



第9回 SPring-8金属材料評価研究会
- 金属組織と加工・変形現象の解析 -
2014年2月14日

国立大学法人

豊橋技術科学大学

TOYOHASHI
UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

ミクロ組織特徴点追跡法と 金属の変形挙動の3D/4D解析

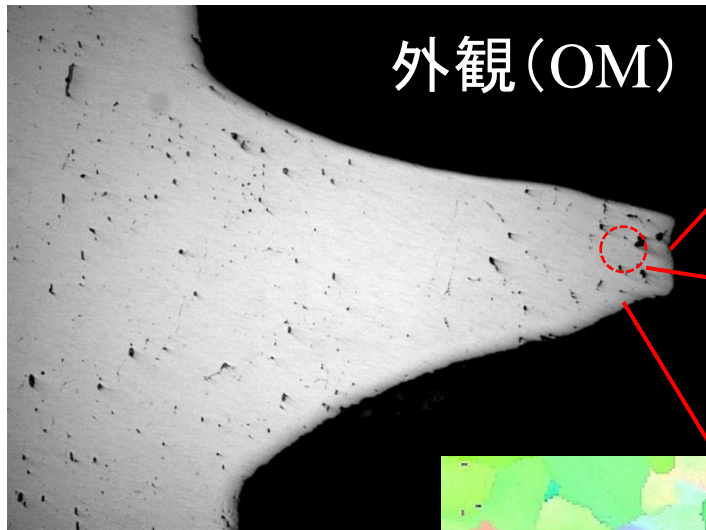
Microstructural Features Tracking Method and 3D/4D Analysis
of Deformation Behavior in Metals

豊橋技術科学大学 機械工学系 小林正和

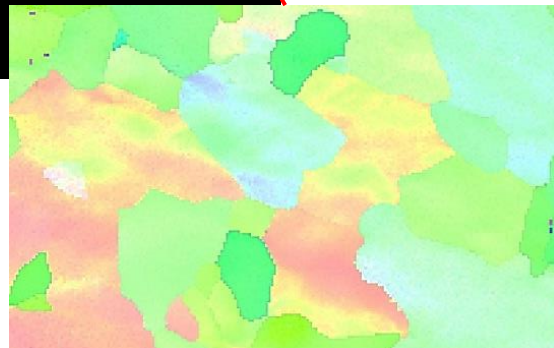
Masakazu KOBAYASHI, Toyohashi University of Technology

緒言

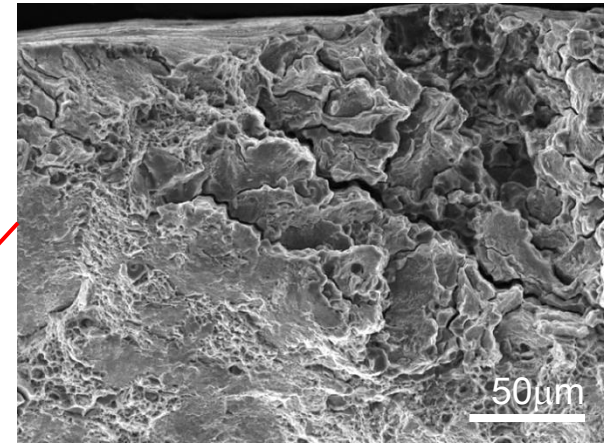
材料研究には様々な観察手法が用いられるが、その多くは表面観察。内部を見るには、試料を破壊しなければならない。



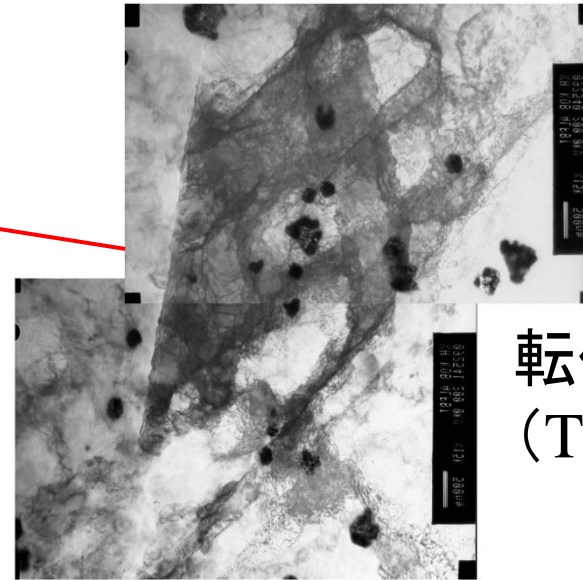
外観(OM)



結晶粒組織
(EBSD)

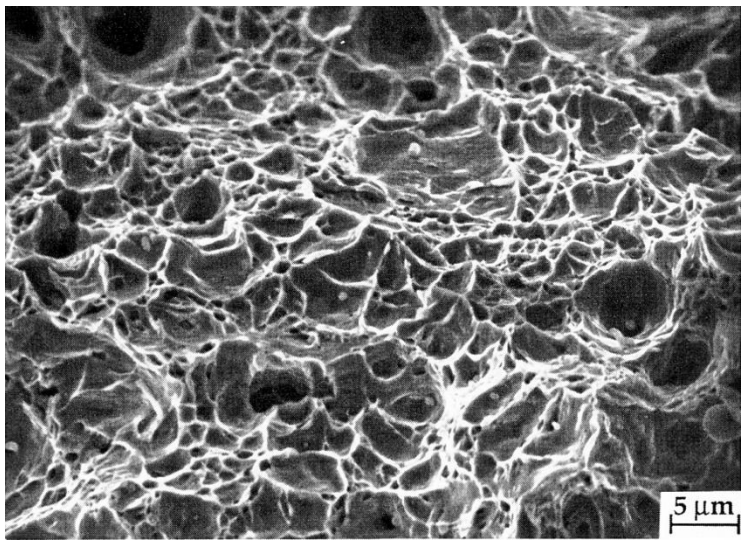


破面(SEM)

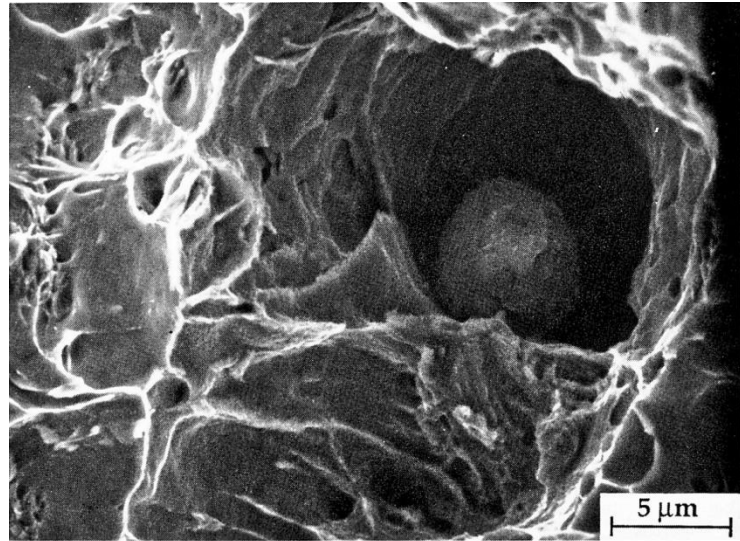


転位組織
(TEM)

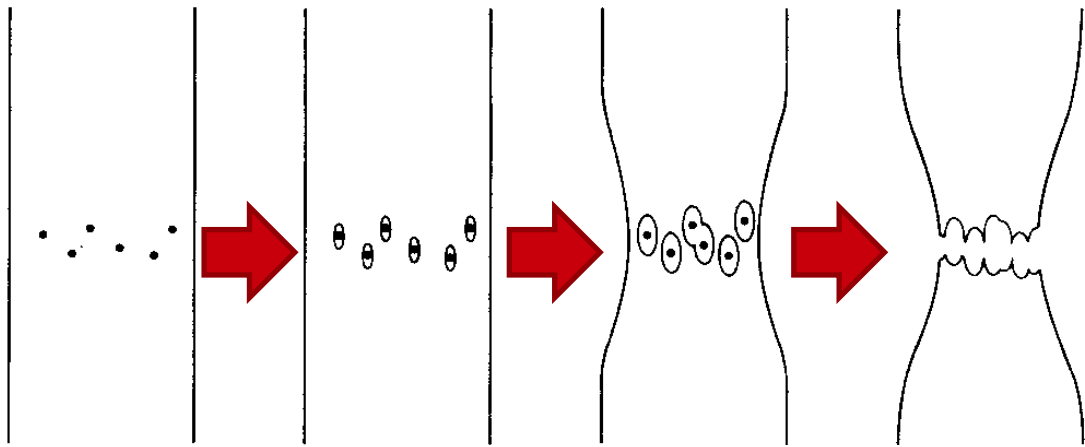
延性破壊のプロセス



延性破壊の破断面



延性破壊の破断面(拡大)



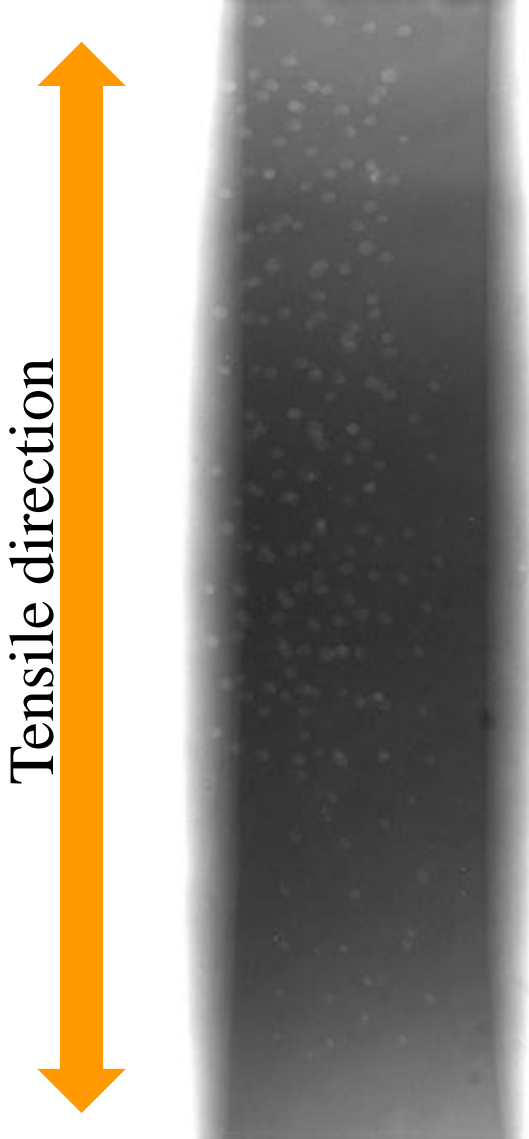
分散粒子

ボイドの発生

ボイドの成長

ボイドの合体

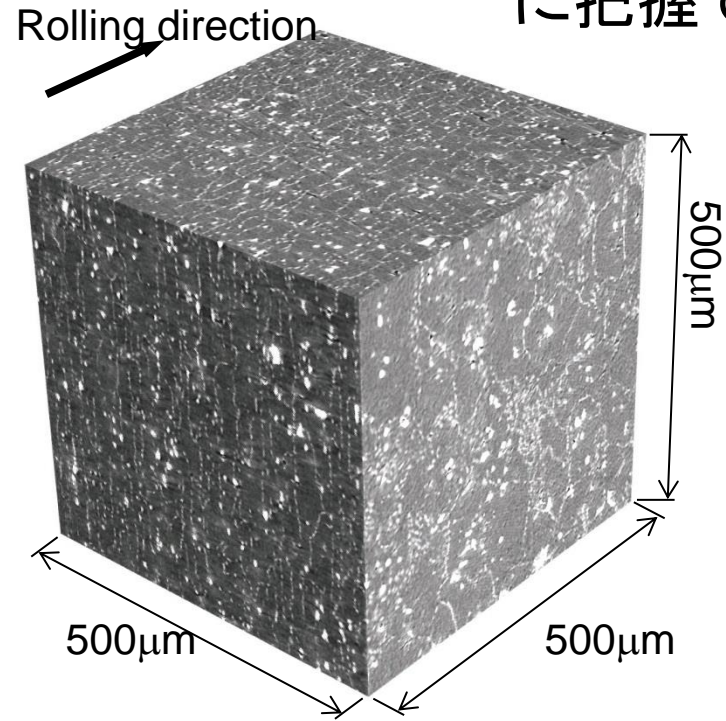
X線トモグラフィ(CT)



非破壊で試料の内部構造を3次元観察

→ 「時間変化する事象の観察が可能
=4D観察」

「サイズ, 形態, 分布, 配向が正確
に把握できる」





Contents

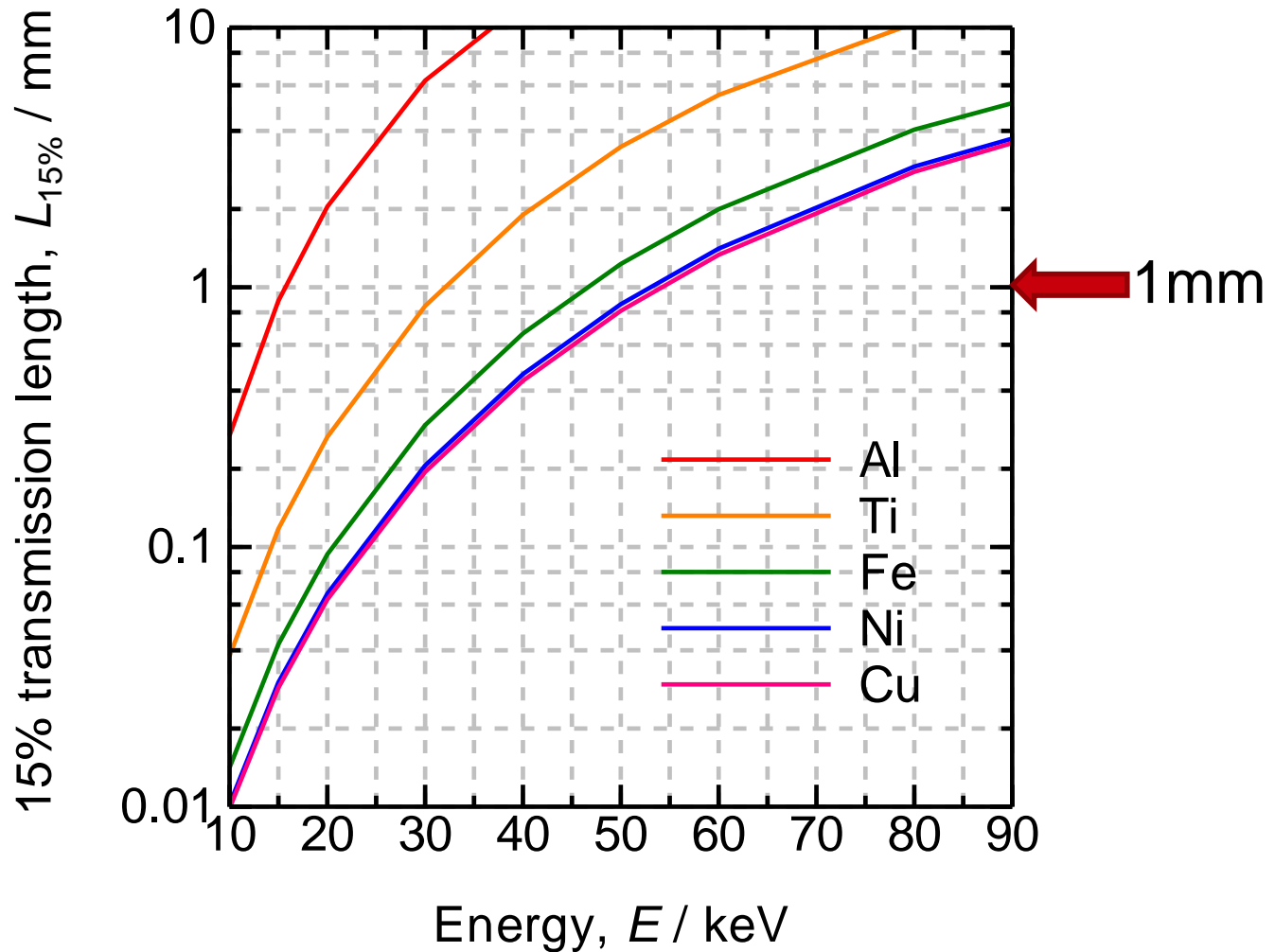
<X線トモグラフィ>

- 放射光
- セットアップ, 機器
- 再構成

<ミクロ組織特徴点追跡法応用例>

<最近の観察手法について>

各種金属のX線の透過長さのエネルギー依存性 (15%透過)



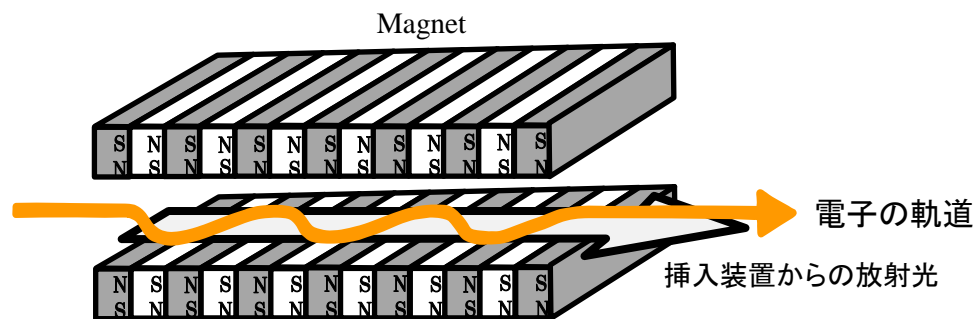
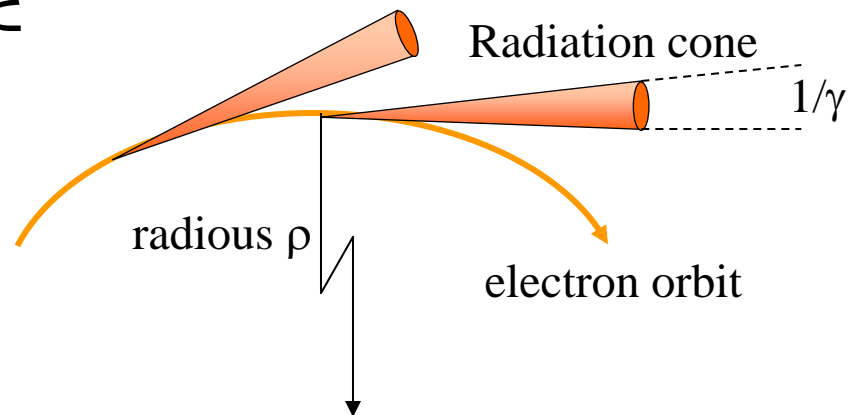
放射光

ほぼ光速で直進する電子が、その進行方向を磁石などによって変えられた際に発生する電磁波

放射光施設では、電子を周回させて放射光を得る。

指向性の良い明るい光

- ✓ 発散が小さい
- ✓ 偏光している
- ✓ 赤外線～可視光線～X線
- ✓ 位相はそろってない

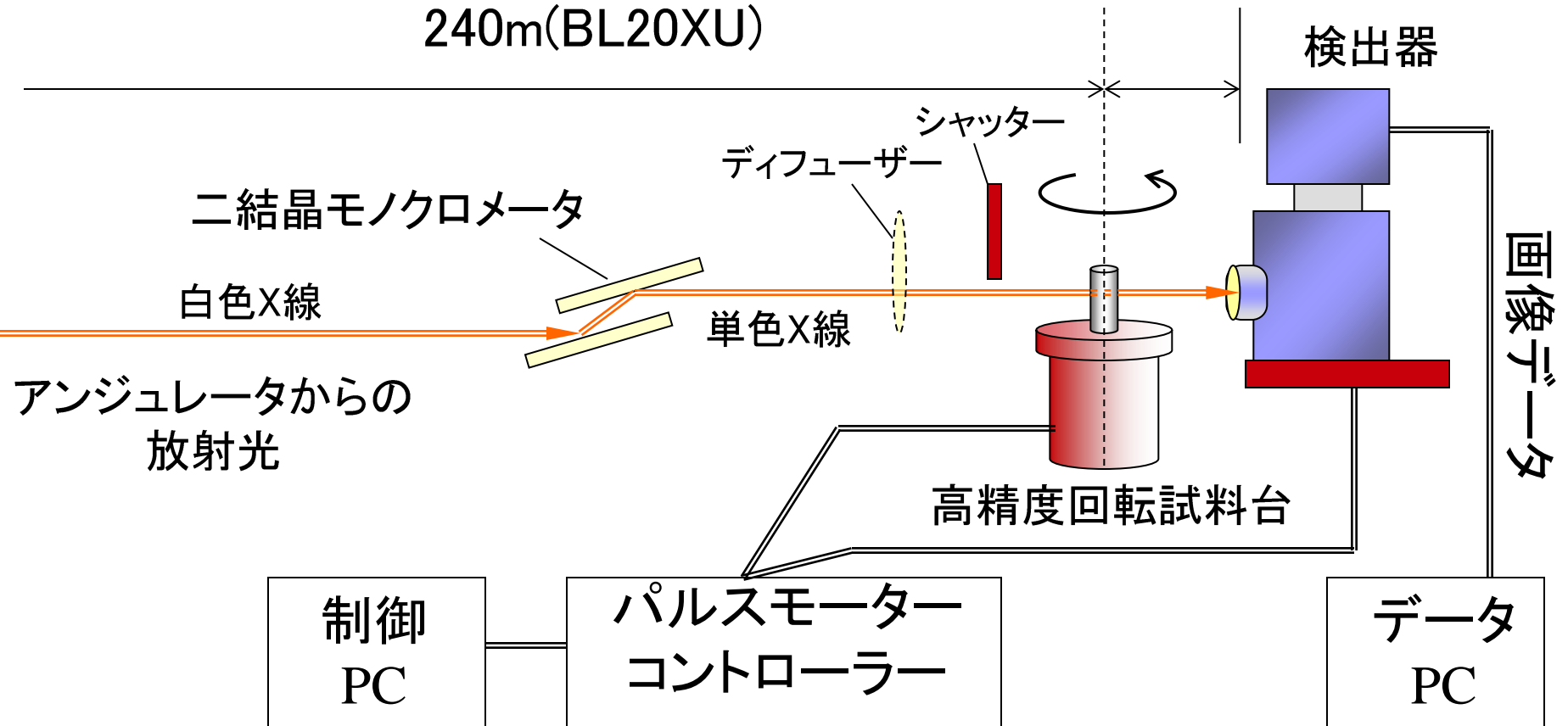


放射光の光源, アンジュレータ

X線CTセットアップ(投影型, 分解能 $1\mu\text{m}$)

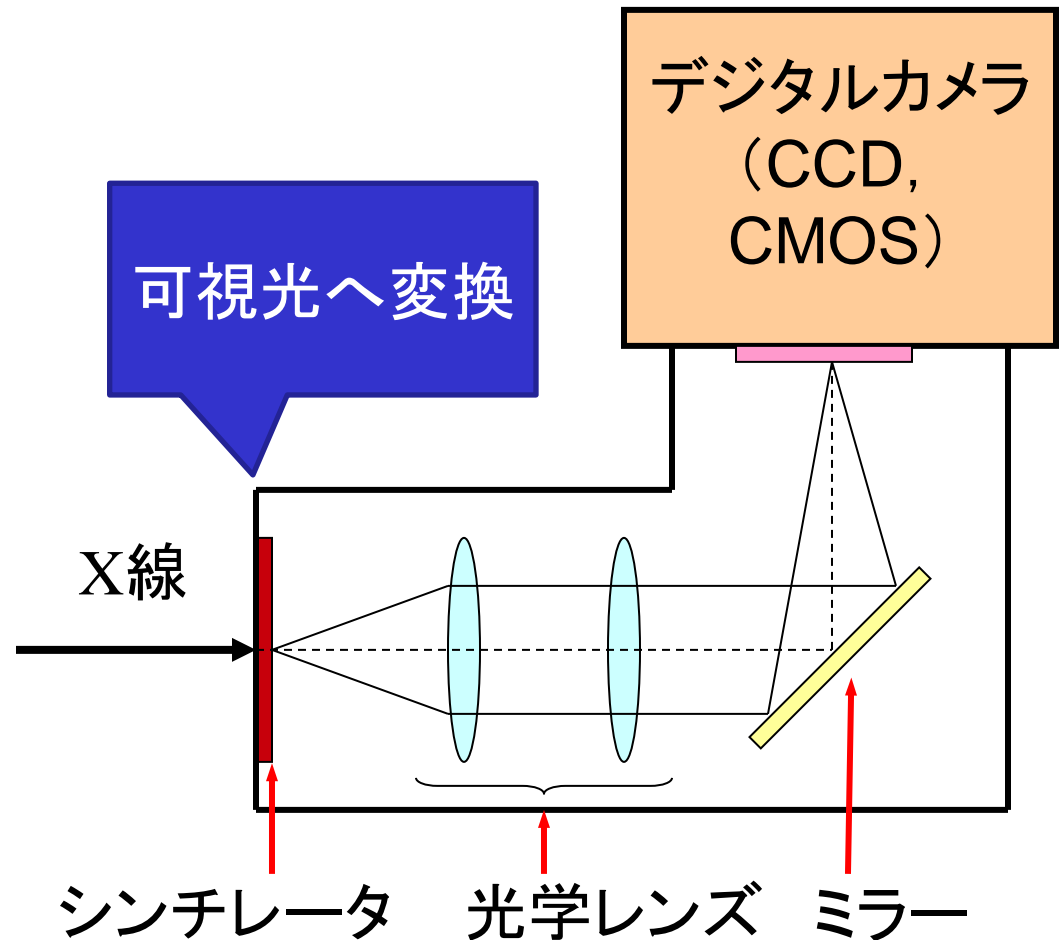
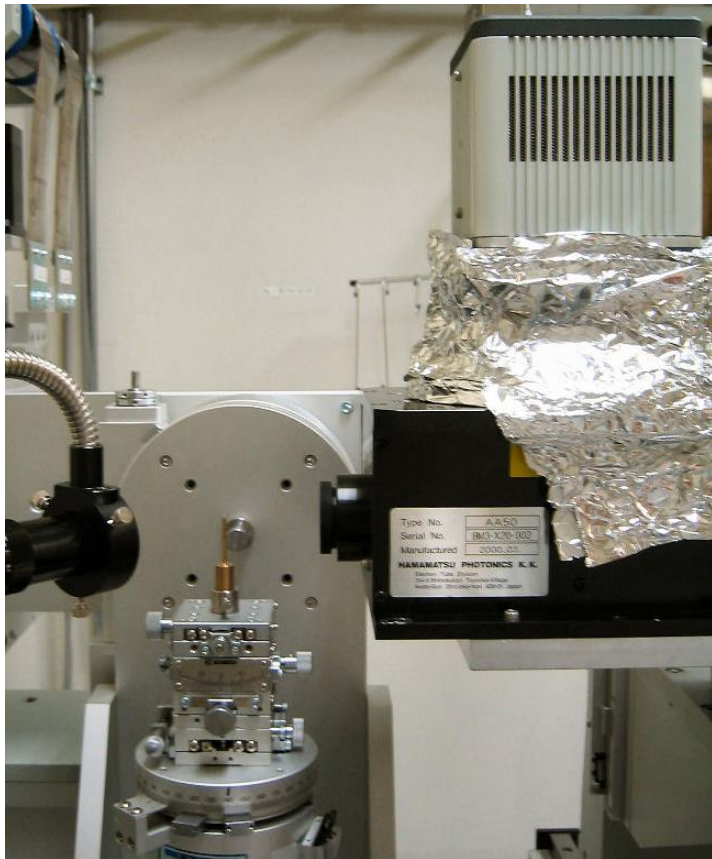
線源から 44m(BL47XU)
80m(BL20XU)
240m(BL20XU)

10 mm: 吸収コントラスト
55mm: 屈折コントラスト



検出器(可視光変換型)

