H. Tanaka, M. Oie, K. Oko, “A Method Evaluating Nuclear Density from Neutron Diffraction Data by Using Sparse Modeling,” J. Phys. Soc. Jpn. 88, (2019) 053501.
- [6] 赤井 一郎, 岩満 一功, 五十嵐 康彦, 岡田 真人, 岡島 敏浩, 平井 康晴 "EXAFS (広域 X 線吸収微細構造) のスパースモデリング." 人工知能学会全国大会論文集 第 31 回全国大会 (2017). 一般社団法人 人工知能学会, 2017.
- [7] H. Aoki, L. Yuwei, and T. Yamashita, "Deep learning approach for an interface structure analysis with a large statistical noise in neutron reflectometry." Scientific reports 11.1 (2021) 1 - 9.
- [8] あいちシンクロトロン光センター web サイト, “<https://www.aichisr.jp/>” .
- [9] 佐賀県立九州シンクロトロン光研究センターweb サイト, “<https://www.saga-ls.jp/main/1.html#gsc.tab=0>” .
- [10] M. Furusaka, H. Sato, T. Kamiyama, M. Ohnuma, Y. Kiyonagi, "Activity of Hokkaido University neutron source, HUNS." Physics Procedia 60 (2014) 167-174.
- [11] Y. Otake, "RIKEN compact neutron systems with fast and slow neutrons." Plasma and Fusion Research 13 (2018) 2401017-2401017.

## 謝辞

本研究で実施した中性子実験は日本原子力機構のご協力のもと、J-PARC MLFにて実施しました。(Proposal No.2018B0080, 2019A0011, 2019B0048, 2020A0035, 2020B0030).

そして本研究を進めるにあたり、多くの方々から多大なるお力添えを頂きました。

名古屋大学大学院工学研究科総合エネルギー工学専攻量子エネルギー原子核計測工学グループの瓜谷章教授には、指導教官として、また本論文の主査として、多大なるご指導ご鞭撻を頂きました。本研究室の山崎淳助教には、コロナ渦という特殊な環境下で大学に訪問できない中、さまざまな面でサポートいただきました。本研究室の卒業生である西浦真介氏には、J-PARCでの実験中、楽しい時間を過ごさせていただきました。深く感謝いたします。

九州大学大学院工学府量子線物理計測研究室渡辺賢一教授には、九州大学へご栄転後も、数多くのご助言、ご指導を頂きました。深く感謝いたします。

J-PARC センターの篠原武尚氏、廣井孝介氏、蘇玉華氏には、本研究の中性子実験、そしてその解析につきまして、多大なるご指導ご協力を頂きました。ここに感謝いたします。

豊田中央研究所の木村英彦氏、野崎洋氏、瀬戸山大吾氏には、中性子活用において、ご助言を頂きました。本当にありがとうございました。

本研究の推進に当たり、惜しみないご協力ならびにご助言を頂きました、株式会社デンソー小山内健太氏、竹内啓祐氏、高橋嘉仁氏、青木哲也氏、岡崎恵一氏、野々山龍彦氏、北岸浩一氏、加藤千景氏をはじめとし、ご協力いただいた皆様に心より感謝いたします。

最後に 3 年間の研究生生活と職務の両立を支えてくれた妻佳奈、娘果歩に感謝いたします。

2022年6月13日

笹田 星児

## 本論文を構成している発表論文

### 発表論文

S. Sasada, K. Hiroi, K. Osanai, T. Shinohara, K. Watanabe, A. Uritani. "High-spatial-resolution measurement of magnetization distribution using polarized neutron imaging." *Japanese Journal of Applied Physics* 60.12 (2021): 126003.

Seiji Sasada, Yoshihito Takahashi, Keisuke Takeuchi, Kosuke Hiroi, Yuhua Su, Takenao Shinohara, Kenichi Watanabe, Akira Uritani. "Strain distribution visualization of punched electrical steel sheets using neutron Bragg-edge transmission imaging." *Japanese Journal of Applied Physics* 61. 4 (2022): 046004.

### 口頭発表

笹田星児, 小山内健太, 廣井孝介, 篠原武尚, 渡辺賢一, 瓜谷章, “偏極中性子を用いた異方性磁石の磁化イメージング”, 第7回パルス中性子イメージング研究会 2021/03/02

笹田星児, 小山内健太, 高橋嘉仁, 廣井孝介, 篠原武尚, 渡辺賢一, 瓜谷章, “エネルギー分析型イメージングを用いた自動車用モータのための永久磁石材・電磁鋼板材の研究”, 令和3年度 J-PARC MLF 産業利用報告会 2021/07/16