CCD: 2000 × 1312 pixels, 露光時間 300ms ~
CMOS: 2048 × 2048 pixels, 露光時間 50ms ~



X線の吸収

- 強度 I_0 のX線が厚さ x の物質を通過すると,

$$I = I_0 e^{-\mu x}$$

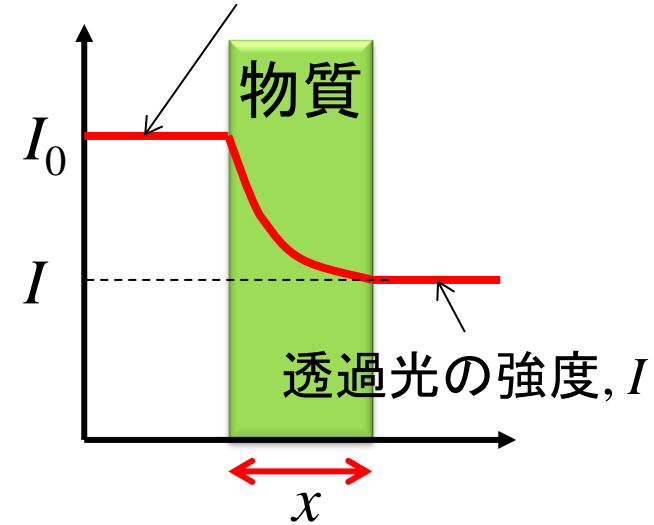
- 通過距離 x が長いほど吸収される

- μ は線吸収係数 (LAC値)
(密度・組成・X線エネルギーに依存)

$$\mu(E, x_c, \rho) = \mu_m \times \rho$$

- 原子番号の大きい元素は吸収が大きい
- 波長が長いX線は吸収され易い

入射光の強度, I_0



白色X線が物体を透過する時の強度

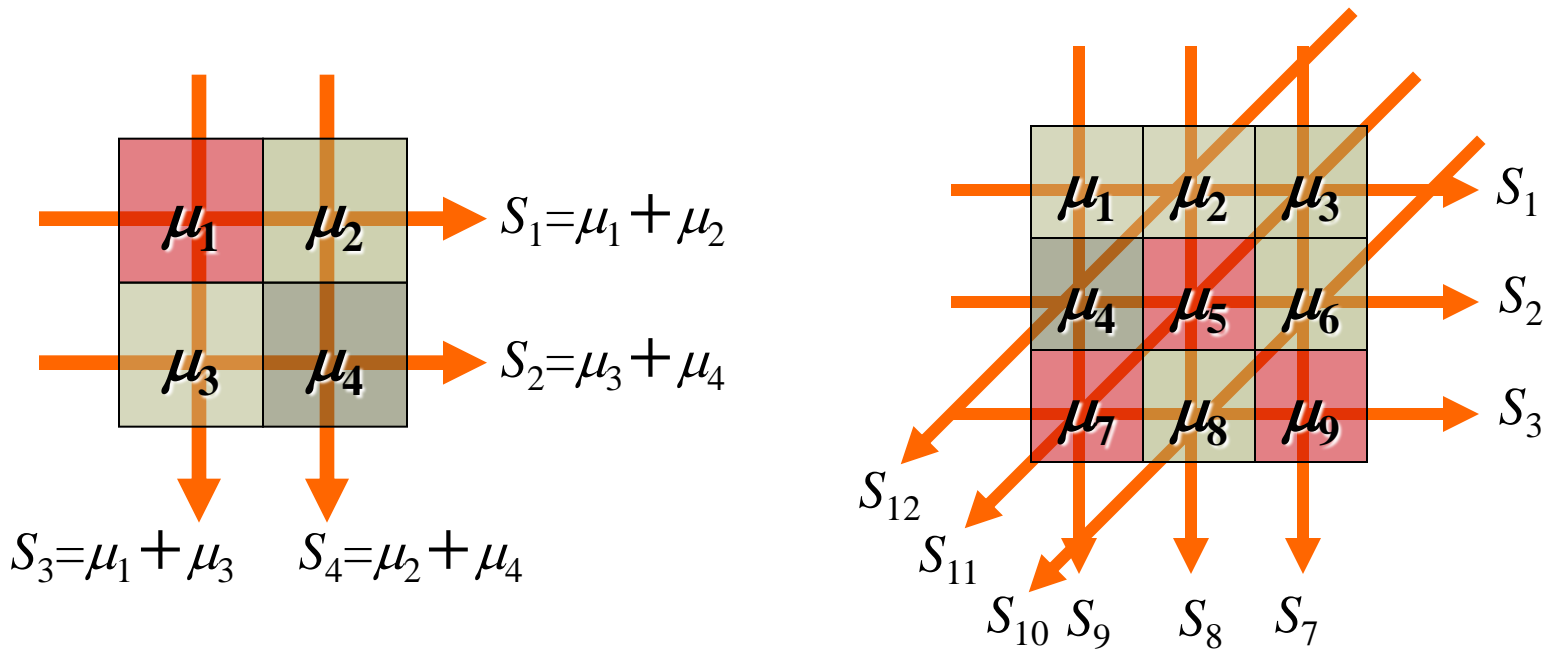
$$I = \int I_0(E) \exp\{-\mu(E) \cdot S\} dE$$

単色X線の強度

$$I = I_0 \exp(-\mu \cdot S)$$

1																	18
1 H	2 He																
3 Li	4 Be											5 B	6 C	7 N	8 O	9 F	10 Ne
11 Na	12 Mg											13 Al	14 Si	15 P	16 S	17 Cl	18 Ar
19 K	20 Ca	21 Sc	22 Ti	23 V	24 Cr	25 Mn	26 Fe	27 Co	28 Ni	29 Cu	30 Zn	31 Ga	32 Ge	33 As	34 Se	35 Br	36 Kr
37 Rb	38 Sr	39 Y	40 Zr	41 Nb	42 Mo	43 Tc	44 Ru	45 Rh	46 Pd	47 Ag	48 Cd	49 In	50 Sn	51 Sb	52 Te	53 I	54 Xe
55 Cs	56 Ba	*1	72 Hf	73 Ta	74 W	75 Re	76 Os	77 Ir	78 Pt	79 Au	80 Hg	81 Tl	82 Pb	83 Bi	84 Po	85 At	86 Rn
87 Fr	88 Ra	*2	104 Rf	105 Db	106 Sg	107 Bh	108 Hs	109 Mt	110 Ds	111 Rg	112 Uub	113 Uut	114 Uuq	115 Uup	116 Uuh	117 Uus	118 Uuo

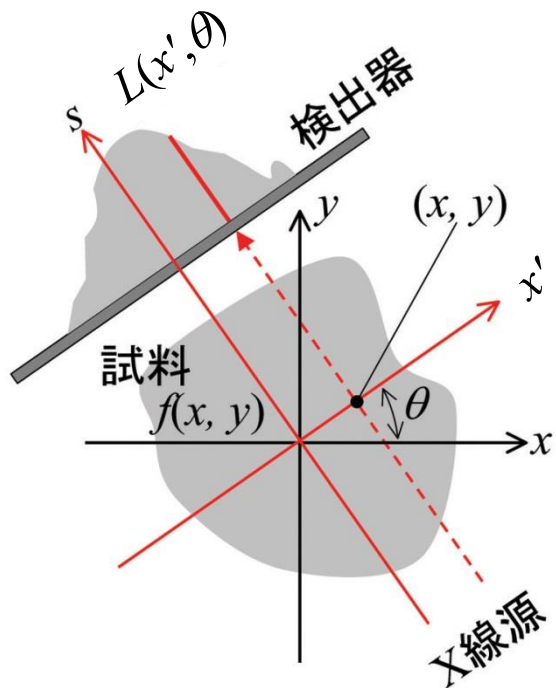
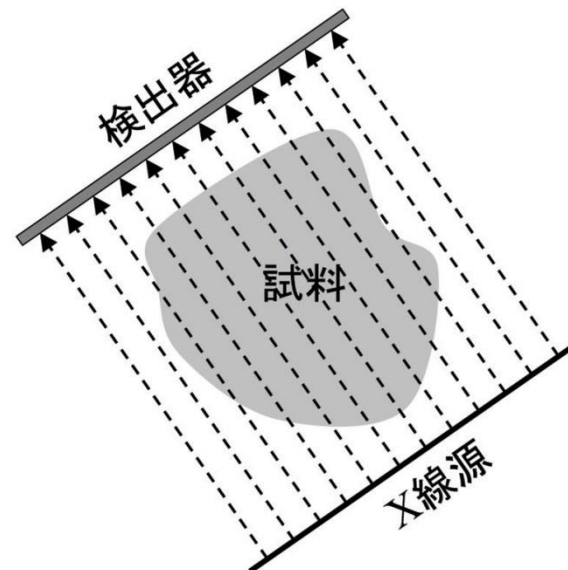
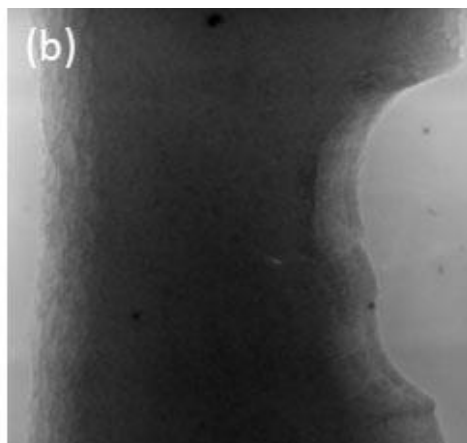
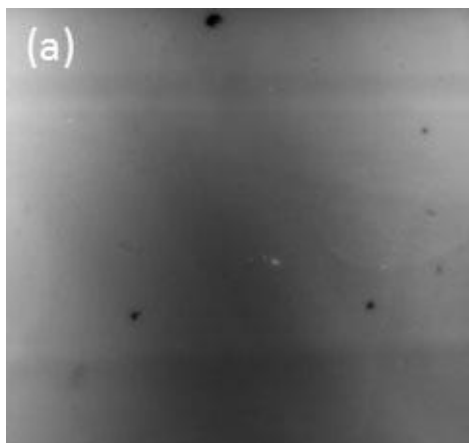
再構成



少ない投影数では内部は決まらないが，投影数を増やすと内部の状態が決定できる。

画像サイズが大きくなると連立方程式を解くことは困難になるので，実際は離散フーリエ変換を使った手法が使われる。→ Convolution back projection法

画像再構成



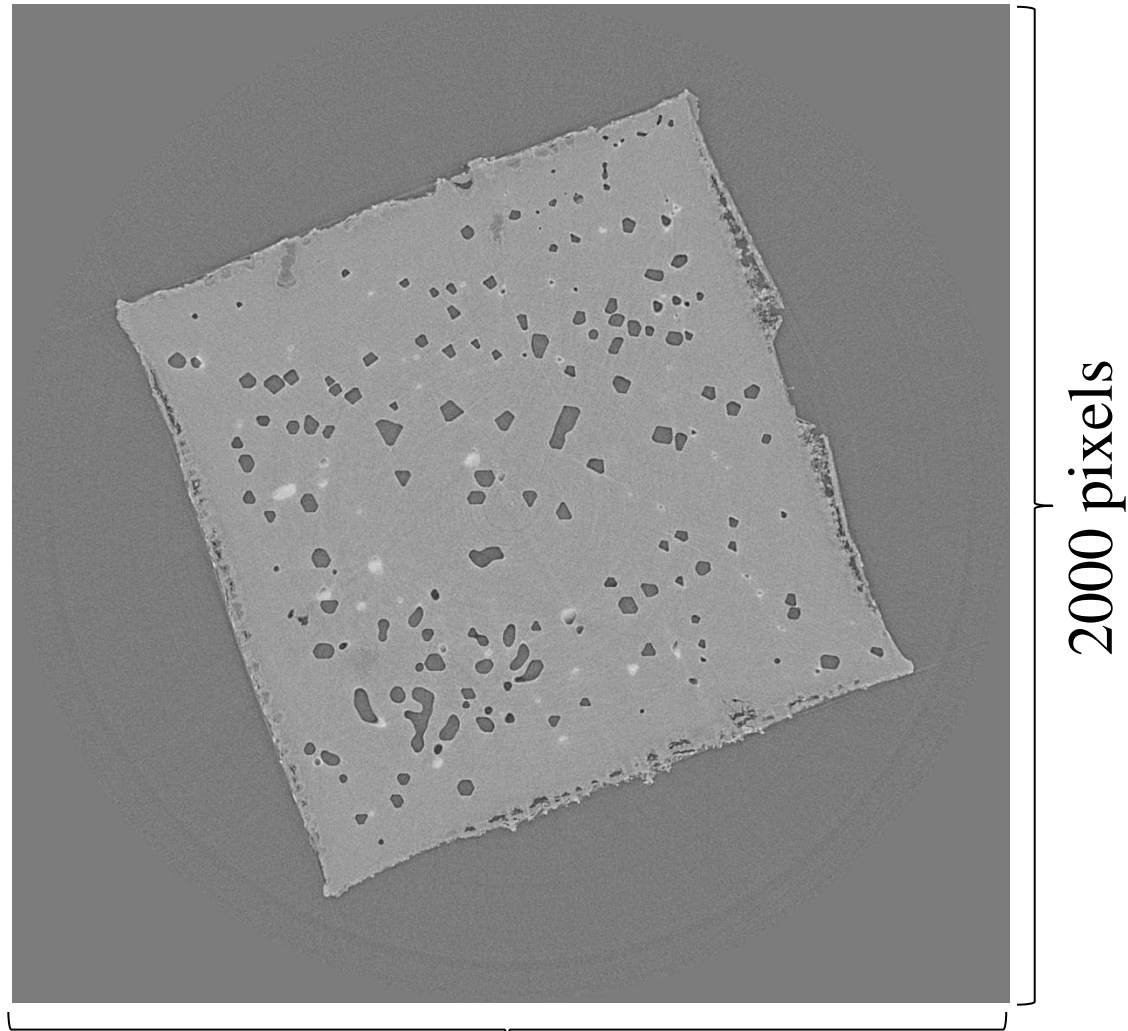
透過像で計測されるX線強度 $L(x', \theta)$ と試料内部のX線吸収分布 $f(x, y)$ の関係は,

$$L(x', \theta) = \int_S f(x, y) ds$$

逆Radon変換 (J. Radon 1917)

$$f(x, y) = -\frac{1}{2\pi^2} \lim_{\varepsilon \rightarrow 0} \int_{\varepsilon}^{\infty} \frac{1}{q} \int_0^{2\pi} \frac{\partial}{\partial x'} L(x \cos \theta + y \sin \theta + q, \theta) d\theta dq$$

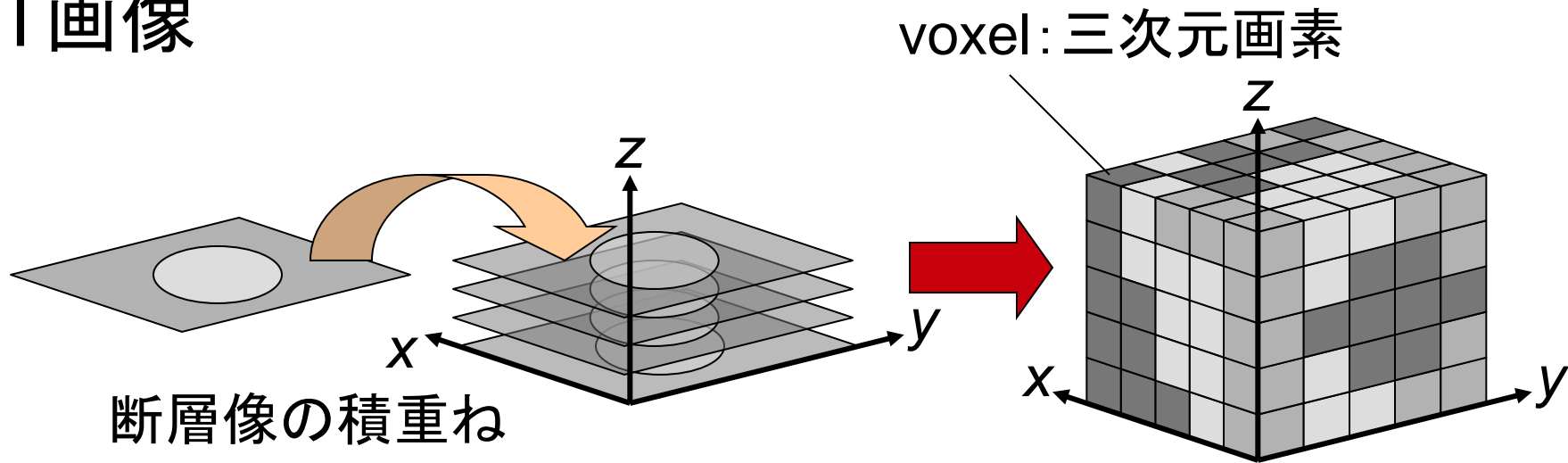
スライス(断層)画像



2000 pixels

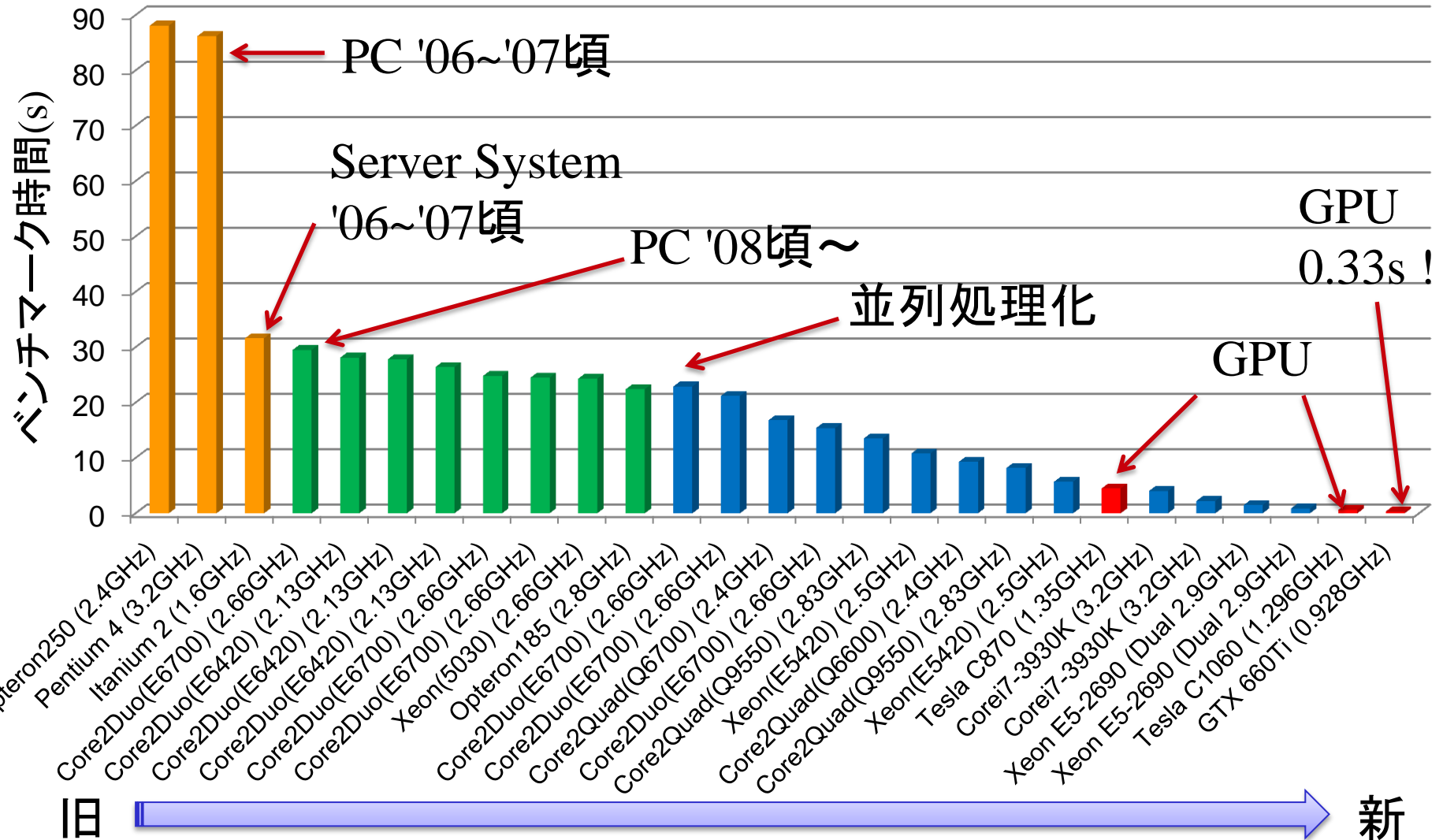
熱処理後したAl-Mg合金

CT画像

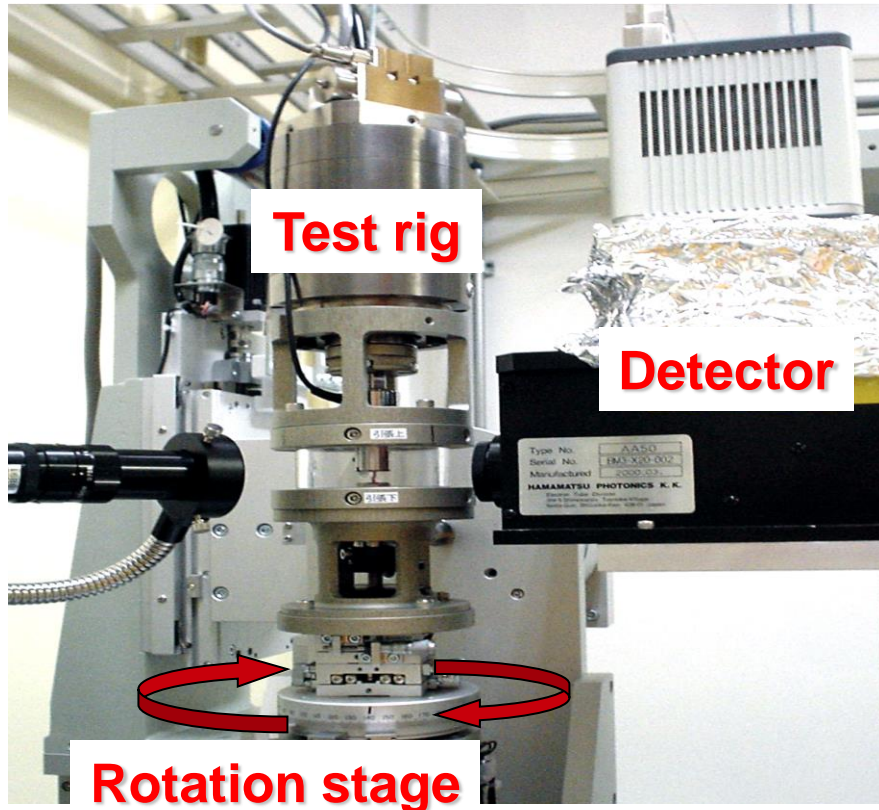


- 断層像 (TIFF形式) のセット: 高分解能 → データ量大
 - $(2048\text{pixel} \times 2048\text{pixel}) \times 2048 \text{ slice} \times 8\text{bit} (256\text{階調}) = 8\text{Gbyte}$
 - $(2048\text{pixel} \times 2048\text{pixel}) \times 2048 \text{ lice} \times 16\text{bit} (65535 \text{階調}) = 16\text{Gbyte}$
 - 8 bit = 1 byte = 0 ~ 255, 16 bit = 2 byte = 0 ~ 65535
 - 1024byte = 1kbyte, 1024kbyte = 1Mbyte, 1024Mbyte = 1Gbyte

計算コスト



その場観察(4D観察) X線トモグラフィの最も得意とする ところ



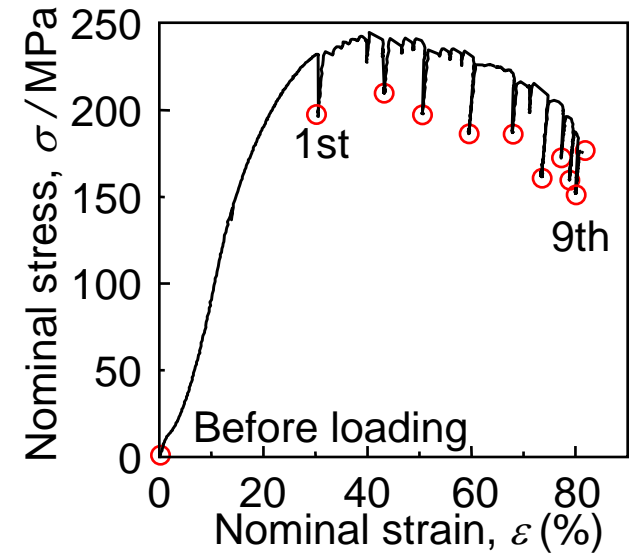
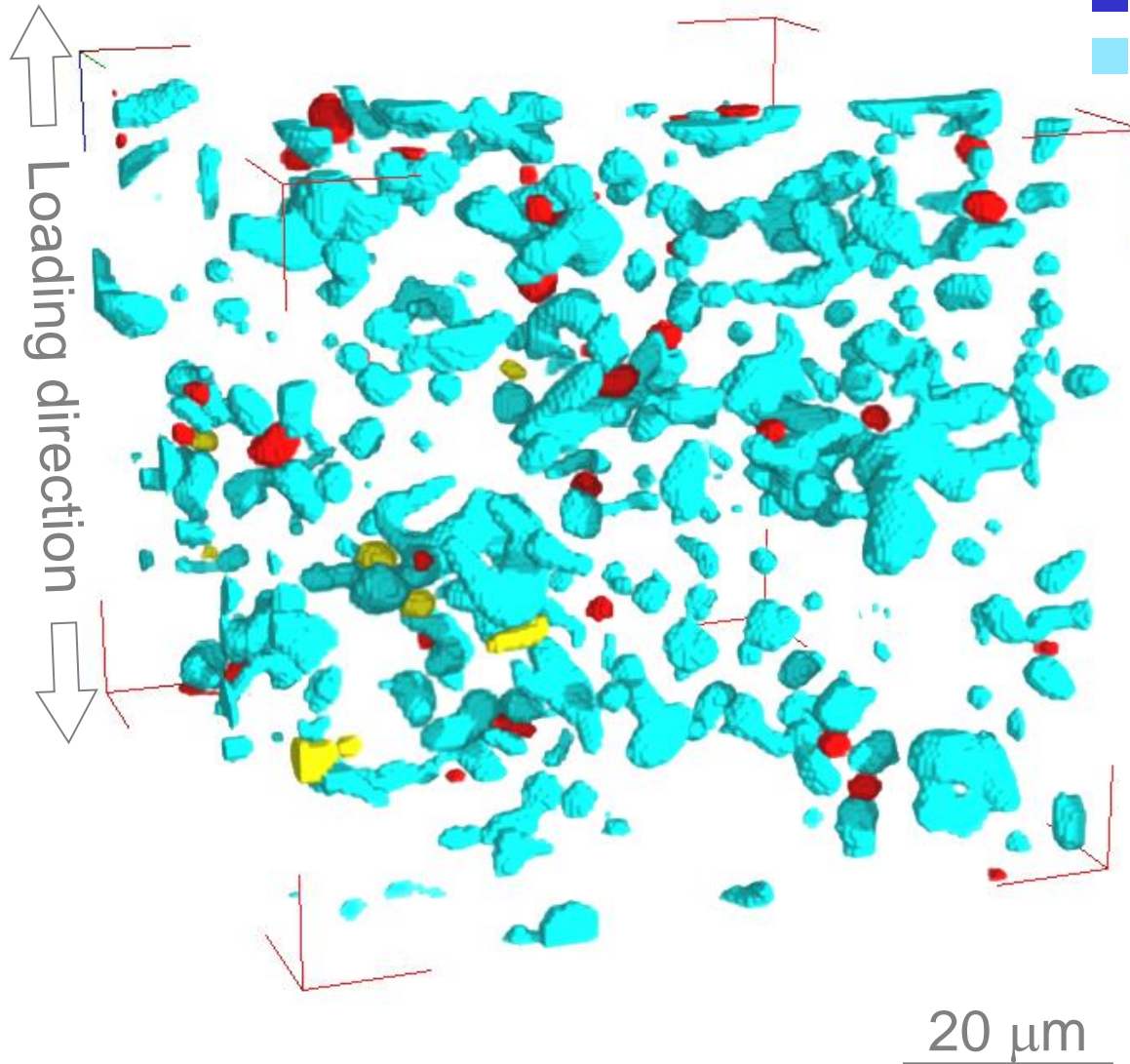
引張, 圧縮, 疲労試験



材料試験機の小型化
多様な撮像条件に対応可能

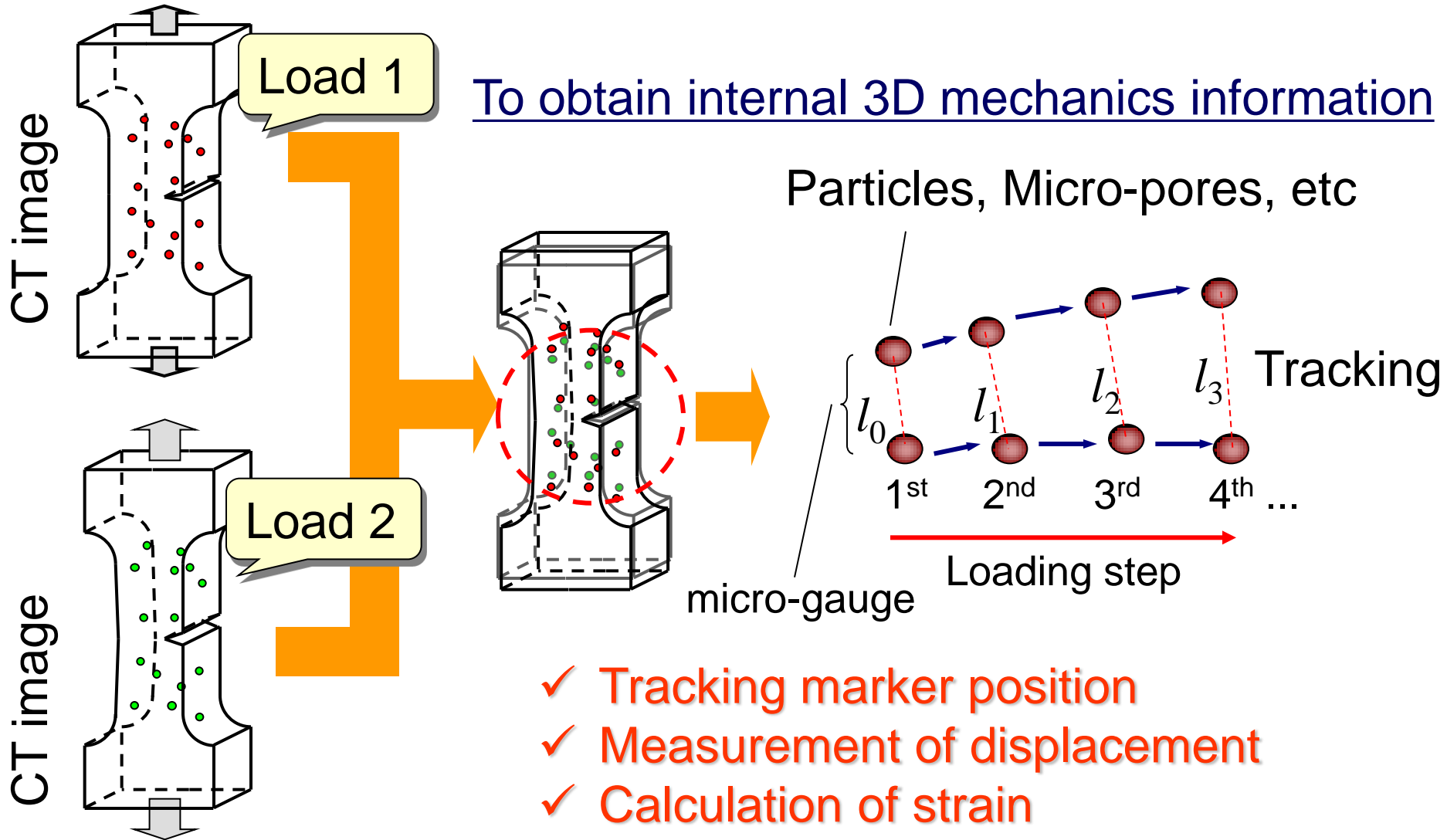
2024Al合金の破壊

- Yellow: Pores caused the final fracture
- Red: The other pores
- Blue: Void from particle damage
- Light blue: Particles

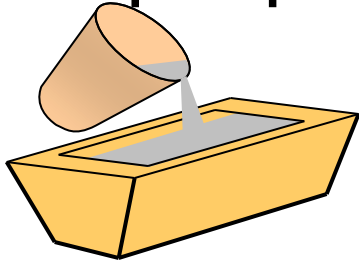


Stress-strain curve

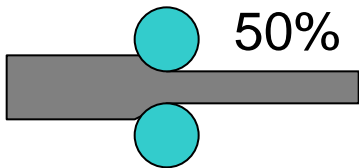
ひずみマッピング



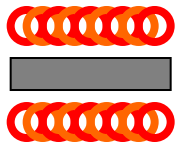
Sample preparation



Cast



Rolling



730K - 4h
Annealing

Al-4mass%Pb alloy

Material: 99.99%Al + 99.9%Pb

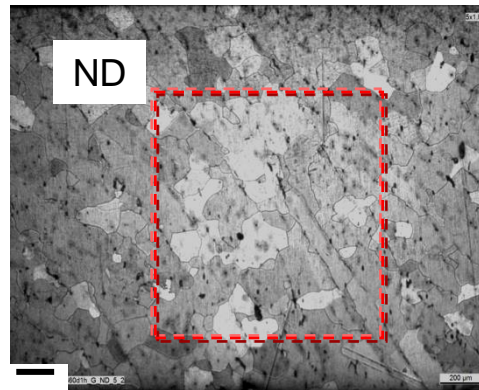
Mold: Copper mold with water cooling

Ingot: 0.5kg

Rolling: 50%

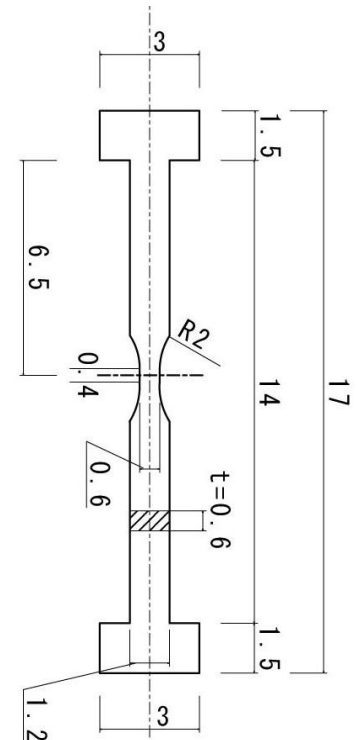
Annealing: 730K-4h

Grain size: 100-200 μ m



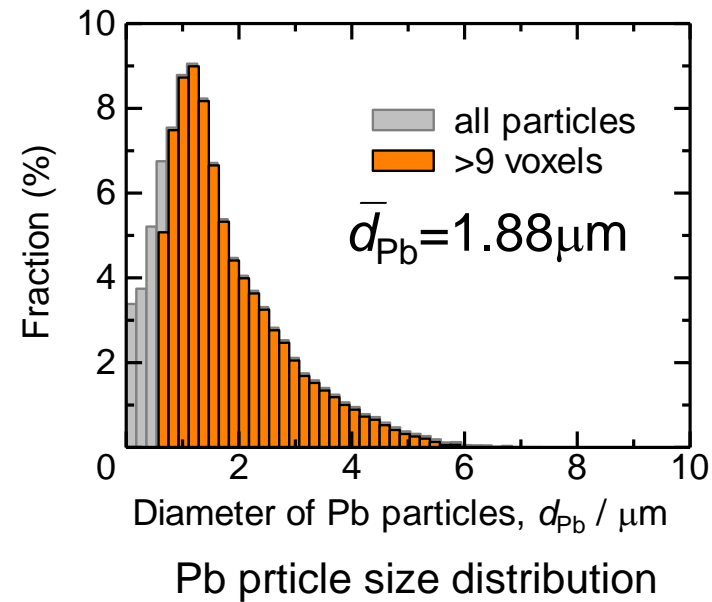
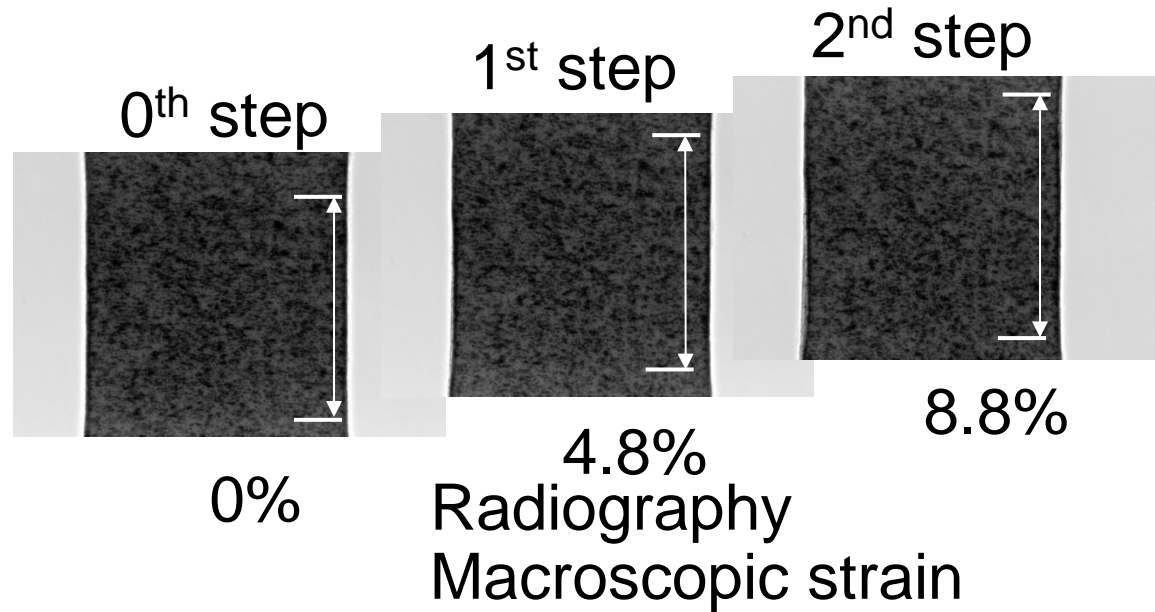
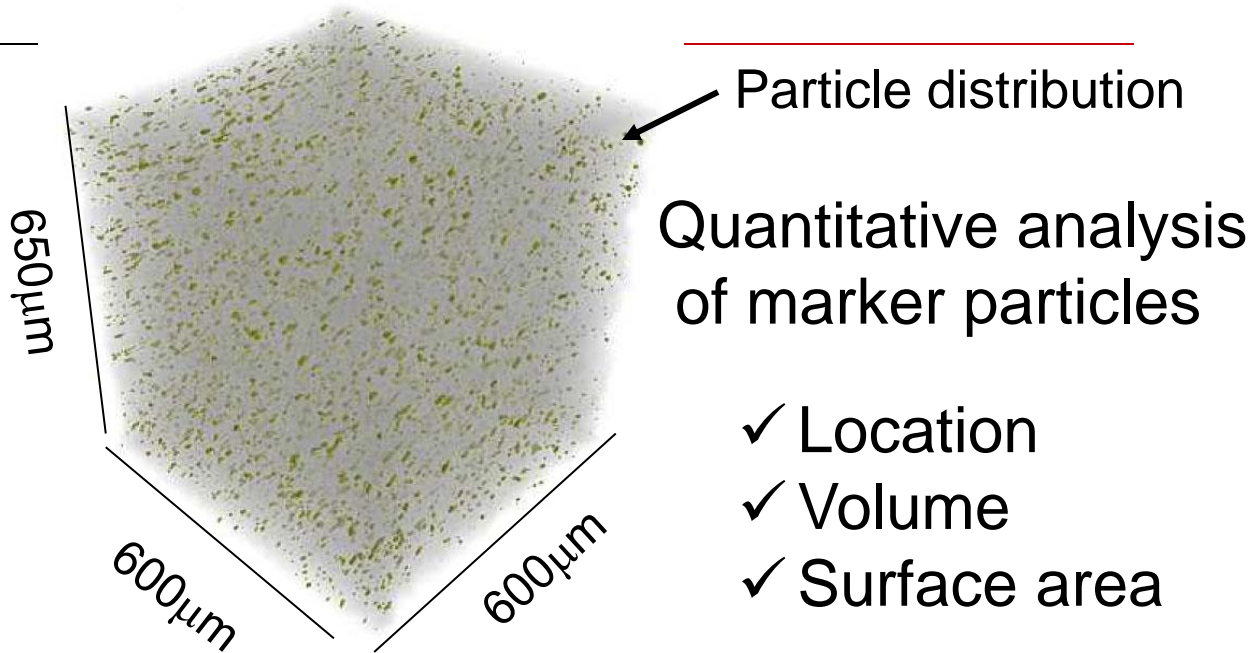
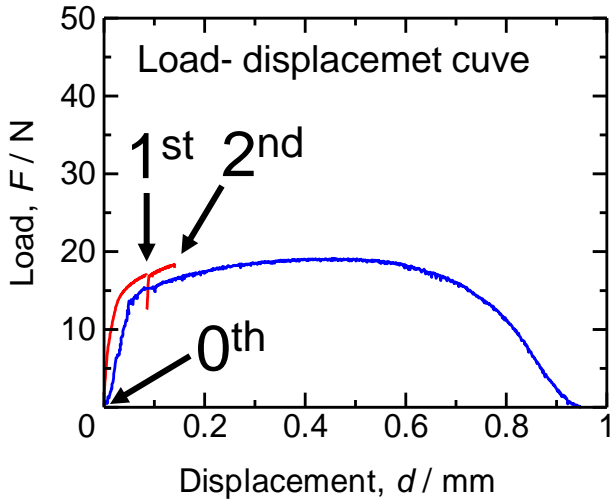
200 μ m

ReX and GG

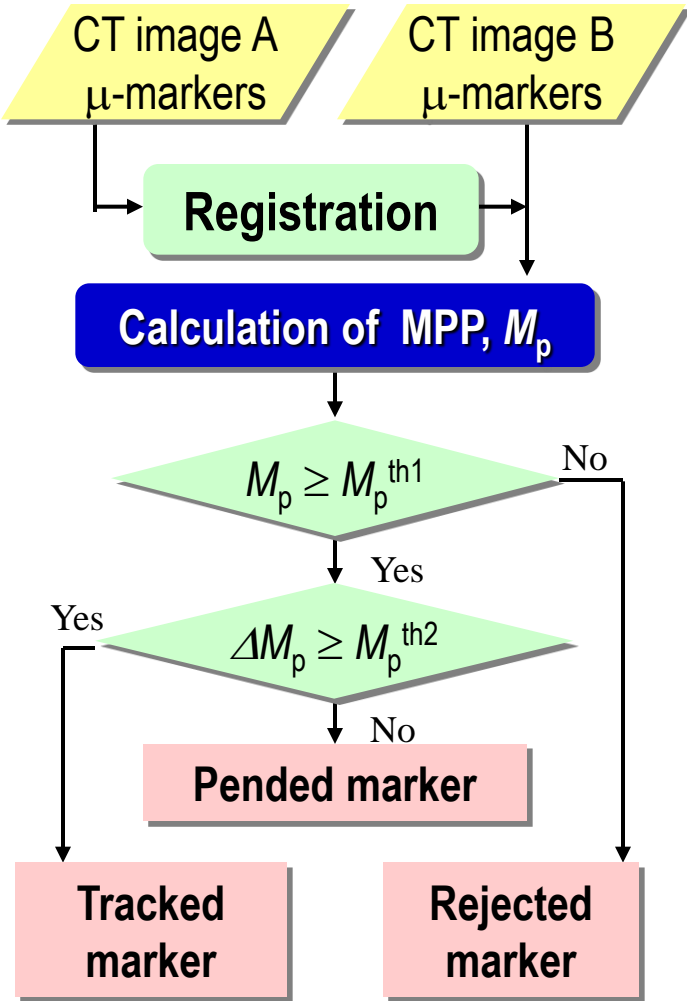


Cut by EDM

CT results



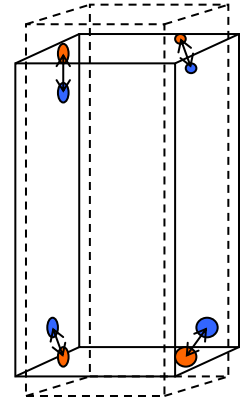
Tracking algorithm



M_p^{th1} , M_p^{th2} : Threshold value for tracking

Registration

Minimizing the sum of distance between corresponding pairs selected manually



Matching Probability Parameter (MPP), M_p

$$M_p(i, j) = \alpha \times M_L(i, j) + \beta \times M_V(i, j) + \gamma \times M_S(i, j)$$

M_L : Parameter for **Location**

M_V : Parameter for **Volume**

M_S : Parameter for **Surface area**

α, β, γ : Parameter's weight ($\alpha + \beta + \gamma = 1$)

Finding tracked marker

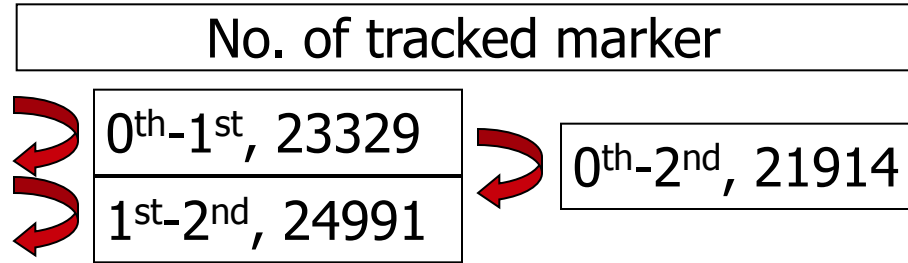
Requirements:

(1) $\max(M_p) \geq M_p^{th1}$

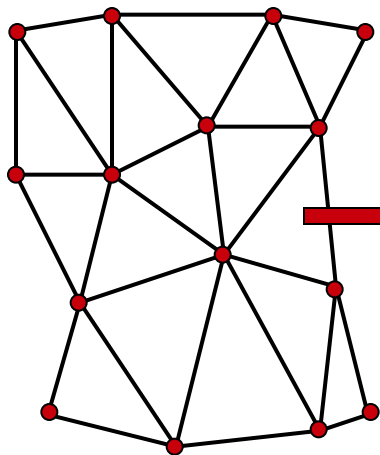
(2) $\Delta M_p = \max(M_p) - \max^{2nd}(M_p) \geq M_p^{th2}$

Result of marker tracking

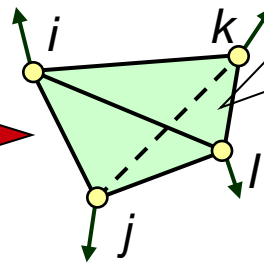
Step	No. of marker (>9voxel)
0 th (0%)	30755
1 st (4.8%)	31195
2 nd (8.8%)	31811



Strain calculation



Delaunay tessellation algorithm



Assuming a linear displacement field within the tetrahedron

Strain components:

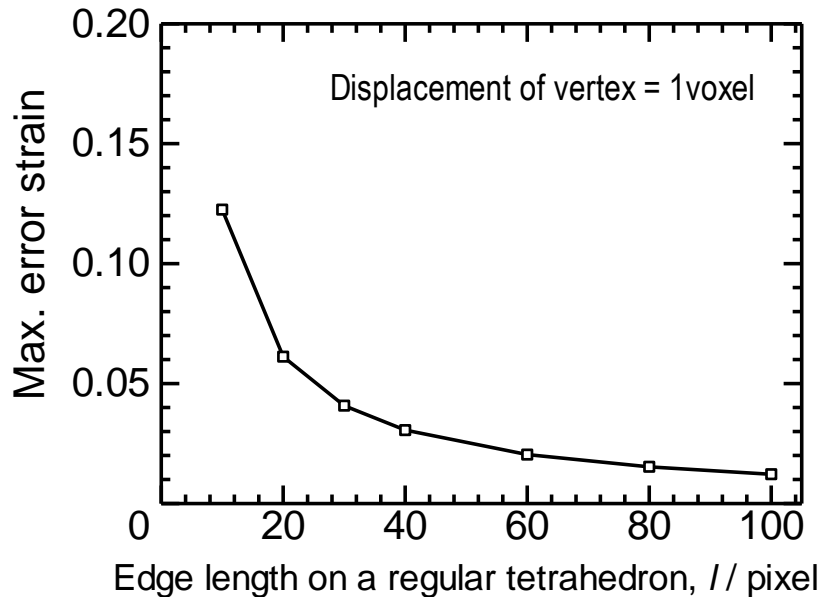
$$\{\varepsilon_x, \varepsilon_y, \varepsilon_z, \gamma_{xy}, \gamma_{yz}, \gamma_{zx}\}^t = [\mathbf{B}]\{\delta_i, \delta_j, \delta_k, \delta_l\}^t$$

[B]: displacement-strain matrix
 δ : marker displacement

Evaluation of strain accuracy

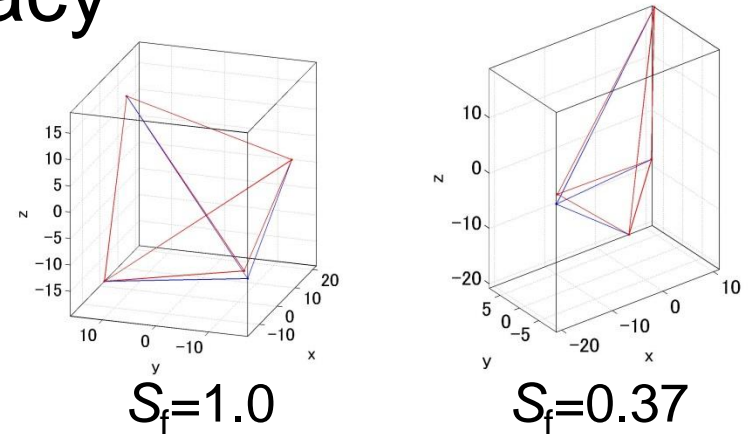
- ✓ Spatial resolution and sensitivity of strain depend on gauge length.
- ✓ Marker distribution is not controllable.

Effect of tetrahedron size

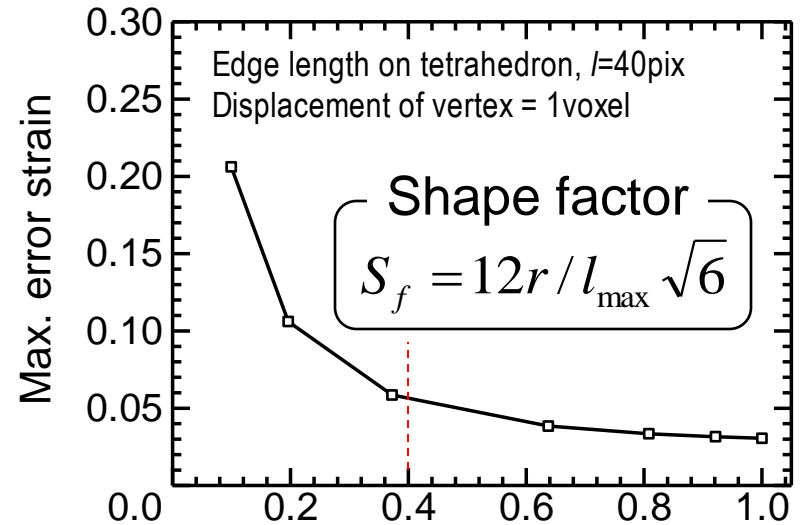


Strain sensitivity ↑

Spatial resolution ↓



Effect of tetrahedron shape



Shape factor of tetrahedron, S_f

r : circumscribed sphere

l_{\max} : max edge length

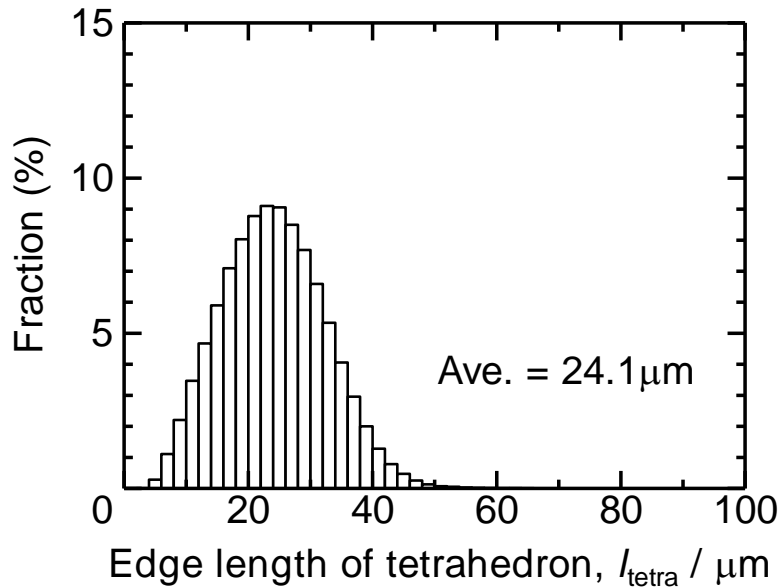
Measured strains

Step	No. of tetrahedron
0 th -1 st (4.8%)	84790
0 th -2 nd (8.8%)	96612

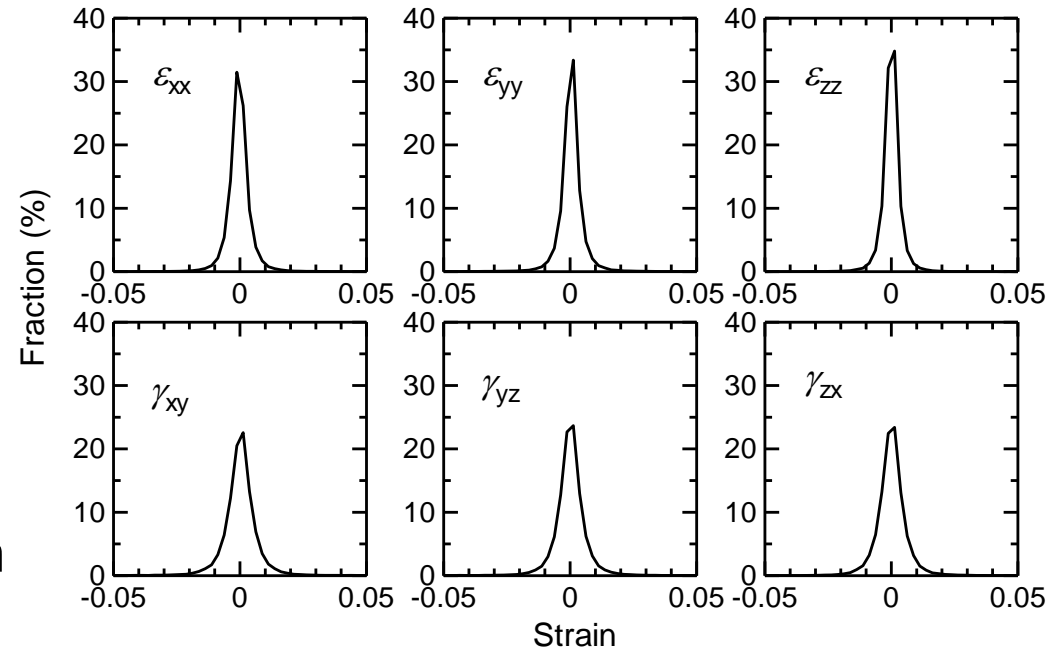
Strain error estimation

$$\frac{1\mu\text{m}}{24.1\mu\text{m}} = 0.042$$

Microtomography resolution

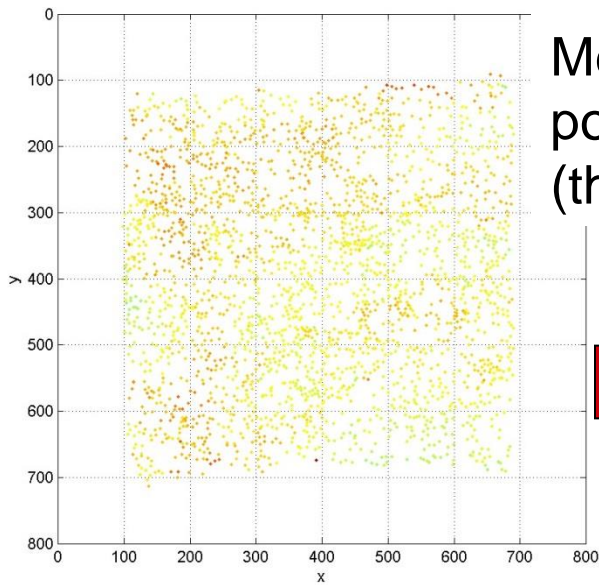


Distribution of edge length of tetrahedron

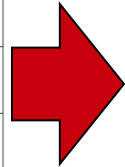


Measured error

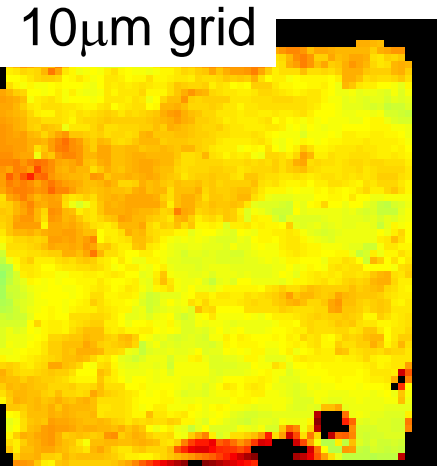
3D strain image map



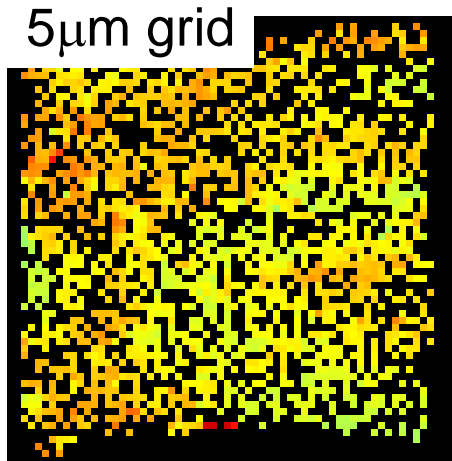
Measured strain position is random.
(thickness=10μm)



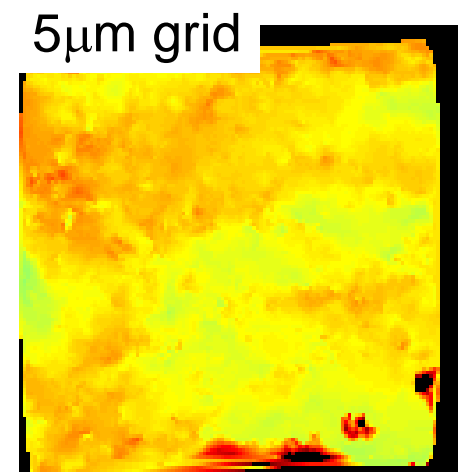
Voxel Image



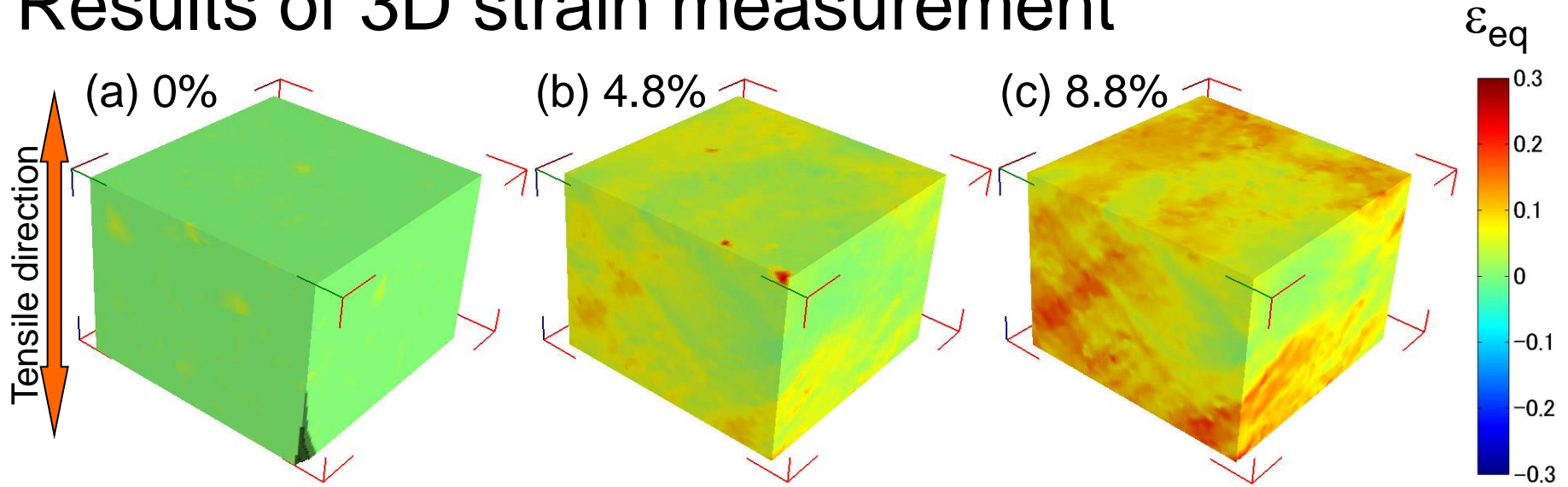
3D linear interpolation



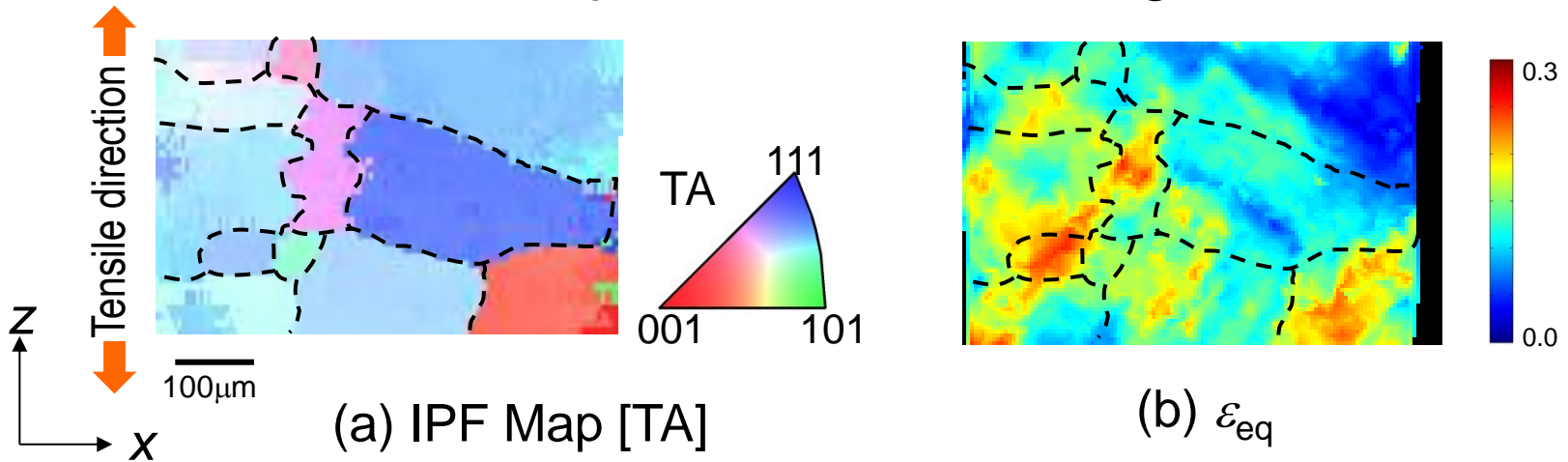
Assign mean value of measured strain on each grid



Results of 3D strain measurement

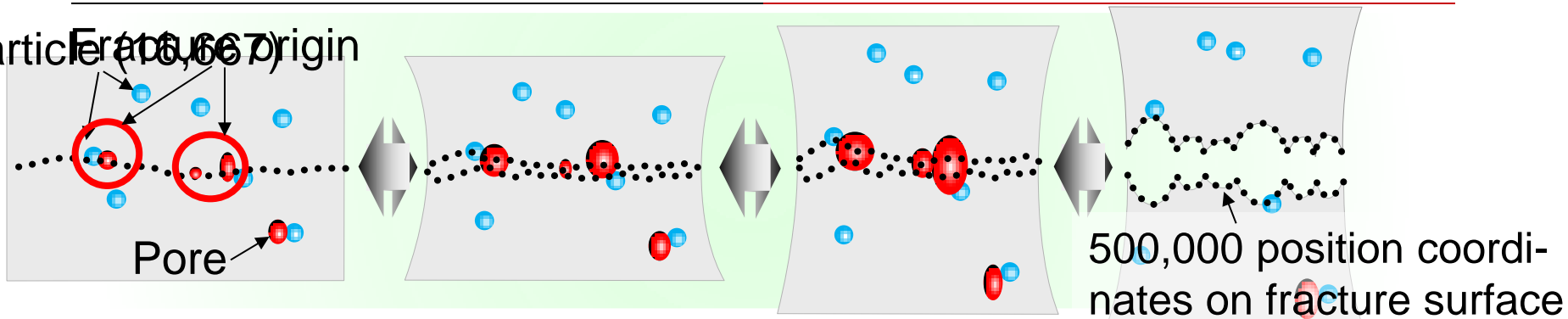


Evolution of equivalent strain during tensile test



Comparison of strain maps with grain microstructure

Particle Fracture Origin



Before loading Loading step 1 Loading step 2 After fracture

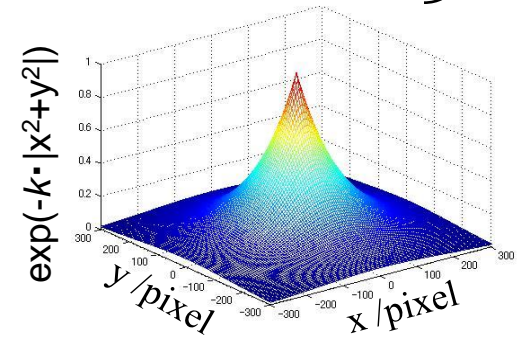
■ 3D離散データ補完: 動径基底関数による局所変位場の定量評価

$$u^i = \sum_{j=1}^N c^j \cdot g(\|p_i - p_j\|)$$

Toda, et al. Acta Mater., 57(2009), 4391

[u^i : particle displacement , $\|\cdot\|$: Euclidean distance between particles,
 $g(\|\cdot\|)$: radial basis functions, c^j : interpolation coefficient to be determined]

$$\begin{pmatrix} u_x^1 & \dots & u_x^N \\ u_y^1 & \dots & u_y^N \\ u_z^1 & \dots & u_z^N \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} c_x^1 & \dots & c_x^N \\ c_y^1 & \dots & c_y^N \\ c_z^1 & \dots & c_z^N \end{pmatrix} \begin{pmatrix} g(\|p_1 - p_1\|) & \dots & g(\|p_1 - p_N\|) \\ \vdots & \ddots & \vdots \\ g(\|p_N - p_1\|) & \dots & g(\|p_N - p_N\|) \end{pmatrix}$$

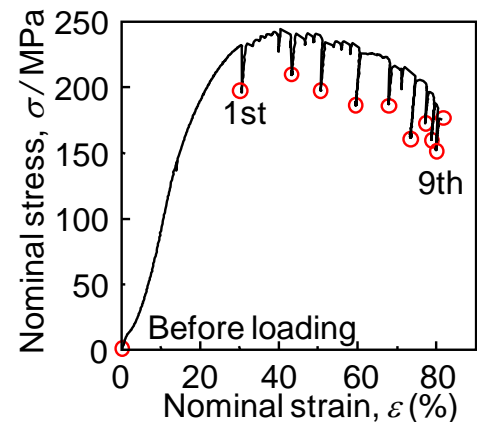
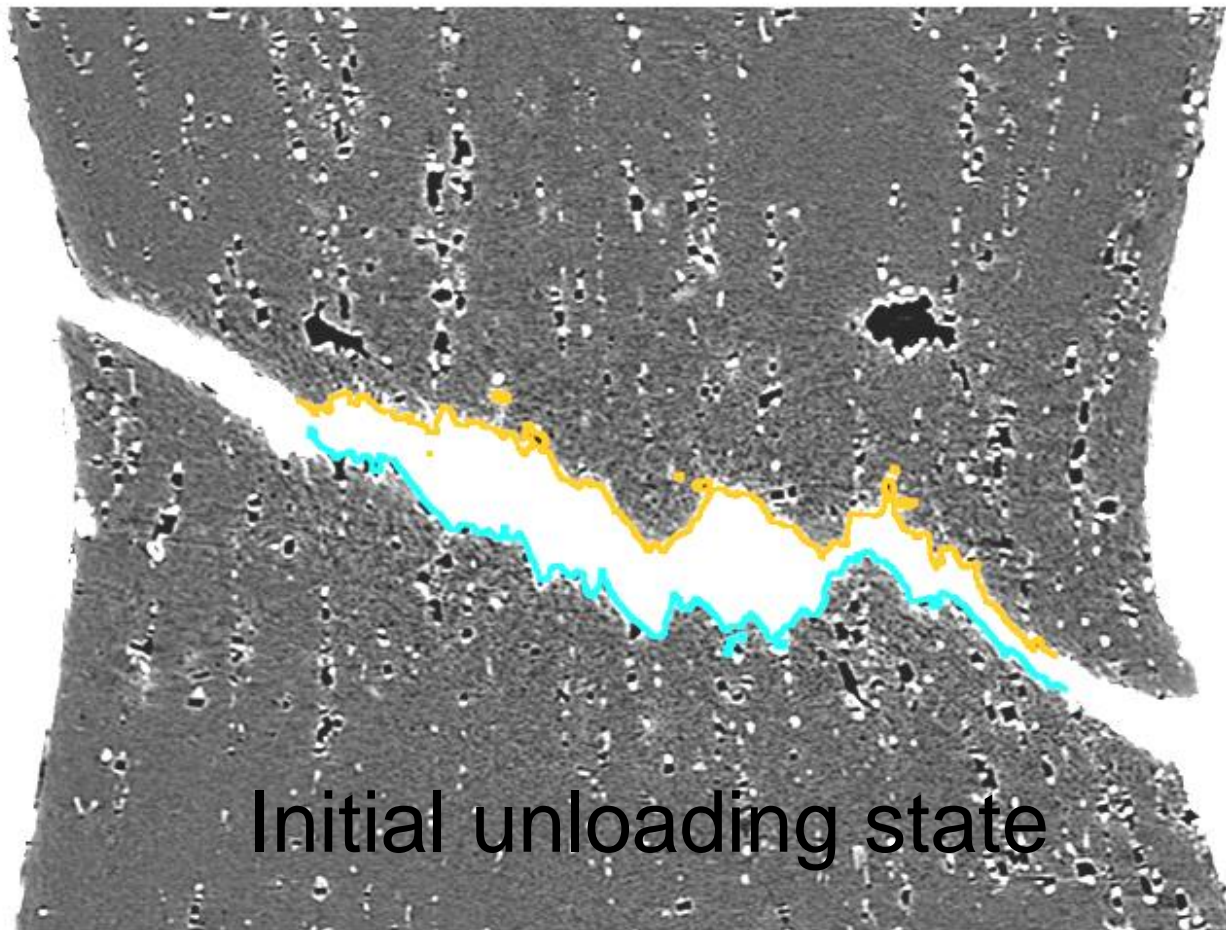


■ 破面座標の時間を遡る軌跡予測

$$u = \sum_{i=1}^N c^j \cdot g(\|P - p_i\|)$$

Gaussian: $g = e^{-k \cdot r}$

4D破壊経路予測結果(平滑材)

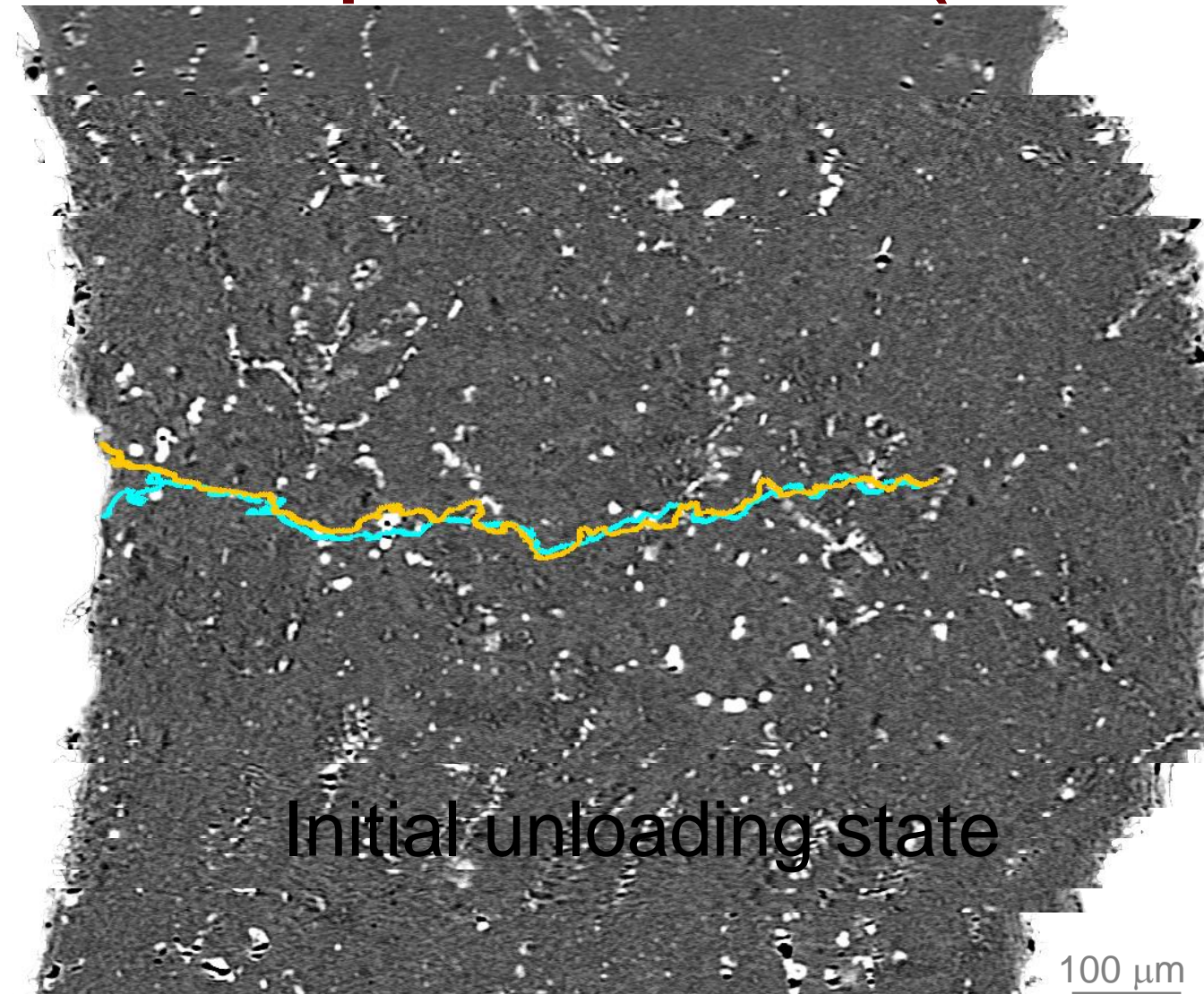


Stress-strain curve

上側(黄色)、下側(青色)の破面の軌跡を時間を遡って予測

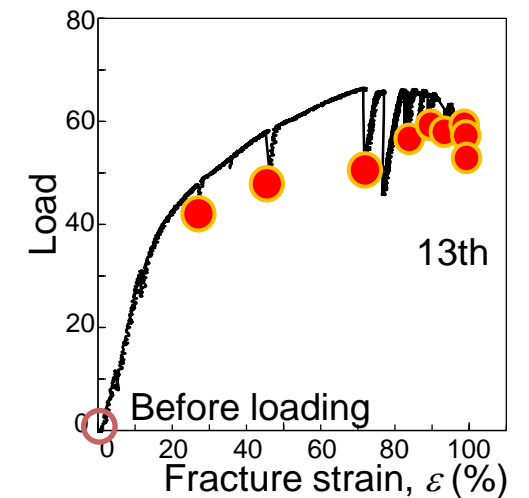
- 顕著な破面の粗さは局所変形の効果で形成
- 負荷前の画像における破壊起点を特定。破面形成をもたらしたミクロ組織特徴点は、主に内在水素ミクロポア

Fracture path estimation (R0.5 mm notch)



Initial unloading state

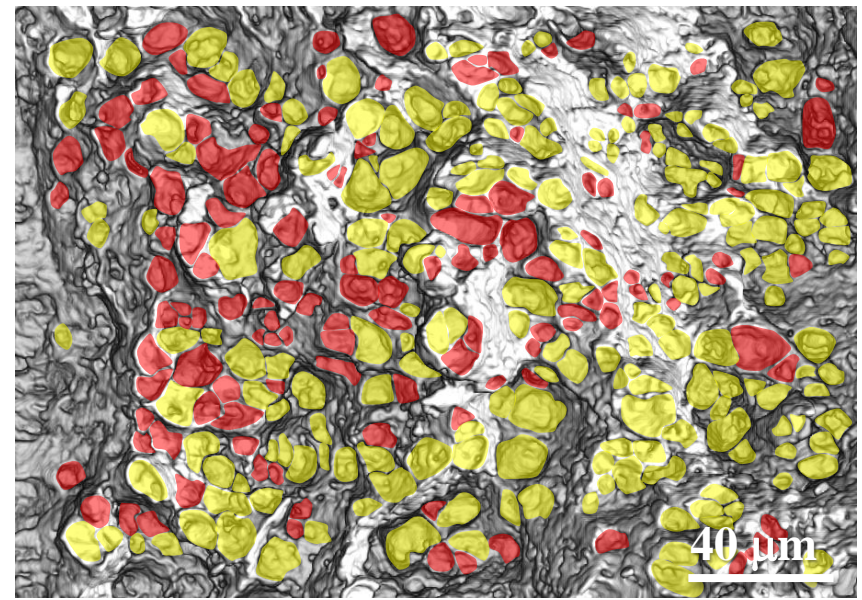
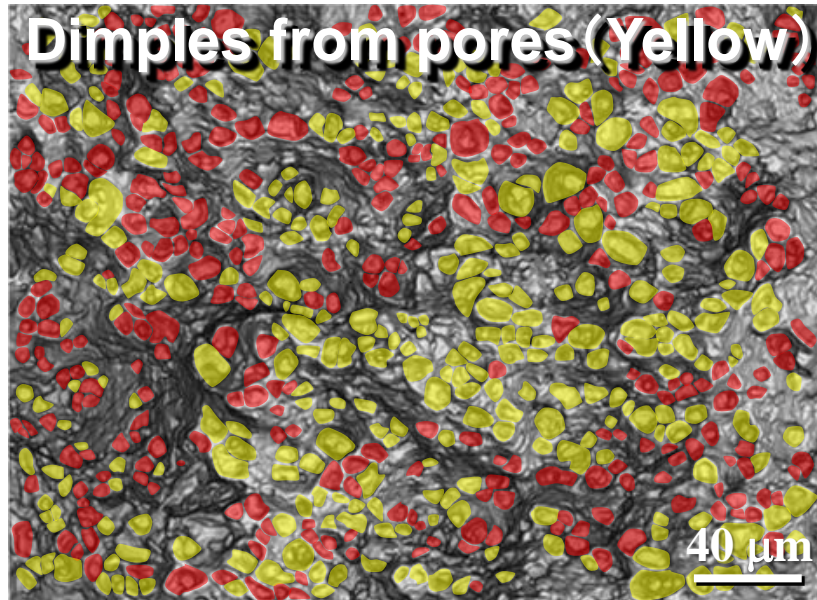
100 μm



Stress-strain curve

Reverse chronological tracking of the two fracture surfaces

Dimple patterns originated from H pores



Fracture surface (Unnotched)

Fracture surface (Pre-cracked)

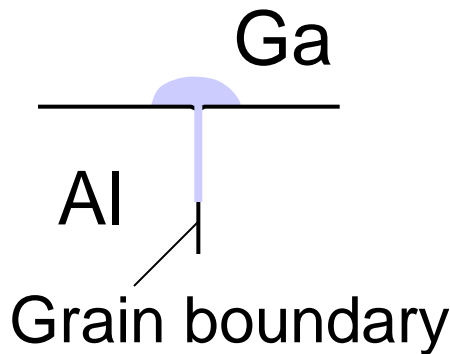
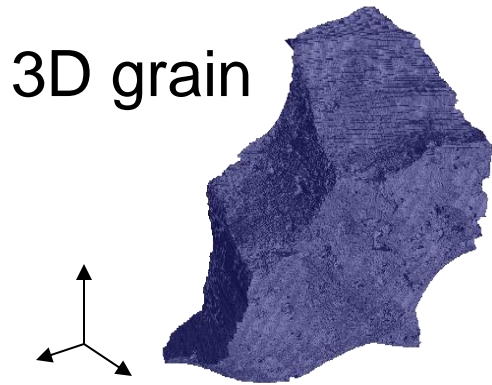
Dimple patterns originated from micro pores in the three TPs

Properties		Unnotched	Notched	Pre crack
Avg. diameter (μm)	Micro pore	3.7	4.6	4.2
	Particle damage	3.3	3.6	3.8
Areal fraction (%)	Micro pore	54.6	< 62.3	< 67.1
	Particle damage	45.4	37.7	32.9

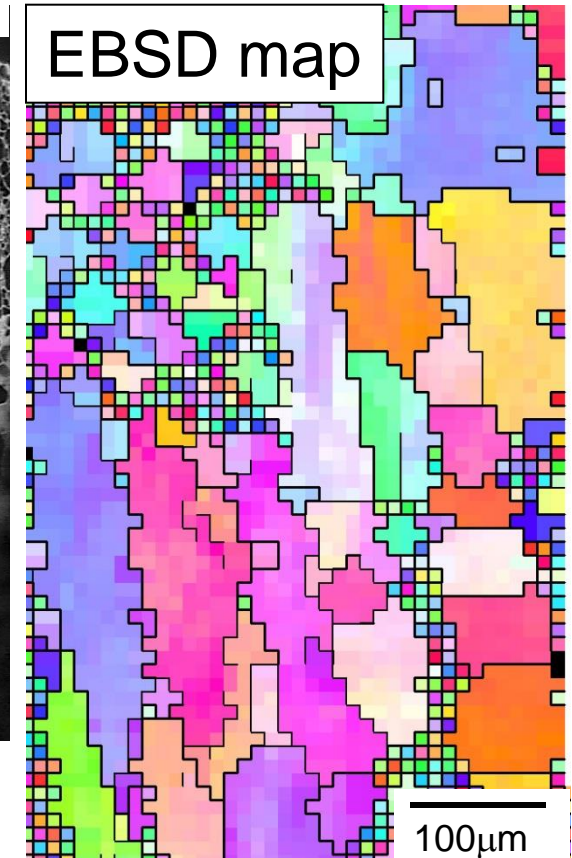
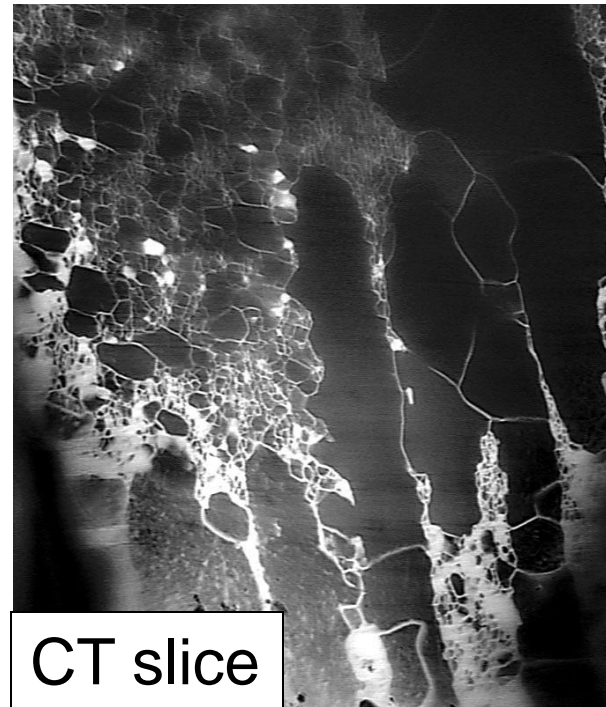
■ Dimples originated from H pores occupy more than 50 %

■ Fractional area increases with the increase in stress triaxiality

粒界可視化



Liquid metal wetting

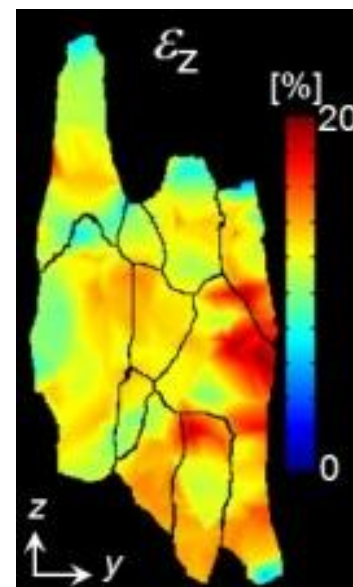
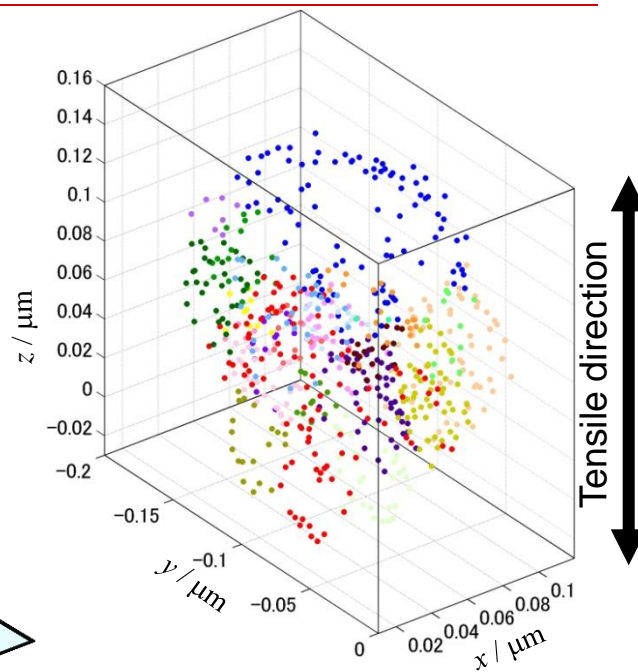
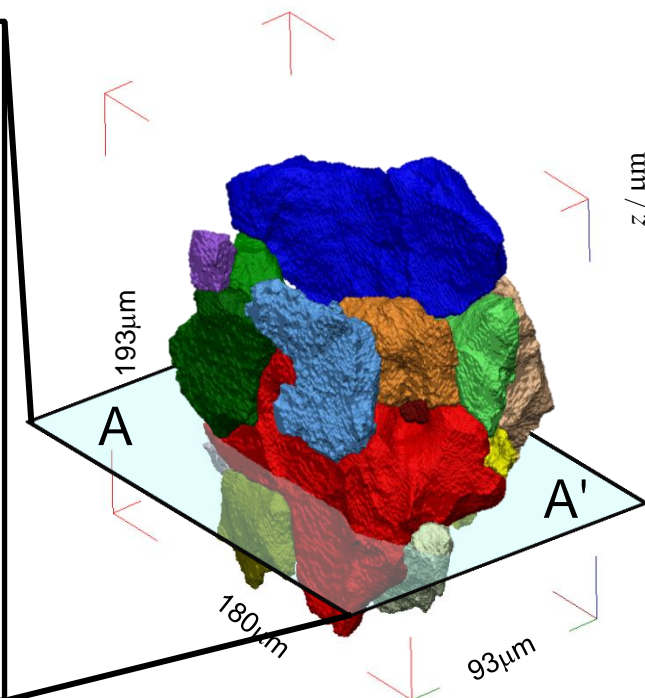
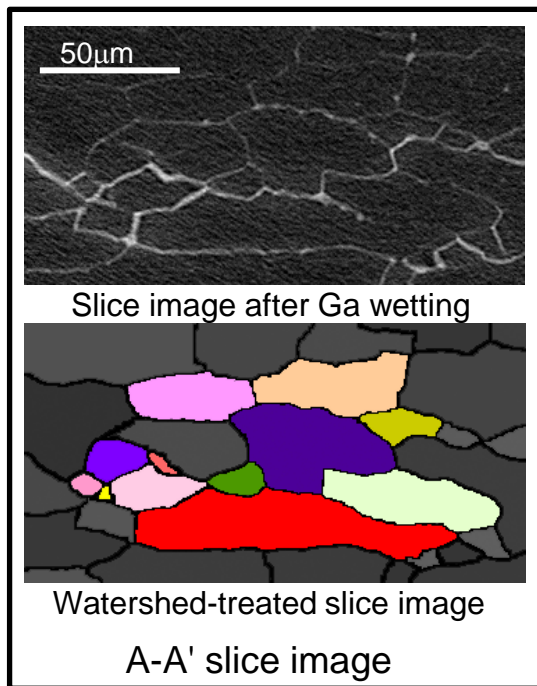


Linear absorption coefficient in 20KeV

Aluminum	8.56 cm^{-1}
Gallium	239.27 cm^{-1}

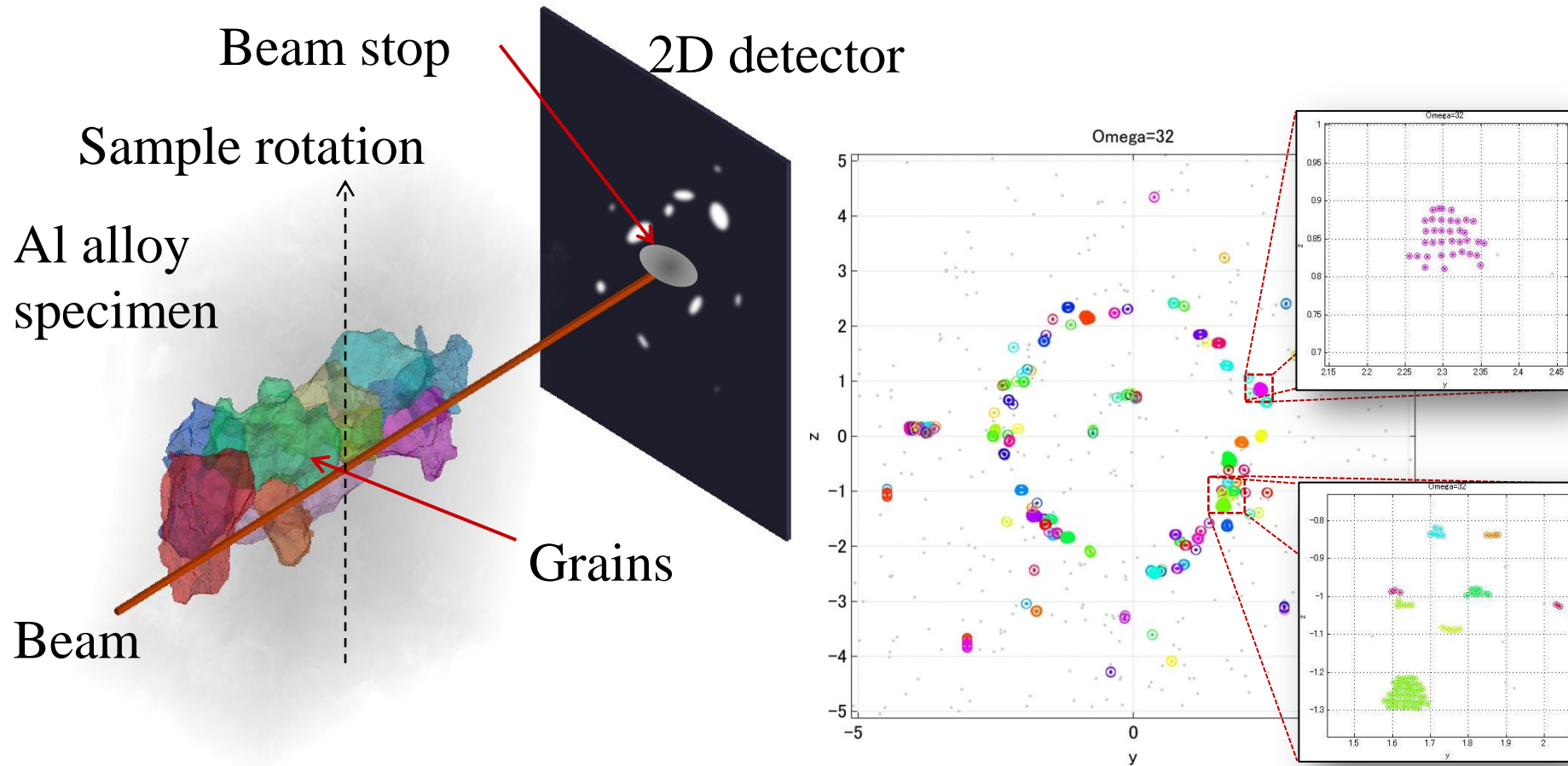
- ✓ Available for heavy deformation
- ✓ Real 3D morphology

結晶粒の変形解析



その場観察＋粒界可視化＋特徴点追跡
解析をおこなうことで、個々の結晶粒の変
形挙動を解析可能

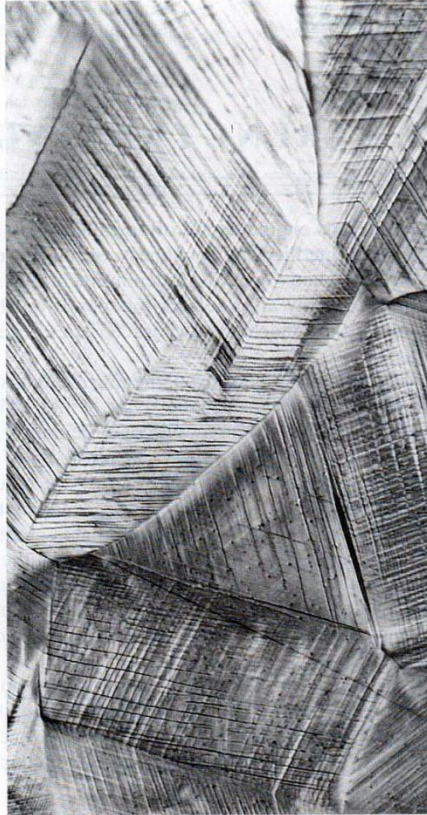
CT+XRDによる結晶方位の3D測定



CTに加え, X線回折も行うことで, 個々の結晶粒の結晶方位の測定も可能

すべり変形解析

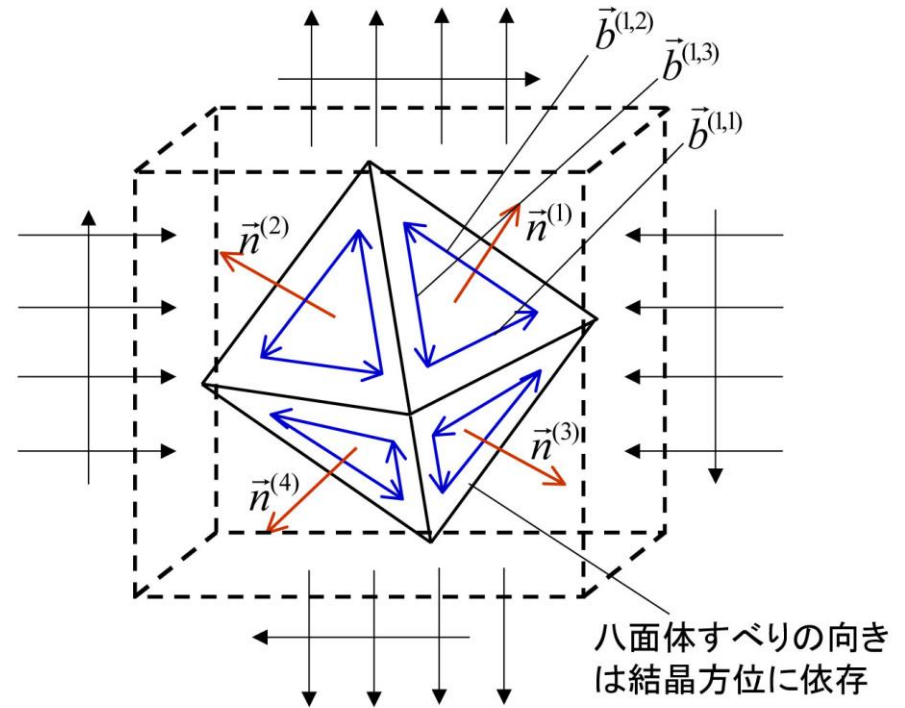
すべり変形



銅多結晶試料表面のすべり線

W.D. Callister, Jr., Materials Science and Engineering an Introduction, WILEY(2003)

FCCのすべり系



$(111)[\bar{1}10]$, $(111)[\bar{1}01]$, $(111)[0\bar{1}1]$,
 $(\bar{1}11)[110]$, $(\bar{1}11)[101]$, $(\bar{1}11)[01\bar{1}]$,
 $(1\bar{1}1)[110]$, $(1\bar{1}1)[10\bar{1}]$, $(1\bar{1}1)[01\bar{1}]$,
 $(11\bar{1})[\bar{1}10]$, $(11\bar{1})[101]$, $(11\bar{1})[011]$

すべり系によって為される結晶の変形 ⇒結晶塑性モデル

$$\nabla_j u_i = E_{ij} + (\Omega_{ij} - \omega_{ij}^*) = \mathbf{g}(\varepsilon_{ij} + \omega_{ij})$$

結晶の変形ひずみ

すべりによるひずみ

E_{ij} : ひずみテンソル

Ω_{ij} : 回転成分

ω_{ij}^* : 変形前後の方位回転

\mathbf{g} : 結晶方位マトリックス

ε_{ij} : すべり変形によるひずみ量

ω_{ij} : すべり変形による回転量

ひずみ:
$$\varepsilon_{ij} = \sum_{\alpha, \beta} \frac{1}{2} \gamma^{(\alpha\beta)} \left(n_i^{(\alpha)} l_j^{(\alpha\beta)} + n_j^{(\alpha)} l_i^{(\alpha\beta)} \right) = \sum_{\alpha, \beta} \gamma^{(\alpha\beta)} C_{ij}^{(\alpha\beta)}$$

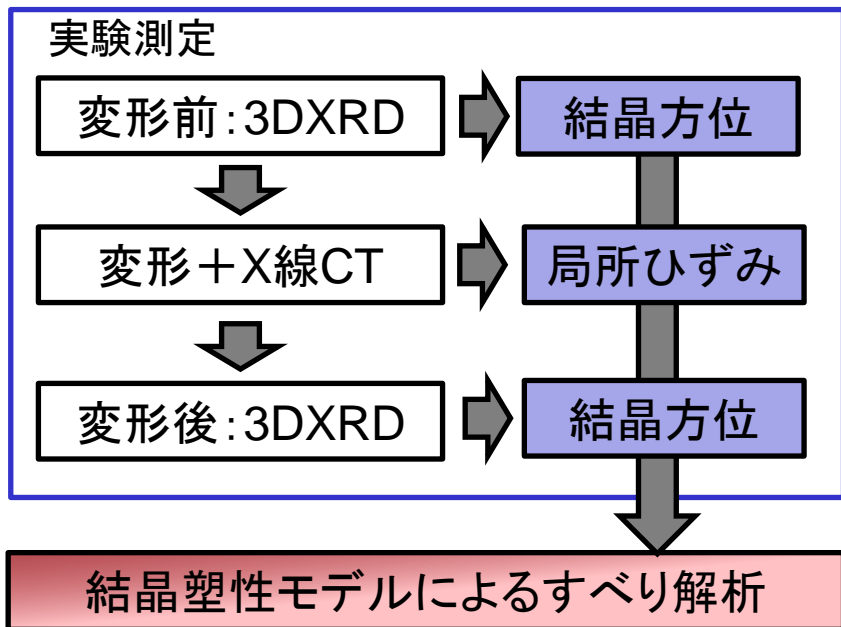
回転:
$$\omega_{ij} = \sum_{\alpha, \beta} \frac{1}{2} \gamma^{(\alpha\beta)} \left(n_i^{(\alpha)} l_j^{(\alpha\beta)} - n_j^{(\alpha)} l_i^{(\alpha\beta)} \right) = \sum_{\alpha, \beta} \gamma^{(\alpha\beta)} D_{ij}^{(\alpha\beta)}$$

α と β : すべり面とすべり方向

$\gamma^{(\alpha\beta)}$: $\alpha\beta$ すべり系のすべり量

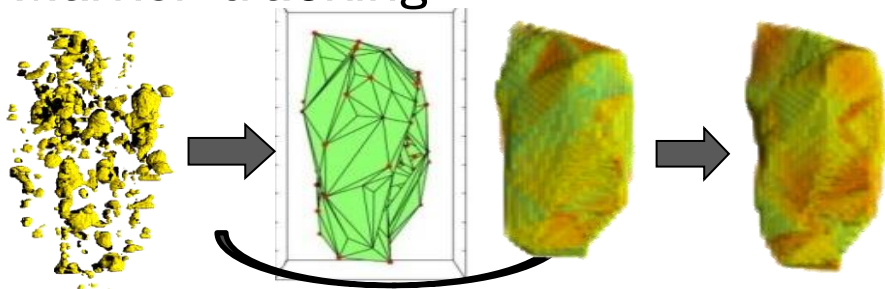
$n^{(\alpha)}$: すべり面法線ベクトル

$l^{(\alpha\beta)}$: すべり方向ベクトル



X線CTで結晶粒の3Dひずみを計測

Marker tracking



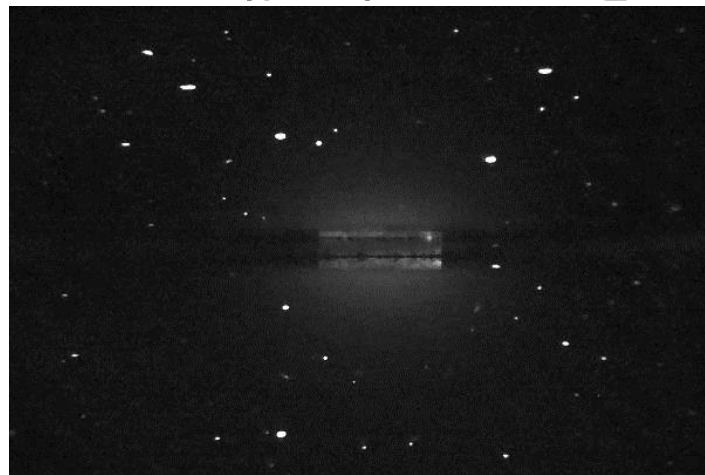
3D strain: $E_{xx}, E_{xy}, E_{xz}, E_{yy}, E_{yz}, \Omega_{xy}, \Omega_{xy}, \Omega_{xy}$

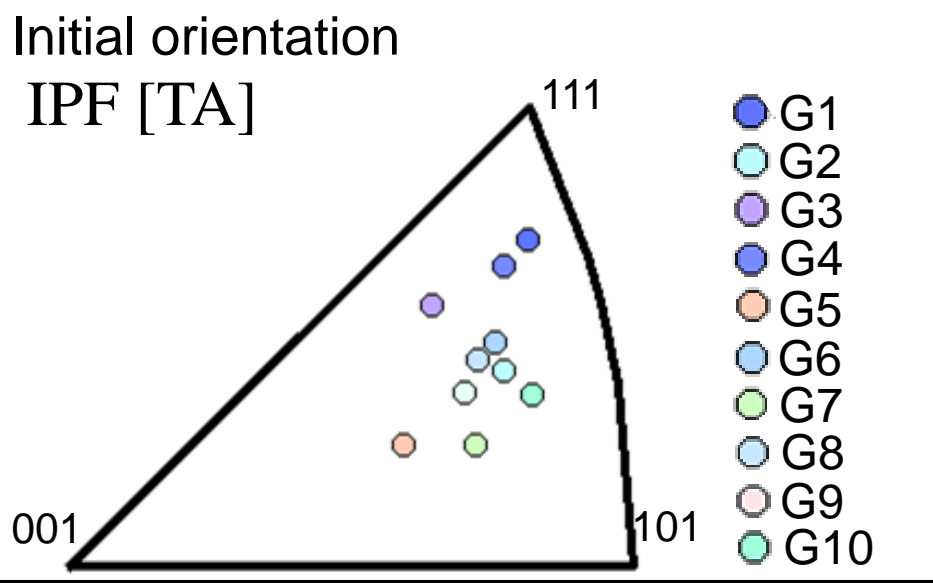
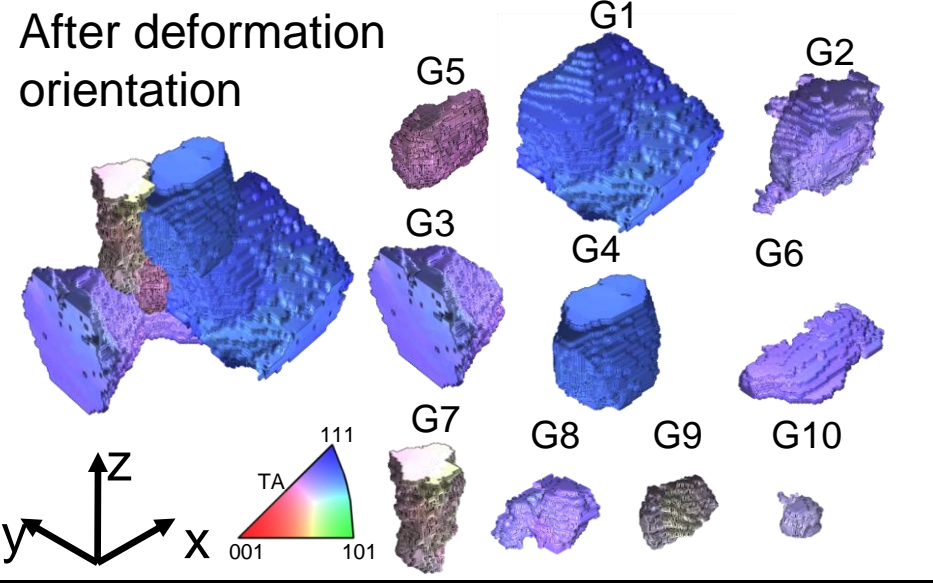
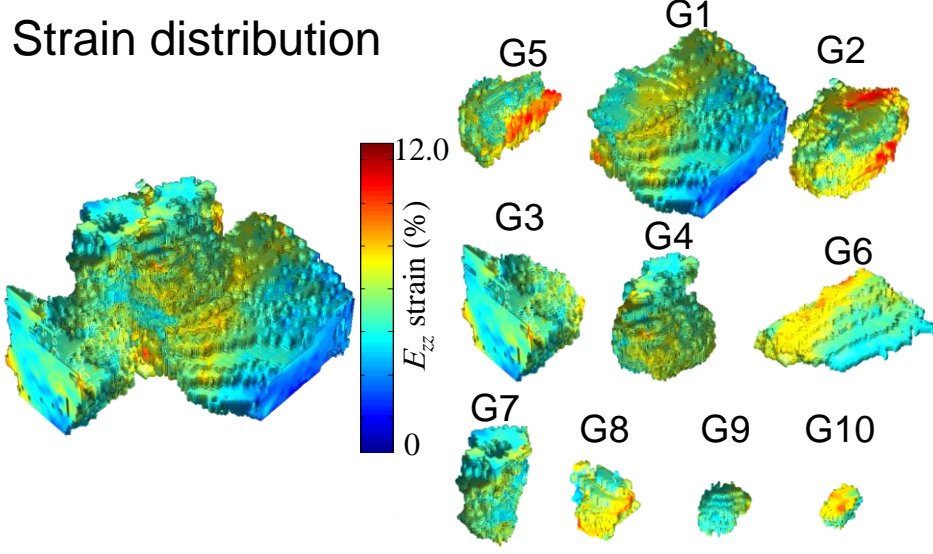
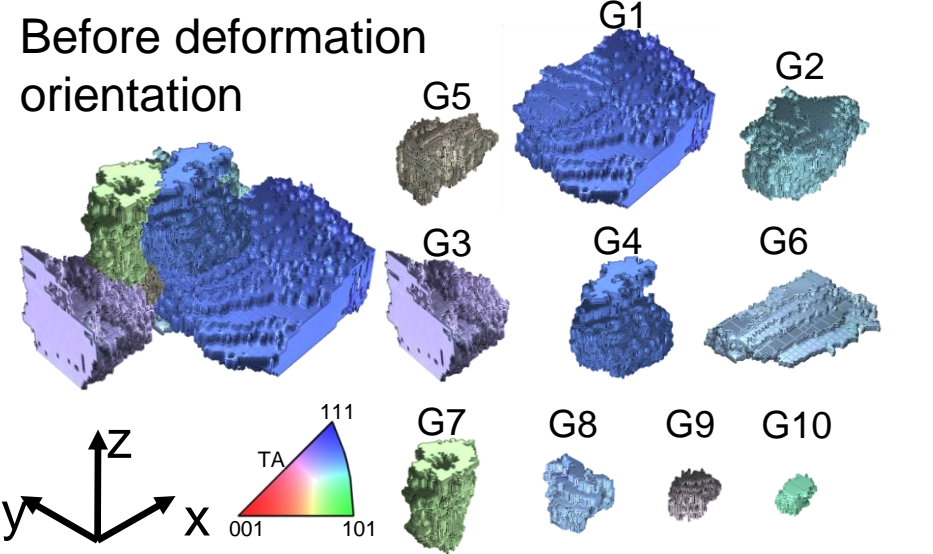
$$E_{ij} + (\Omega_{ij} - \omega_{ij}^*) = \mathbf{g}(\varepsilon_{ij} + \omega_{ij})$$

放射光を使った非破壊三次元計測技術(X線CTと3DXRD)を2つ組合せて、局所的な変形ひずみと結晶方位を取得。

そして、結晶塑性モデルを使ってすべり変形を解析。

3DXRDで結晶粒の方位を計測





試験片中央にある10個の結晶粒を抽出してすべり系解析

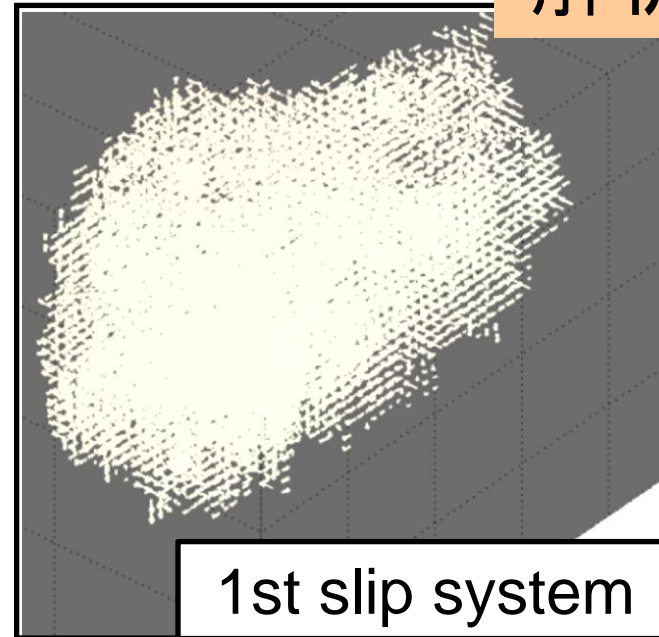
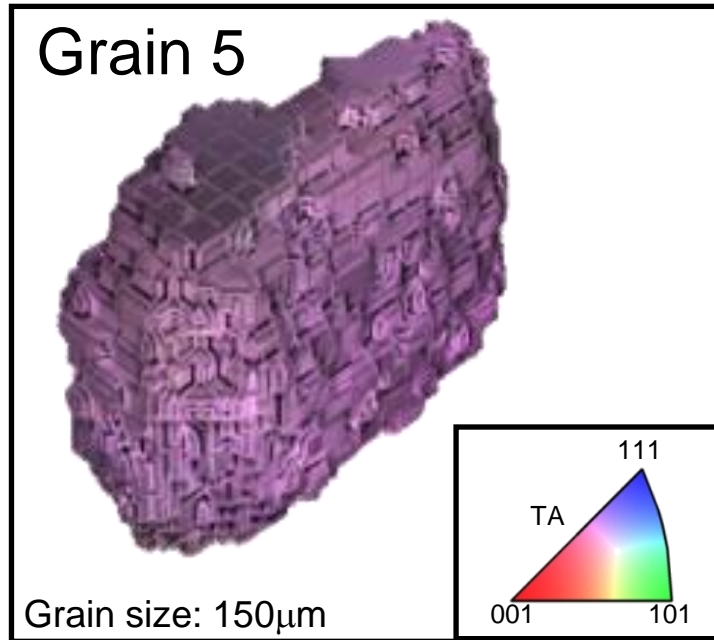
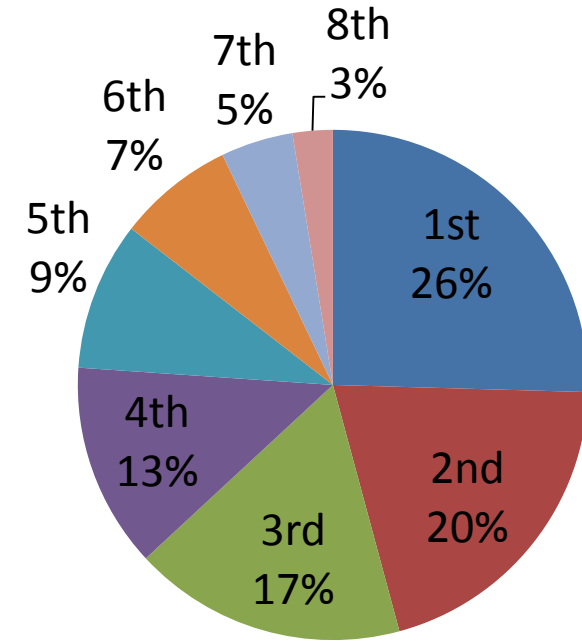
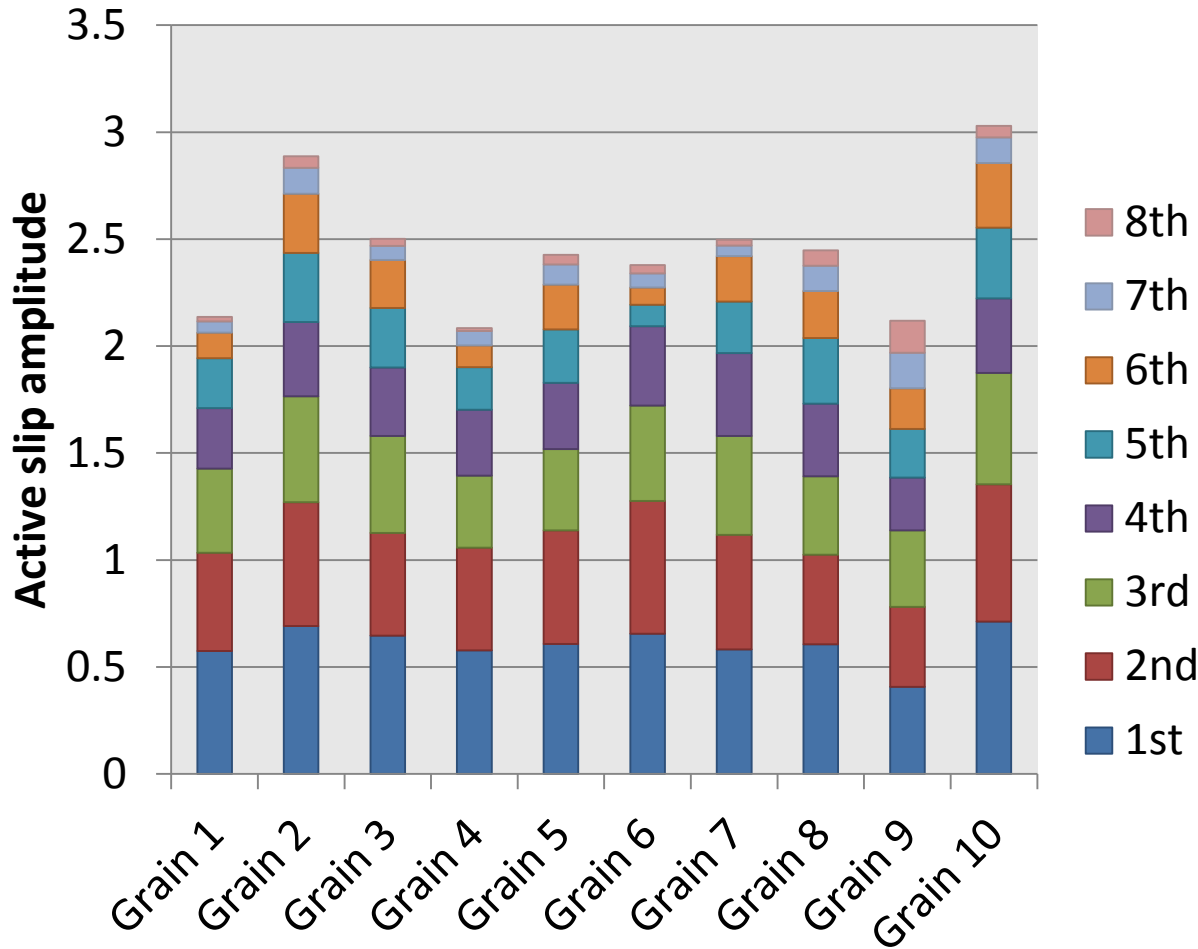


Table Result of slip analysis (one point data)

slip system	(h k l)	[u v w]	Amplitude, γ	Ratio, γ/γ_{1st}
1st	(- 1 1 1)	[0 1 - 1]	<u>-0.75</u>	<u>1.000</u>
2nd	(1 - 1 1)	[1 0 - 1]	0.44	0.586
3rd	(1 1 - 1)	[- 1 1 0]	0.36	0.480
4th	(1 - 1 1)	[0 1 1]	-0.34	0.453
5th	(1 1 1)	[0 - 1 1]	0.26	0.347
6th	(1 1 - 1)	[0 1 1]	0.21	0.280
7th	(- 1 1 1)	[1 0 1]	0.08	0.107
8th	(1 1 1)	[- 1 0 1]	0.01	0.013

解析結果



すべり系の活動度合
(10個の結晶粒の平均)

各結晶粒のすべり系の活動度合(各結晶粒の平均値)

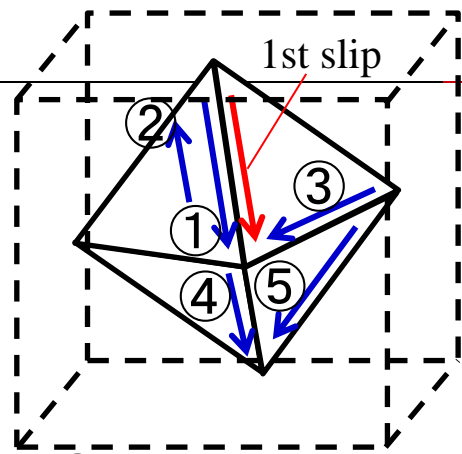
Grain 1, 4, 9のすべり量は少ない。Grain 2, 10のすべり量が多い。

1次すべり系と2次すべり系の活動度合は同等である。

概ね6次すべり系までが働いている。(7次と8次は働きが少ない)

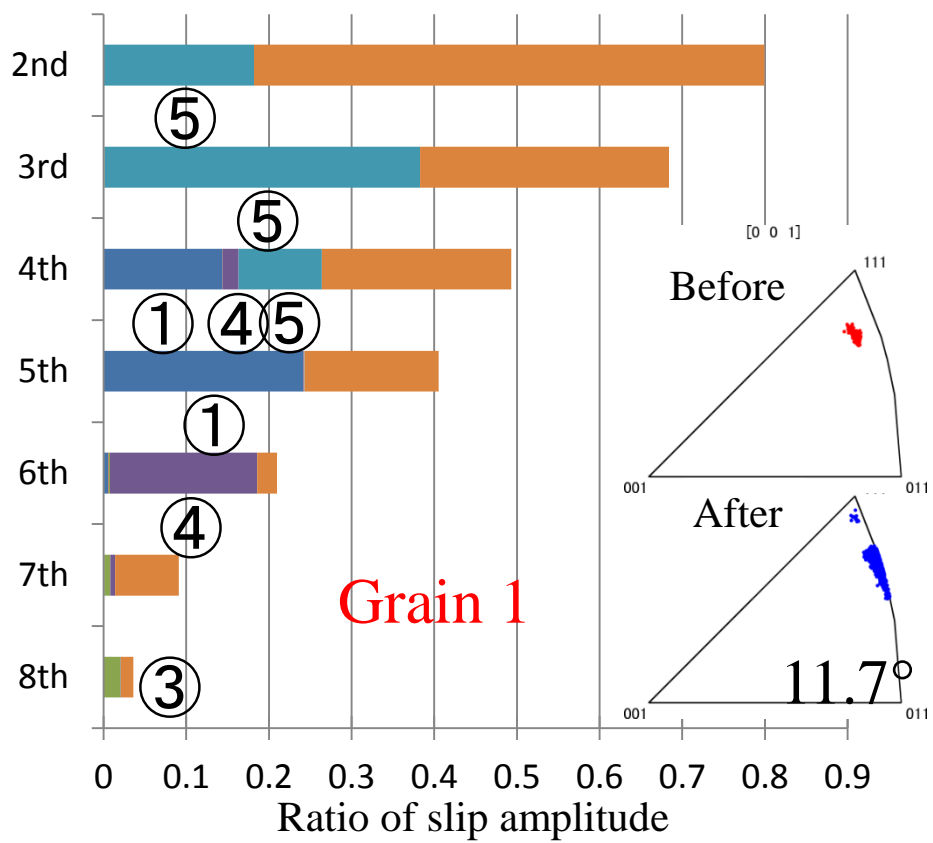
解析結果

1次すべりを基準にしたすべり関係

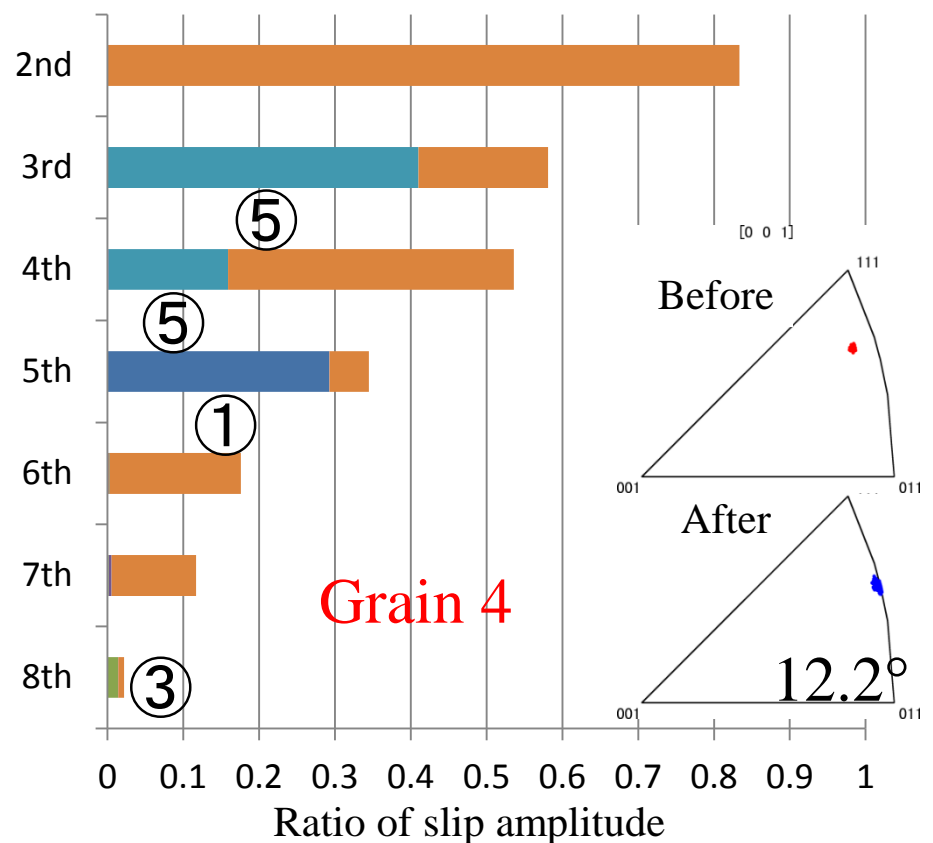


類似の方角で、似た傾向がみられる

① ② ③ ④ ⑤ Others

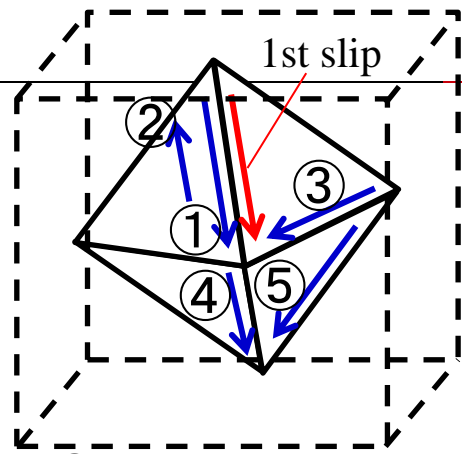


① ② ③ ④ ⑤ Others



解析結果

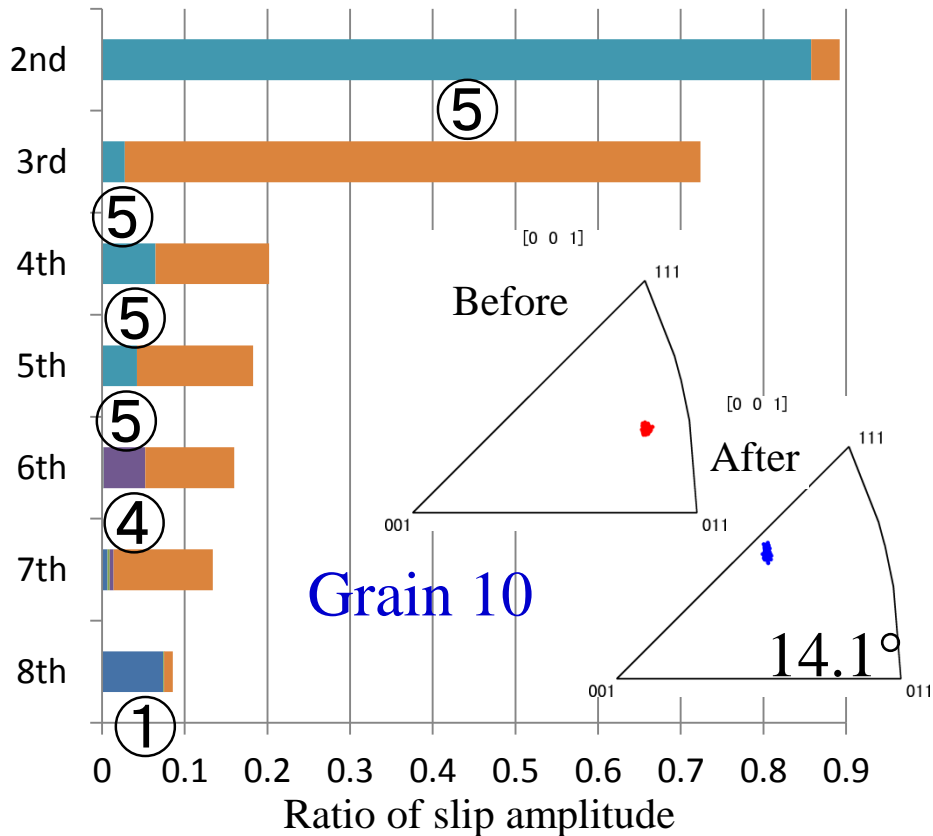
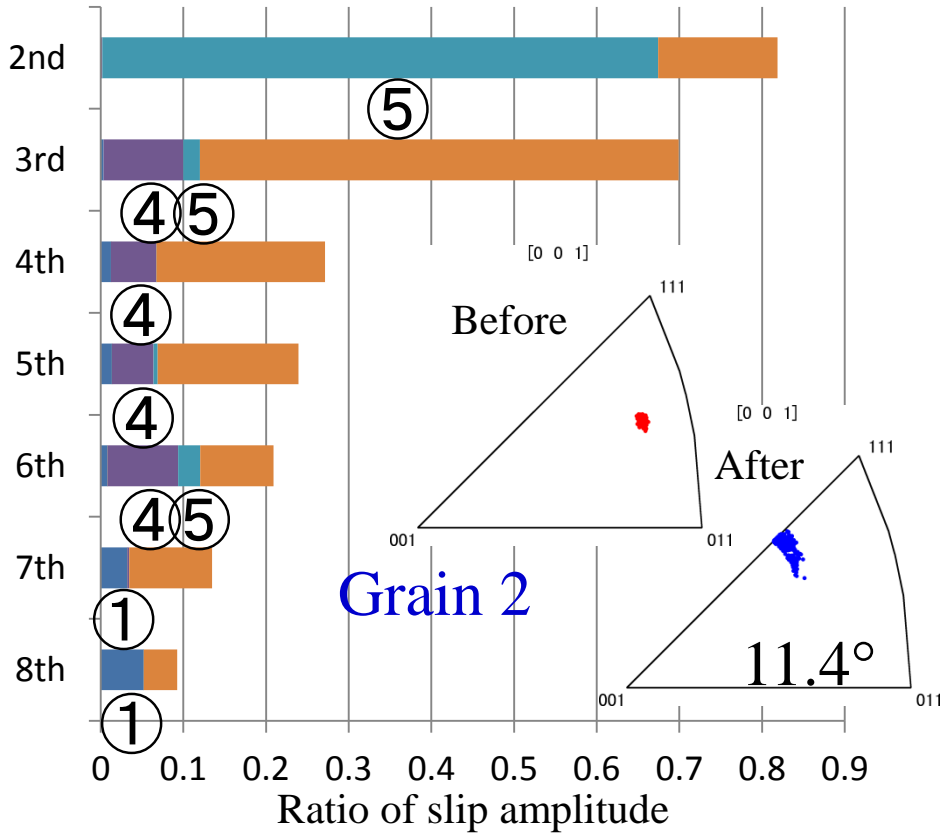
1次すべりを基準にしたすべり関係



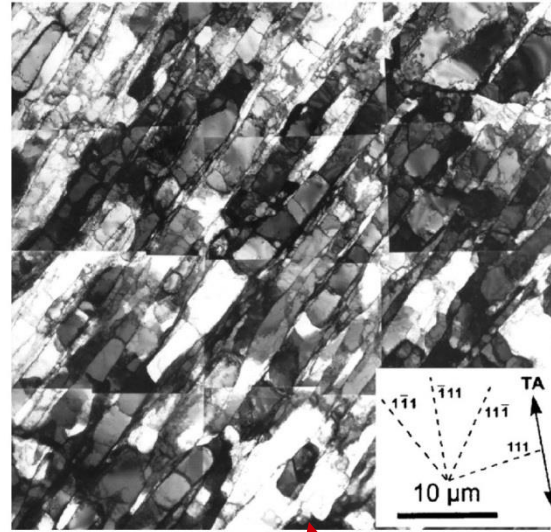
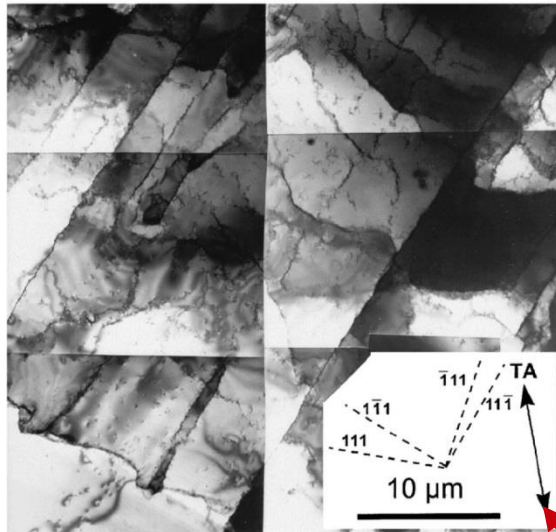
類似の方位で、似た傾向がみられる

① ② ③ ④ ⑤ Others

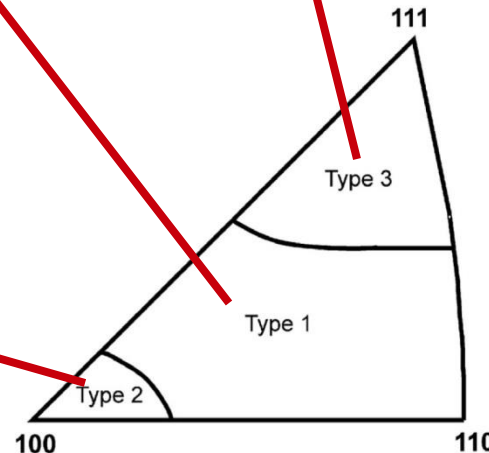
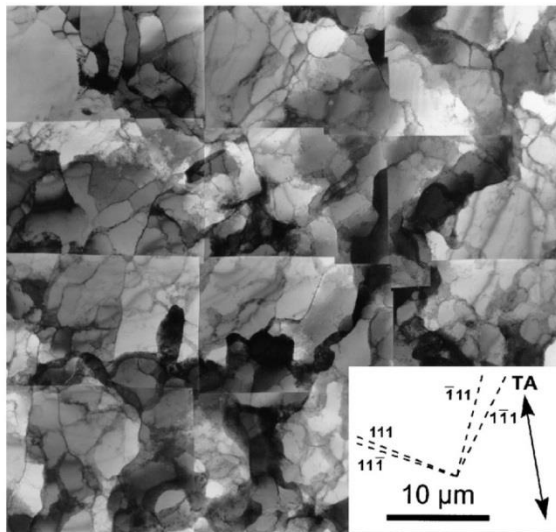
① ② ③ ④ ⑤ Others



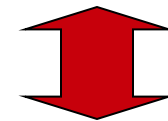
Development of microstructure during deformation



TEM observation
in aluminum



Dislocation cell structure
depend on deformation
and orientation.

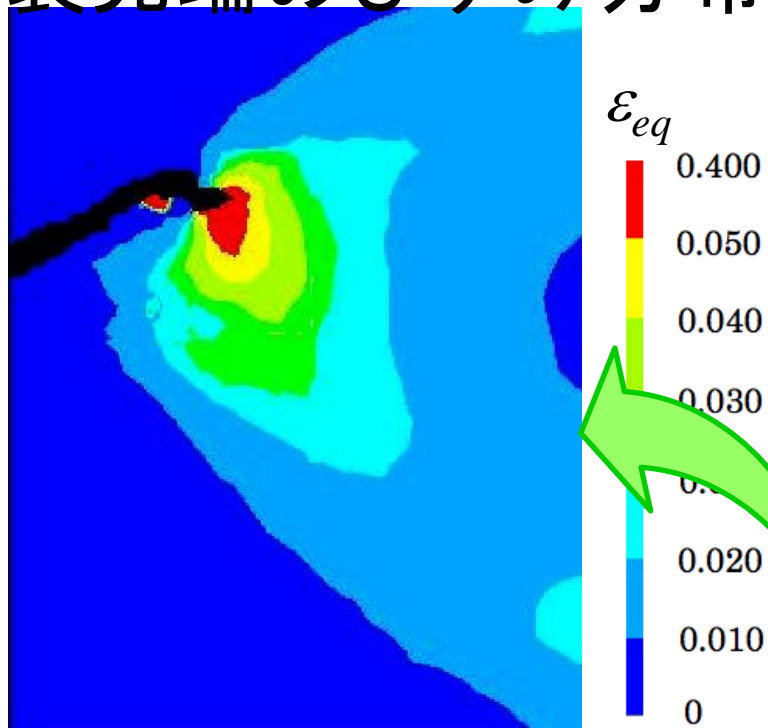


Slip system activity

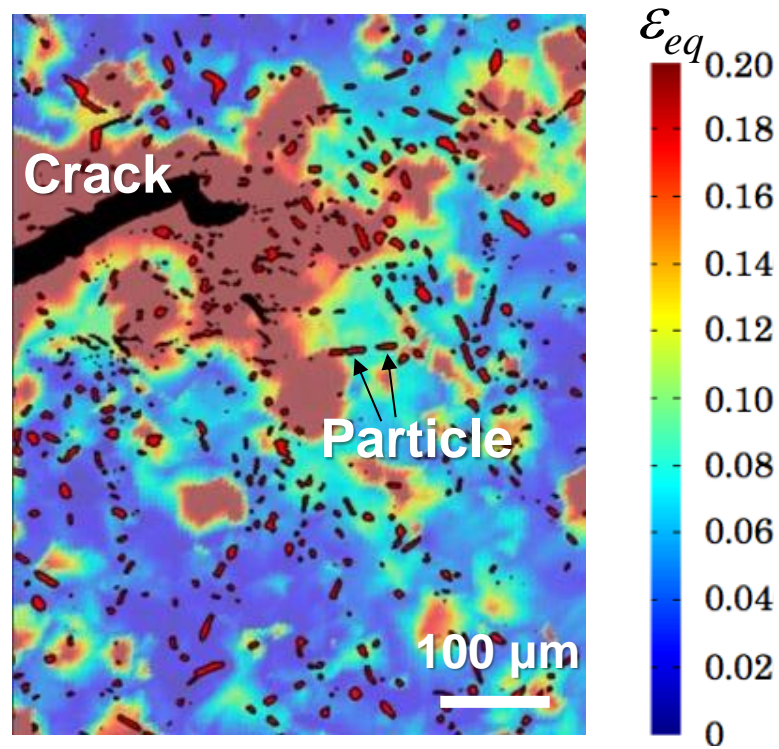
X. Huang: Scripta Mater. 38 (1998) 1697-1703

G. Winther: Acta Materialia 56(2008) 1919-1932.

き裂先端のひずみ分布

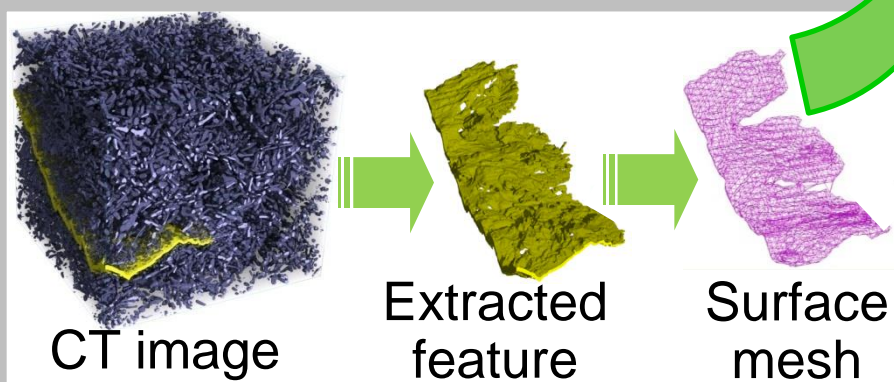


Phys. Rev. Lett., (2008), 115505



イメージベースシミュレーションによる歪分布

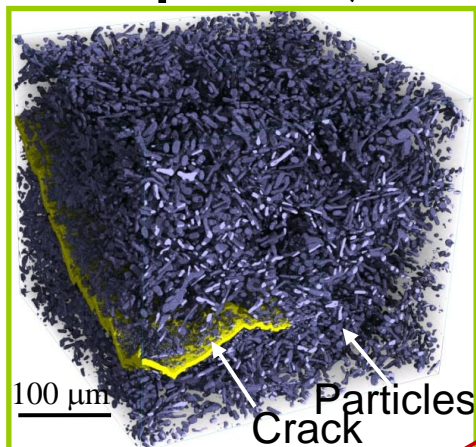
マイクロ組織追跡法による実測



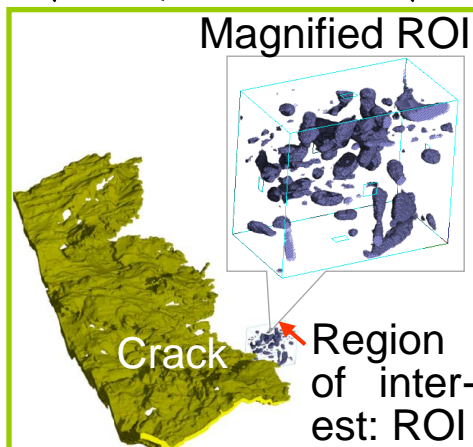
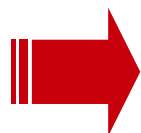
3Dイメージベースシミュレーション

- 3D複雑形状によりき裂先端歪み分布はいびつ（左の計算）
- 実測した歪み場（右図）は、マイクロ組織の強い影響を受け、それよりはるかに複雑

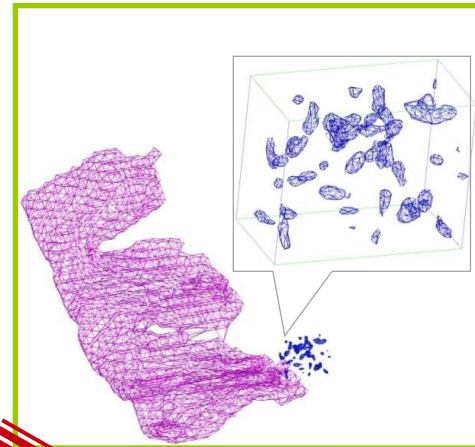
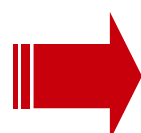
3Dイメージベース・シミュレーション



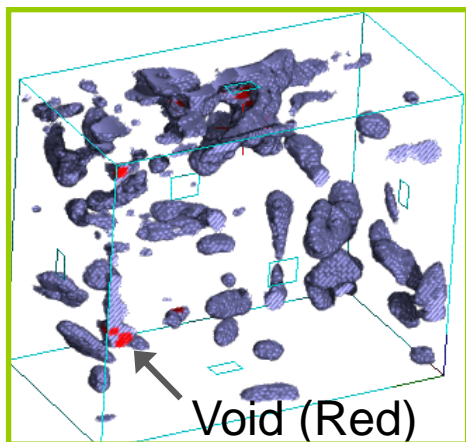
トモグラフィー像



抽出した構造 (き裂とポア)

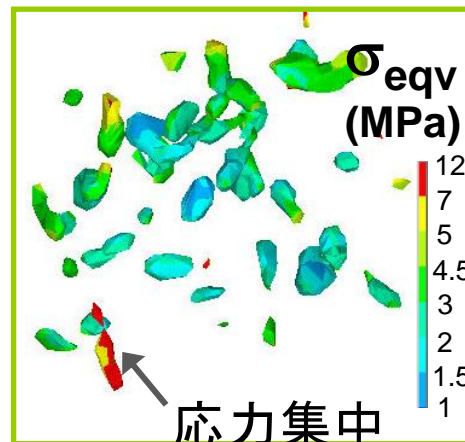


表面メッシング



4D実験で観察されたダメージ

検証



イメージベース・シミュレーション

Phys. Rev. Lett., 100 (2008), 115505

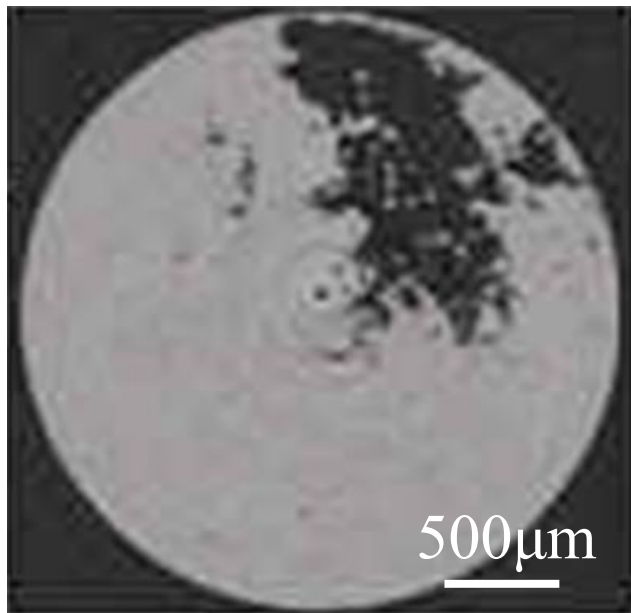
- 4D観察と計算解析のダイレクトな比較可能
- 現実を再現するシミュレーションモデルの開発

<最近の観察手法について>

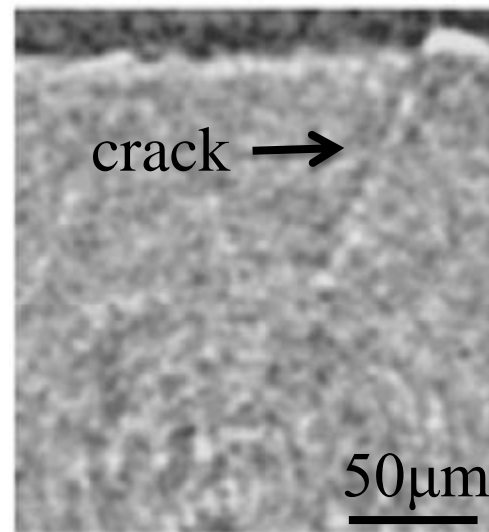
- X線の透過し難い材料への適用（高エネルギーの利用）
- 吸収差の少ない材料の識別（位相の活用）
- 元素濃度マッピング
- 数百nmの分解能観察
- 広領域撮像（オフセットCT, ラミノグラフィー）
- その場観察（高速撮像）

鉄鋼材料への応用

過去の結果



- Creep void in SUS
 - Hutch No. 1, BL20XU
 - 90 keV, resol'n : 4.5 μm
- Cheong et al., 2007A beam time report, SPring-8



- Fretting fatigue crack in S35C
 - Hutch No. 1, BL19B2
 - 35 keV, resol'n: 26μm
- Shiozawa et al., Journal of The Society of Materials Science, Japan, 56(2007), 951-957.

日本鉄鋼協会・産発プロジェクト展開鉄鋼研究(H23~H25) 「4Dイメージング実現による鉄鋼材料研究の飛躍的高度化」

(研究代表: 九大 戸田裕之 教授)

I. 研究項目1

- A. 空間分解能 1 μm 、サイズ \square 600 μm のバルク高分解能 3Dイメージング実現
- B. 鉄鋼材料の結晶粒界3D可視化を可能にする技法の開発
- C. 鉄鋼材料中のNb、Mo、Ta、Wなどの4D元素濃度マッピング法の確立

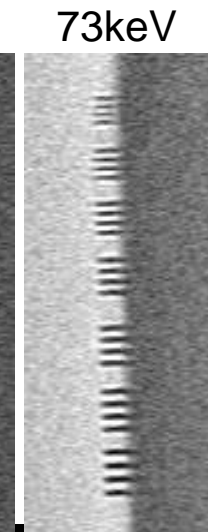
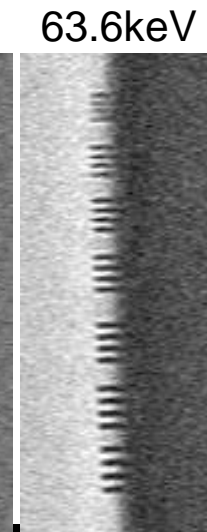
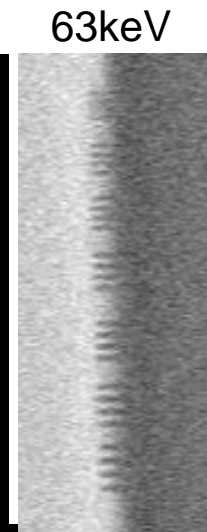
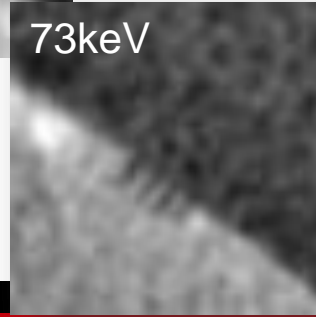
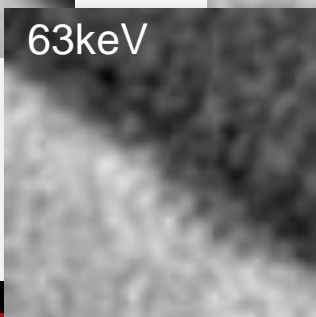
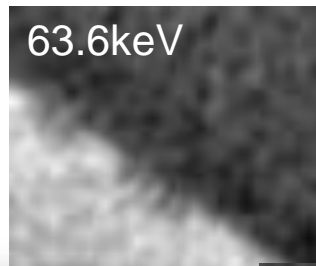
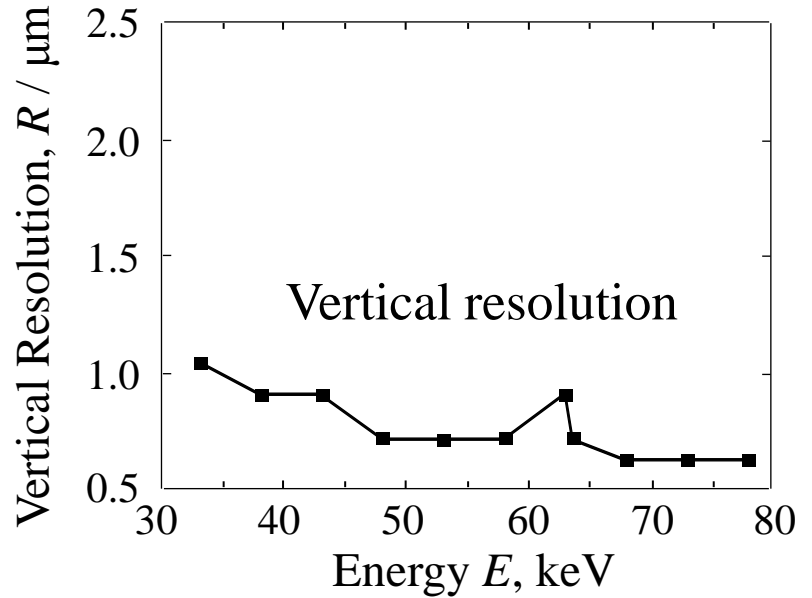
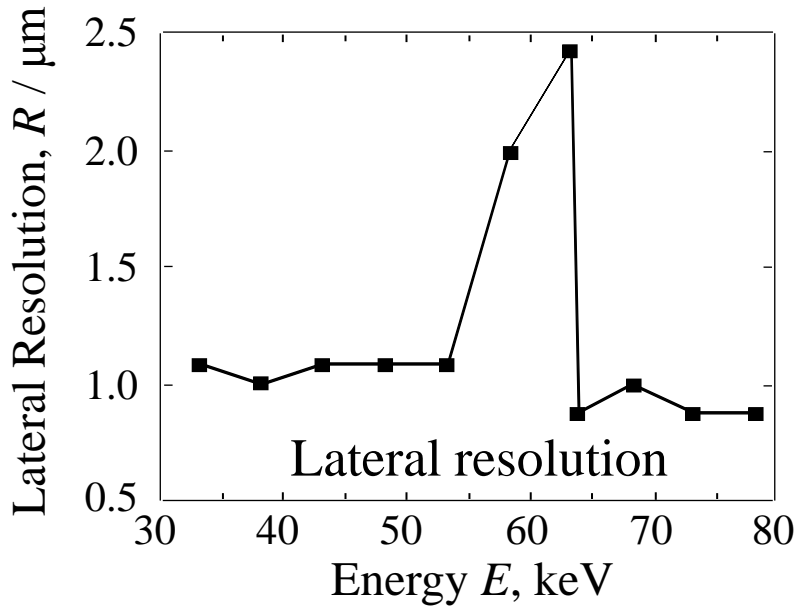
II. 研究項目2

鉄鋼の塑性変形・損傷破壊機構の4Dイメージングと真の機構・起源の解明

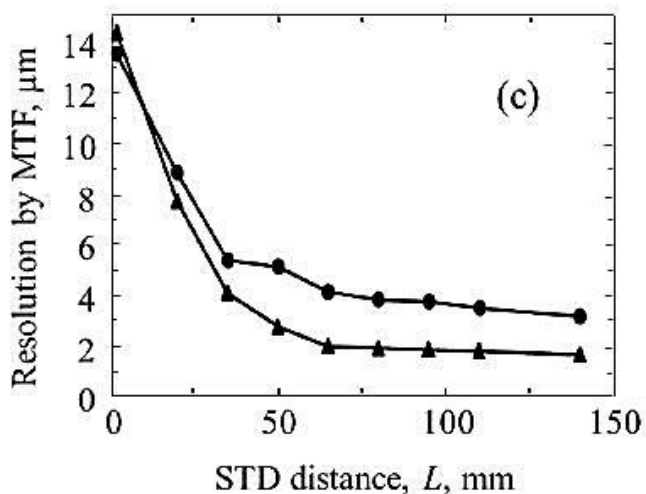
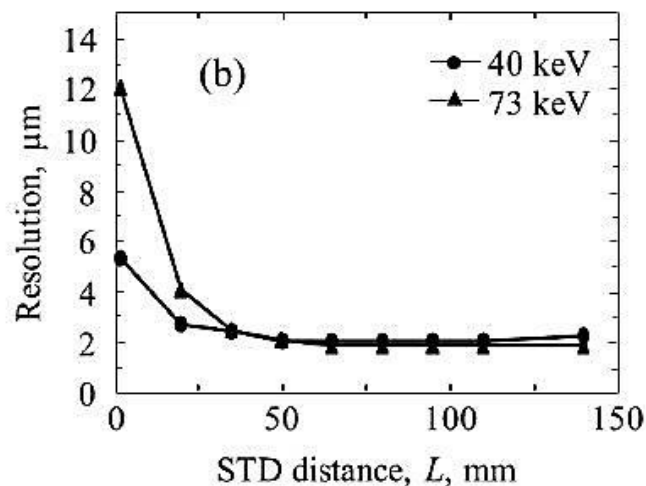
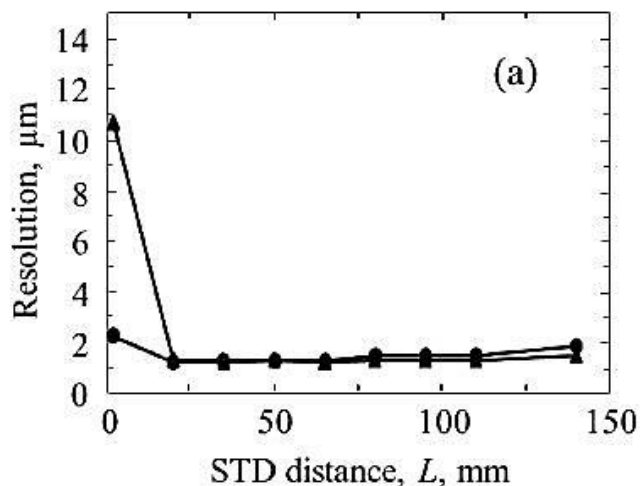
III. 研究項目3

各種材料でのトライアルによる画像データの蓄積

高エネルギーでのCT撮像

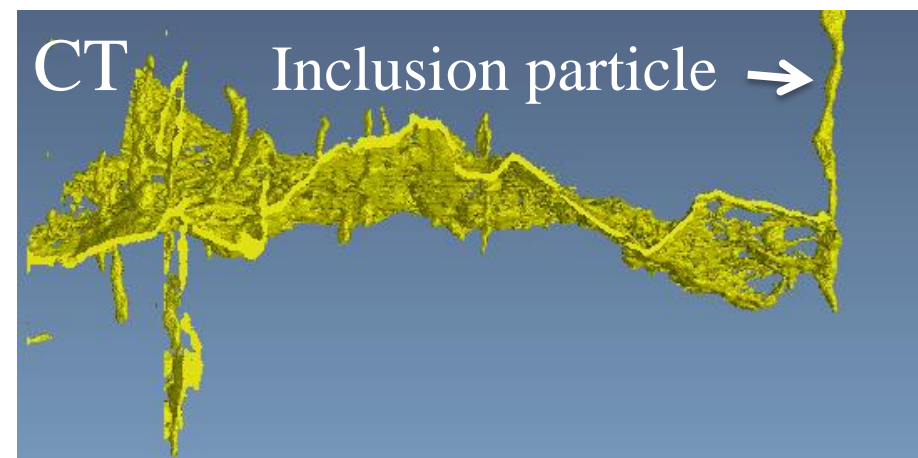
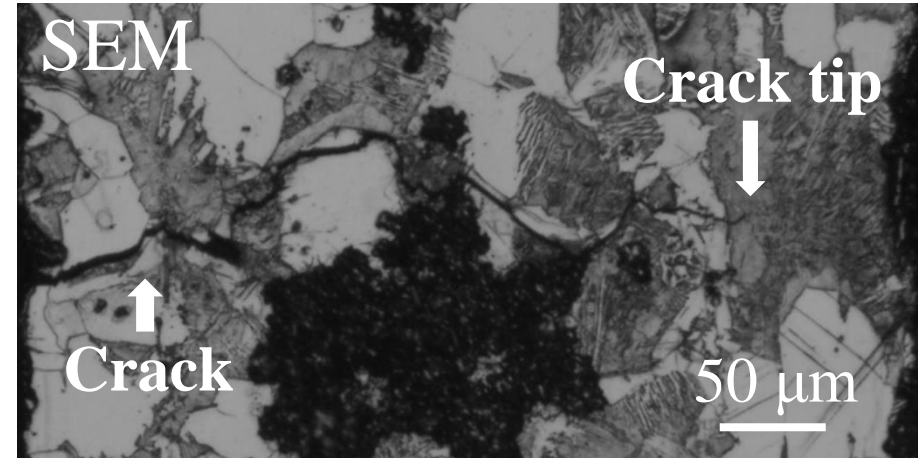
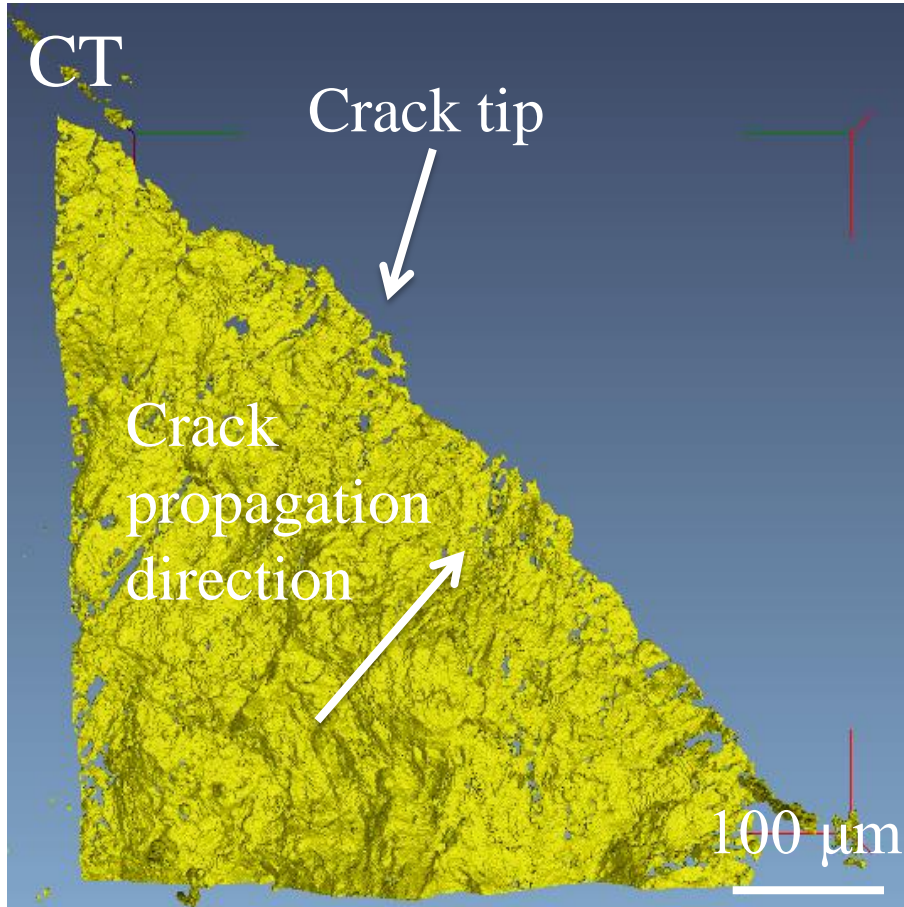


空間分解能への試料-検出器間距離の影響



試料-検出器間距離が近い場合、試料からの散乱X線の影響で分解能が低下。
エネルギーに合わせた適切な距離を設定する必要がある

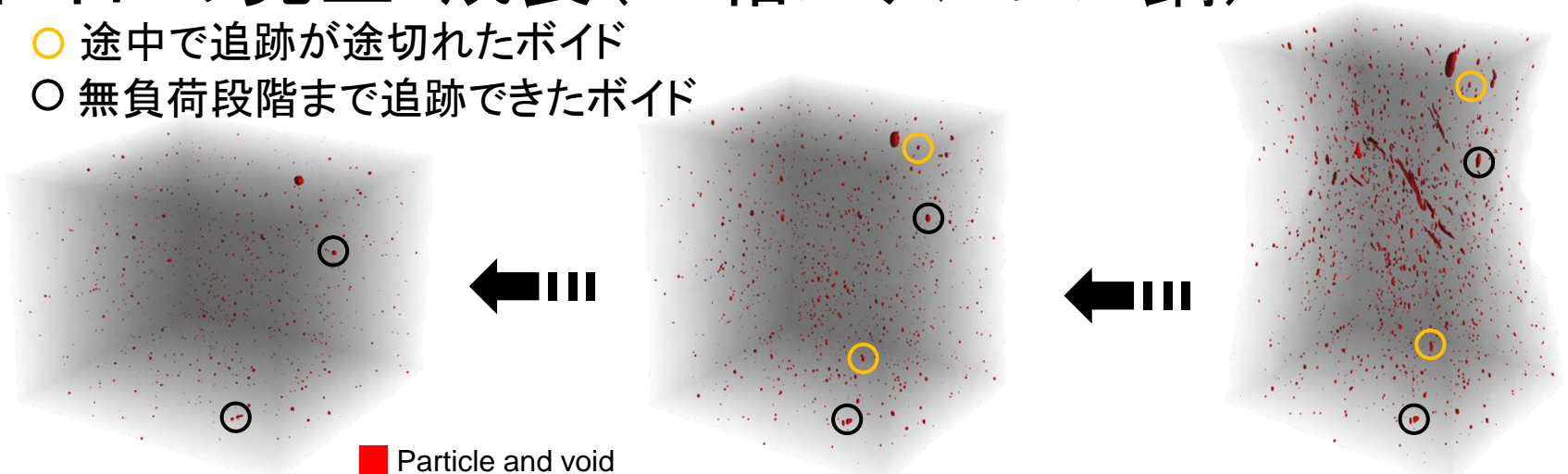
二相鋼の疲労き裂伝播



- High-resolution 3D/4D images successfully obtained for the steel; the images are as distinct, offering similar detail to the high-resolution CT image for Al
- Strong interaction with underlying dual-phase microstructure observed

ボイドの発生・成長 (二相ステンレス鋼)

- 途中で追跡が途切れたボイド
- 無負荷段階まで追跡できたボイド

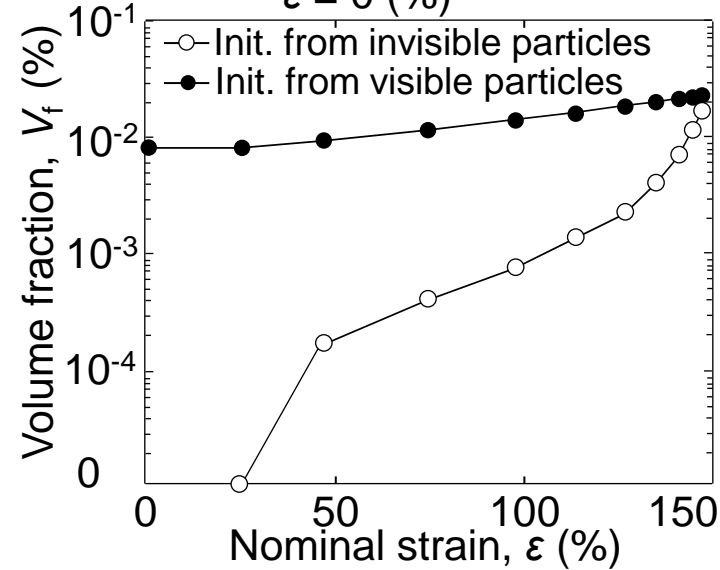


■ Particle and void

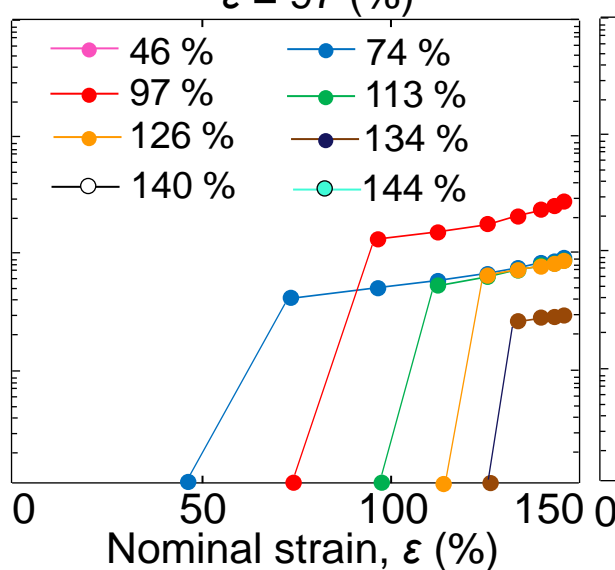
$\varepsilon = 0$ (%)

$\varepsilon = 97$ (%)

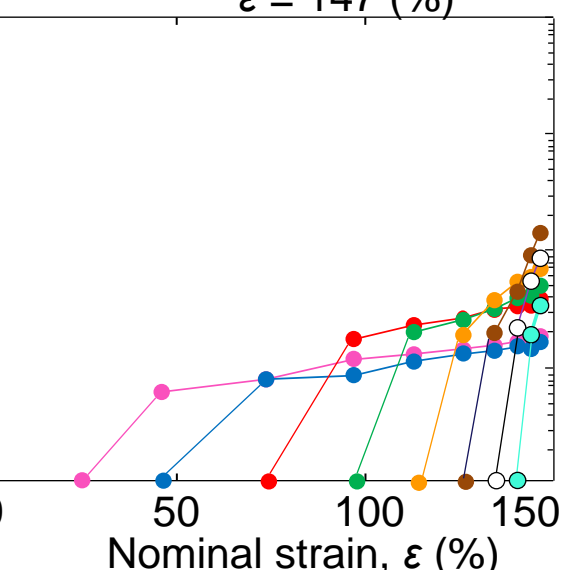
$\varepsilon = 147$ (%)



試験片全体



発生起源が粒子であるボイド

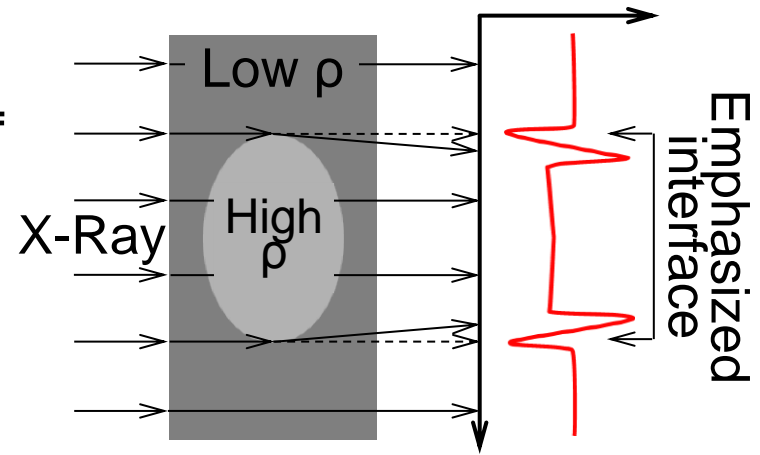


発生起源が不明なボイド

位相イメージング

吸収の差に比べて、位相変化は 10^3 倍程度大きな変化となる

1. 試料-検出器距離間距離を長くすることで、位相シフトで屈折したX線の検出
2. 下の式によるフィルタリング
3. 逆フーリエ変換による2次元像の取得
4. 畳み込み逆投影法による再構成



$$\varphi(x, y) = \frac{1}{2} \ln \left(F^{-1} \left\{ \frac{F[I(x, y)/I_0(x, y)]}{\beta/\delta + [\lambda L/4\pi](u^2 + v^2)} \right\} \right)$$

I : 透過X線強度

I_0 : 初期X線強度

δ : X線屈折及び位相

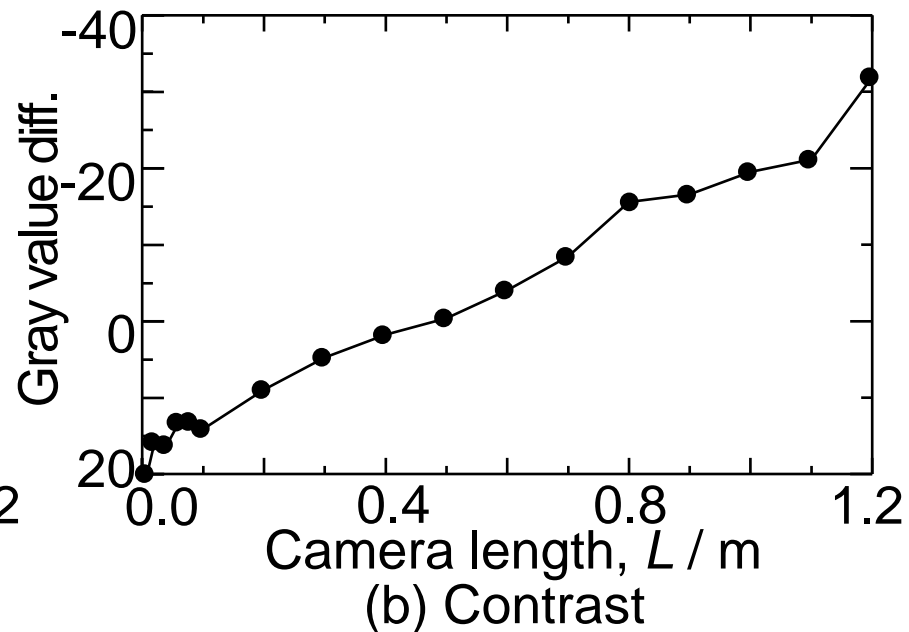
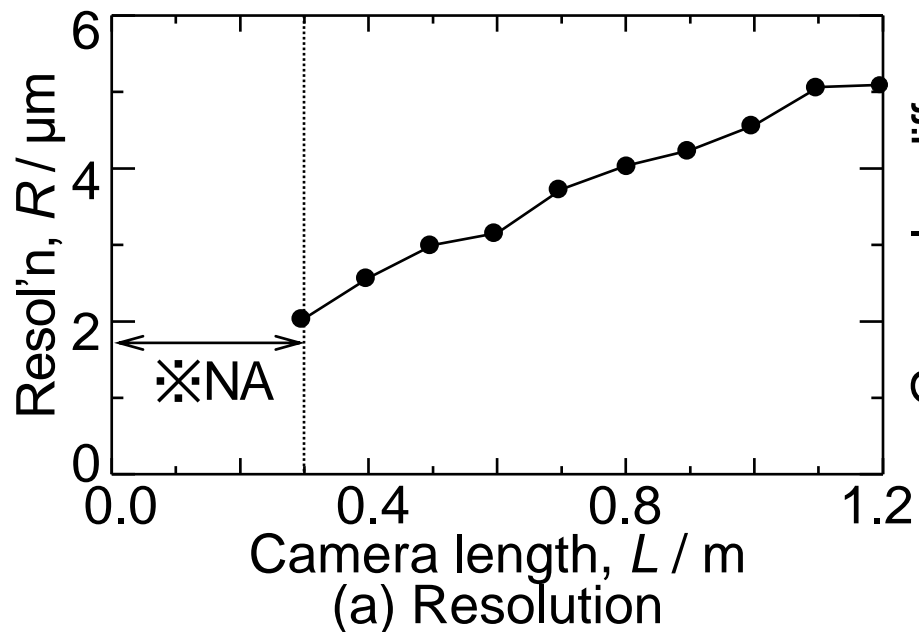
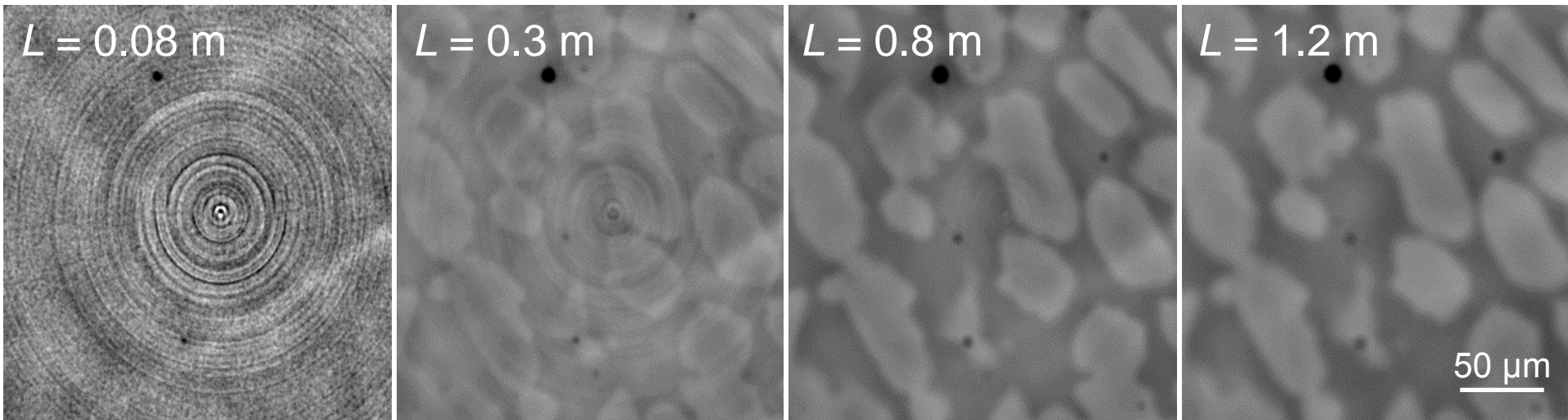
β : X線減衰

λ : X線波長

L : 試料-検出器間距離

D. Paganin, S. C. Mayo, T. E. Gureyev, P. R. Miller, S. W. Wilkins,
Journal of Microscopy **206** (2002) 33-40.

位相回復による再構成(二相ステンレス鋼)



二相組織3D可視化

解析結果から

$L = 0.8 \text{ m}$

$E = 37.7 \text{ keV}$

3600投影

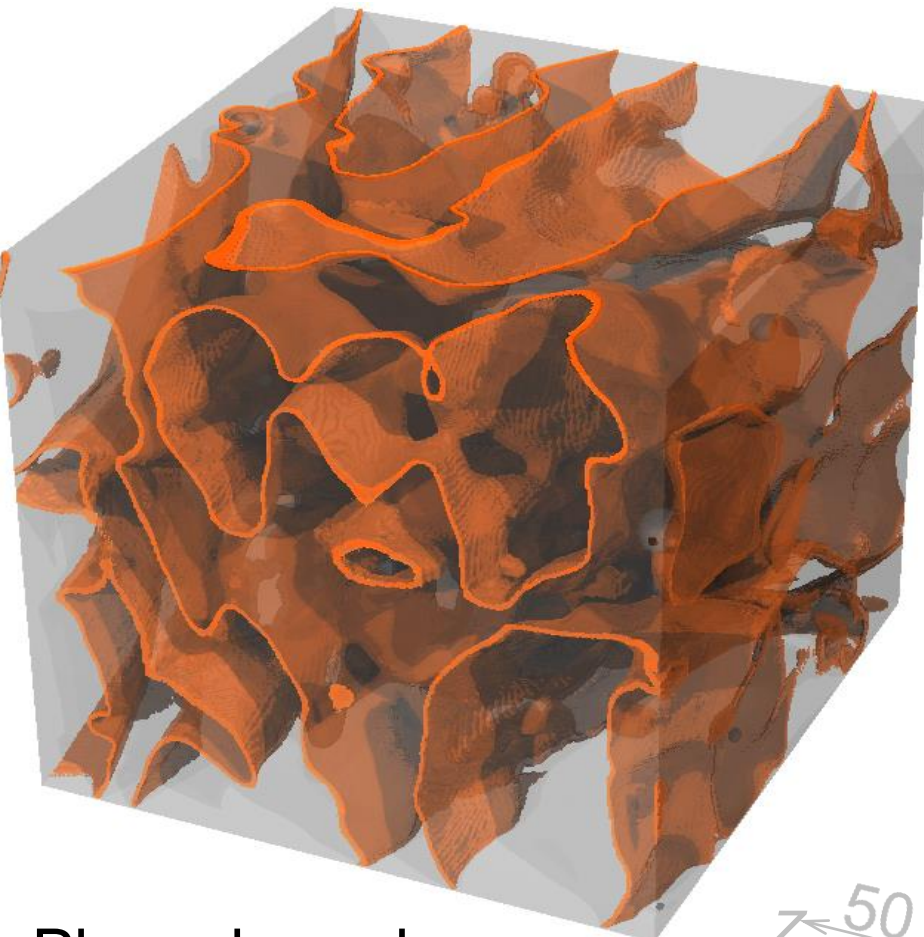
$I_0 = \text{Periodic}$

(10projection)

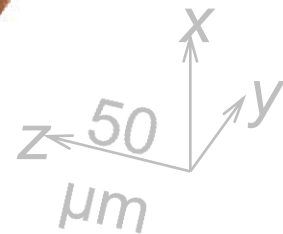
長露光(0.6 sec)

を最適条件とし

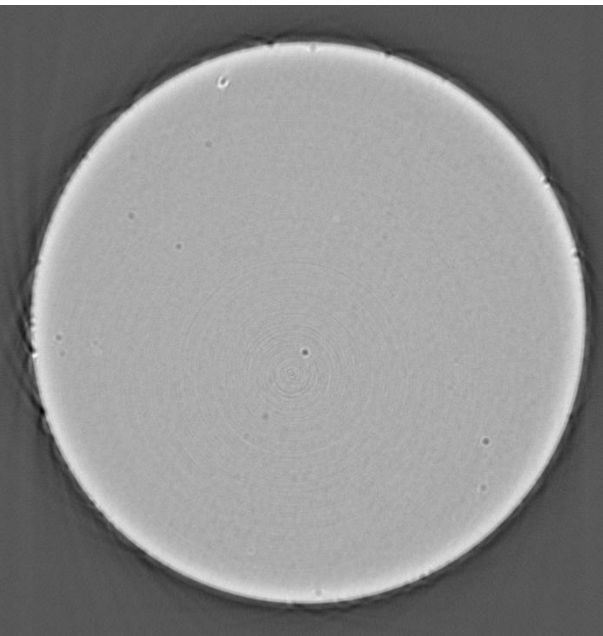
二相組織を3D可視化



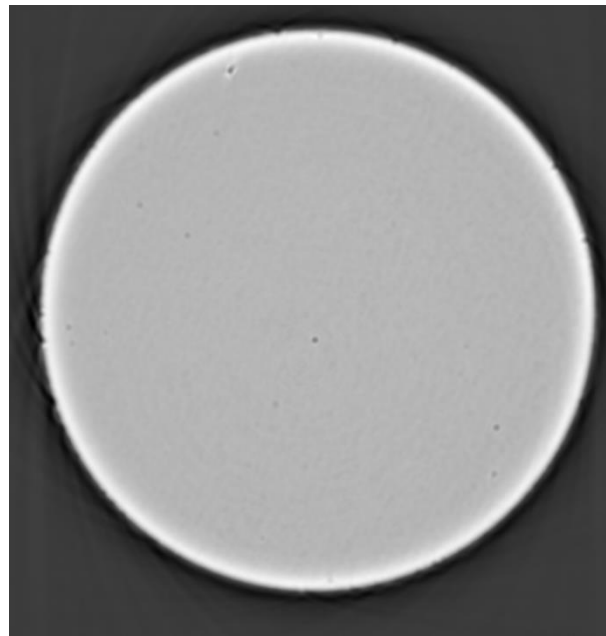
Phase boundary



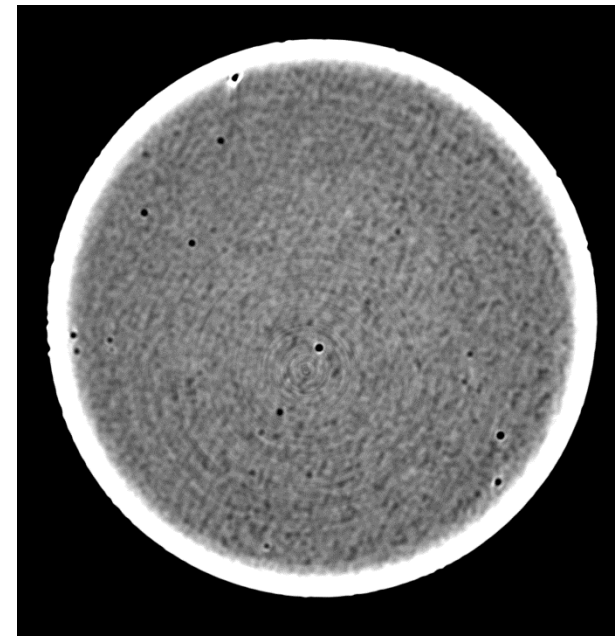
フェライト-マルテンサイト



位相回復無再
構成
(16bit)

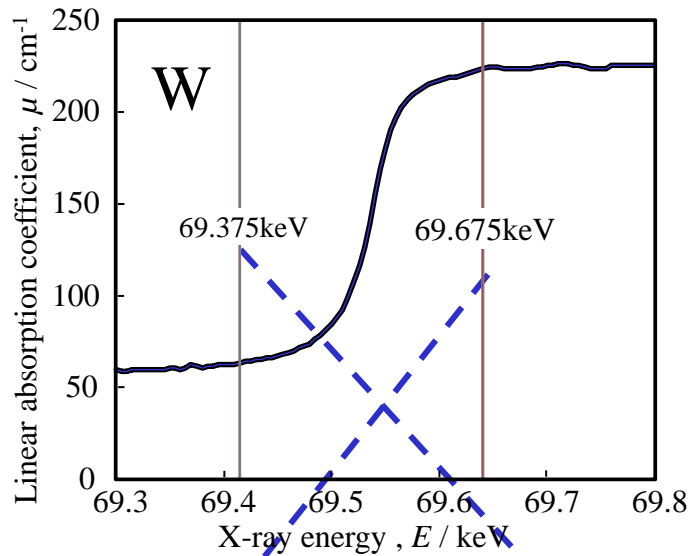


位相回復有再
構成
(16bit)



位相回復有再
構成
(8bit)

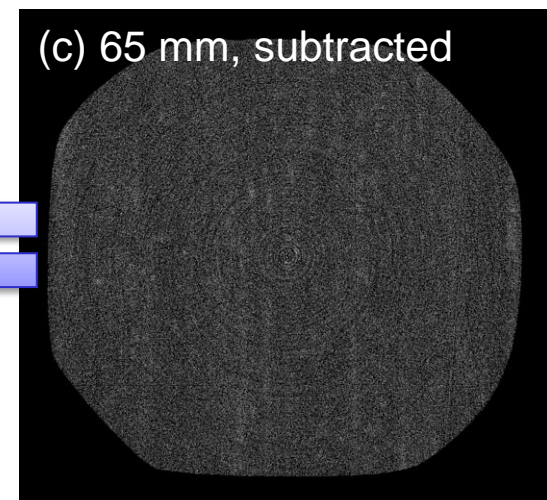
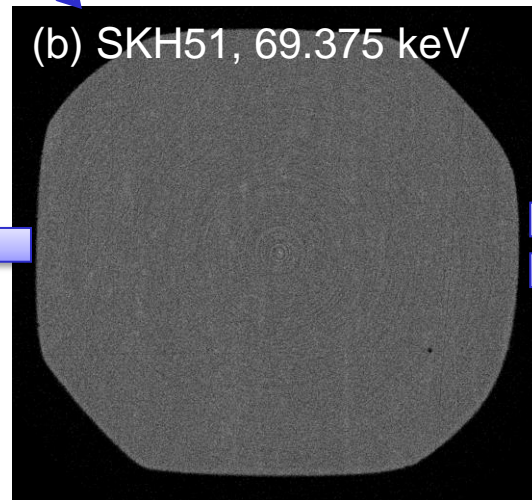
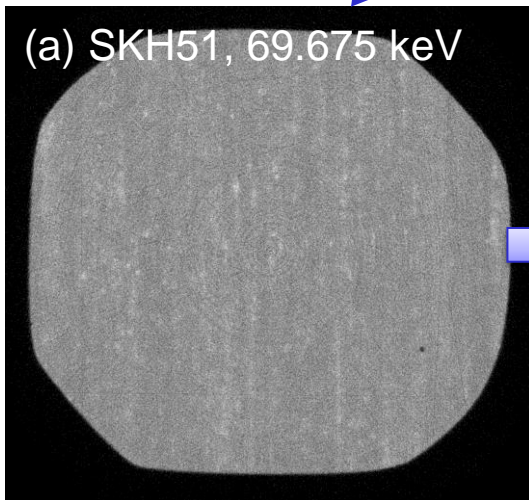
吸収端による元素濃度マッピング (W:タングステン)



$$\frac{\mu_{69.375\text{keV}}}{\rho_{\text{SKH51}}} = \frac{w(W) \times \mu_{69.375\text{keV}}(W)}{\rho(W)} + \sum_i \frac{w(i') \times \mu_{69.375\text{keV}}(i')}{\rho(i')}$$

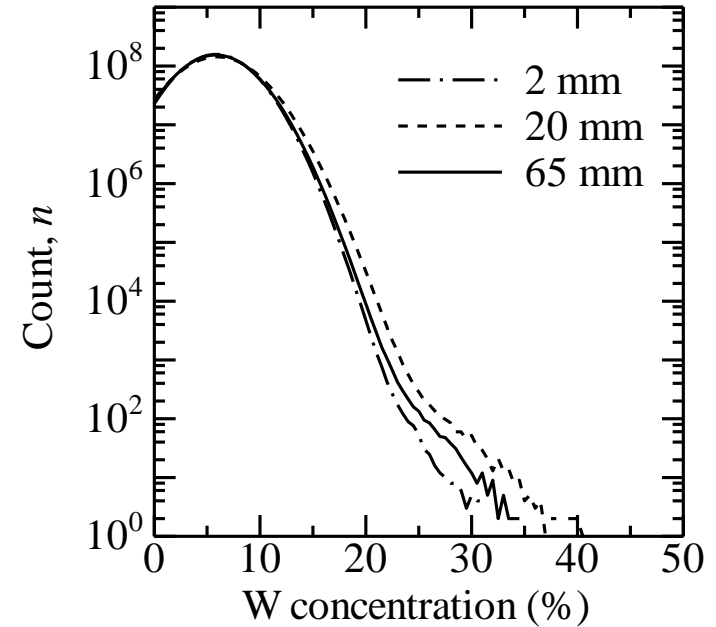
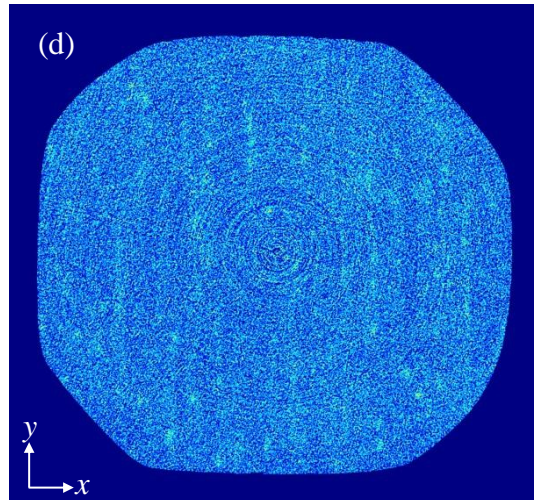
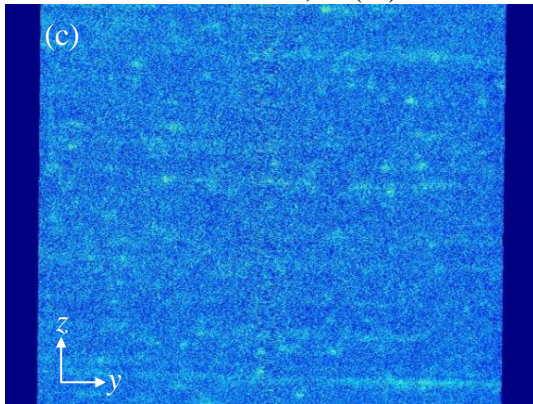
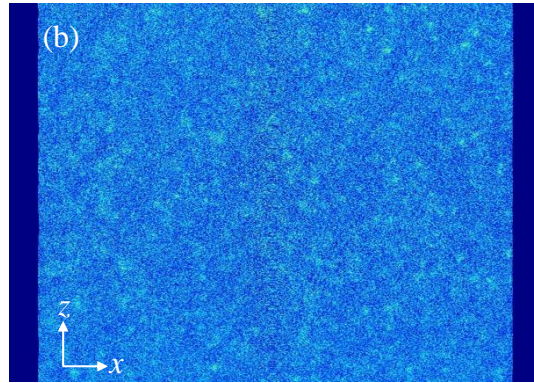
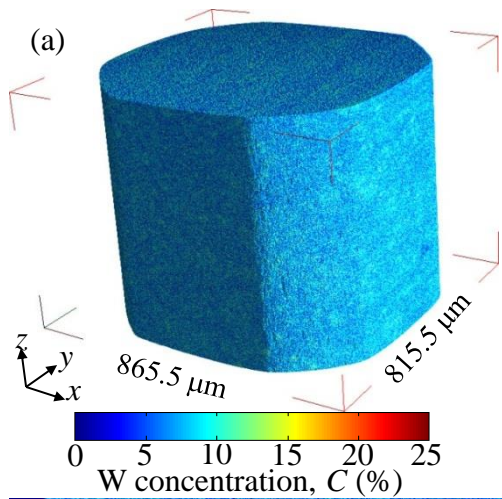
$$\frac{\mu_{69.675\text{keV}}}{\rho_{\text{SKH51}}} = \frac{w(W) \times \mu_{69.675\text{keV}}(W)}{\rho(W)} + \sum_i \frac{w(i') \times \mu_{69.675\text{keV}}(i')}{\rho(i')}$$

$$w(W) = \frac{(\mu_{69.675\text{keV}} - \mu_{69.375\text{keV}}) \times \rho(W)}{(\mu_{69.375\text{keV}}(W) - \mu_{69.675\text{keV}}(W)) \times \rho_{\text{SKH51}}}$$



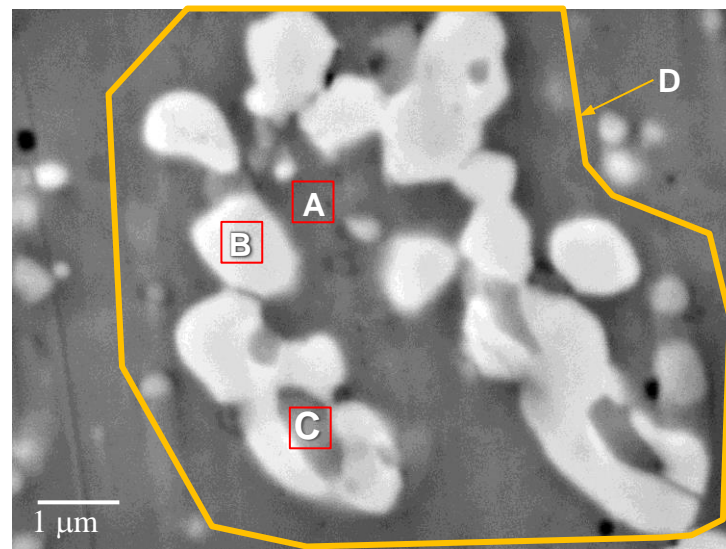
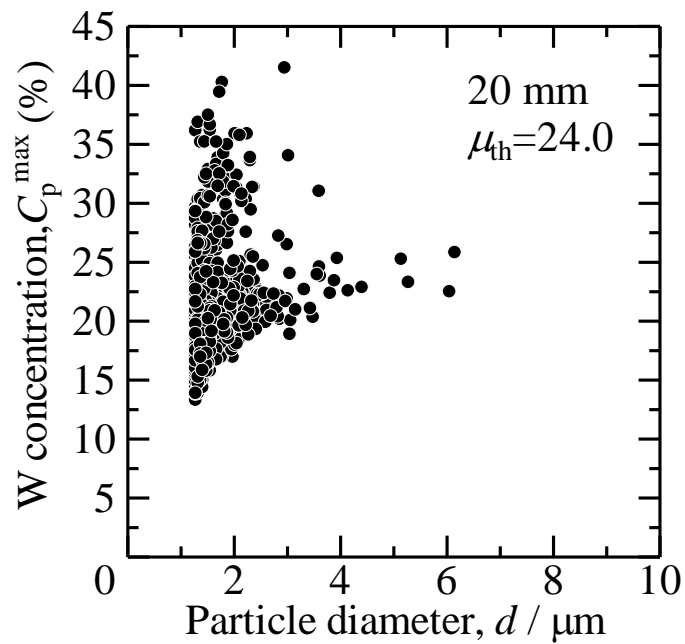
元素濃度3Dマッピング

Material	W	Mo	Cr	V	C	Si	Mn	Fe
SKH51	6.0	5.0	4.0	1.9	0.9	0.3	0.3	bal.



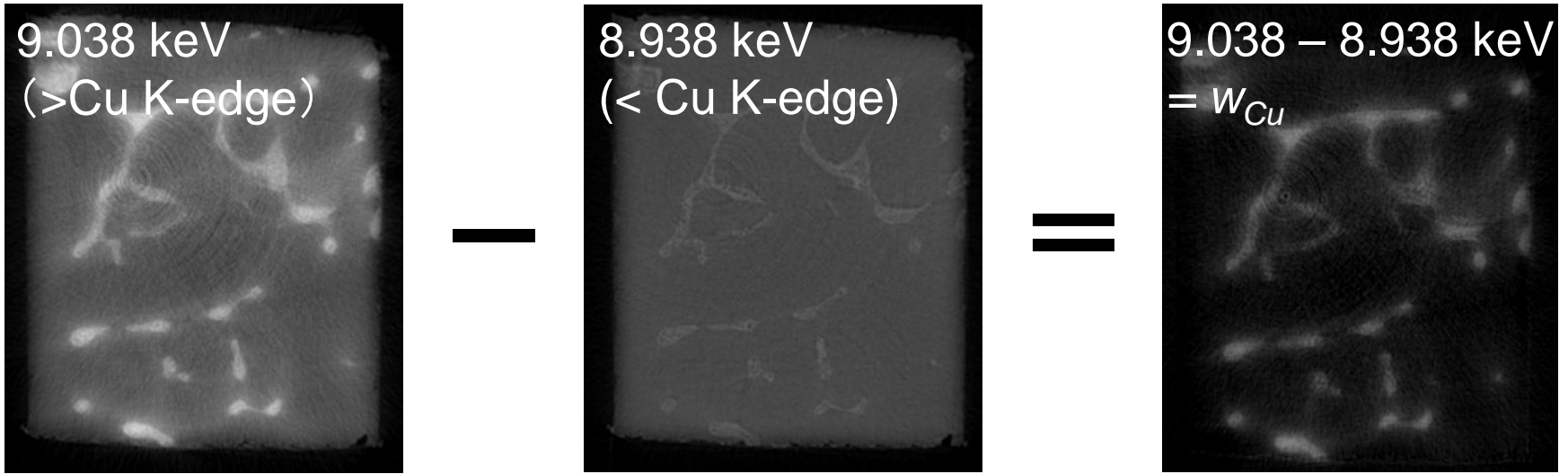
M. Kobayashi, H. Toda, A. Takijiri, A. Takeuchi, Y. Suzuki, K. Uesugi, W-Concentration 3D Mapping in SKH51 Steel by Dual-Energy K-Absorption Edge Subtraction Imaging, ISIJ International, 54 (2013), 141-147

炭化物中のW濃度



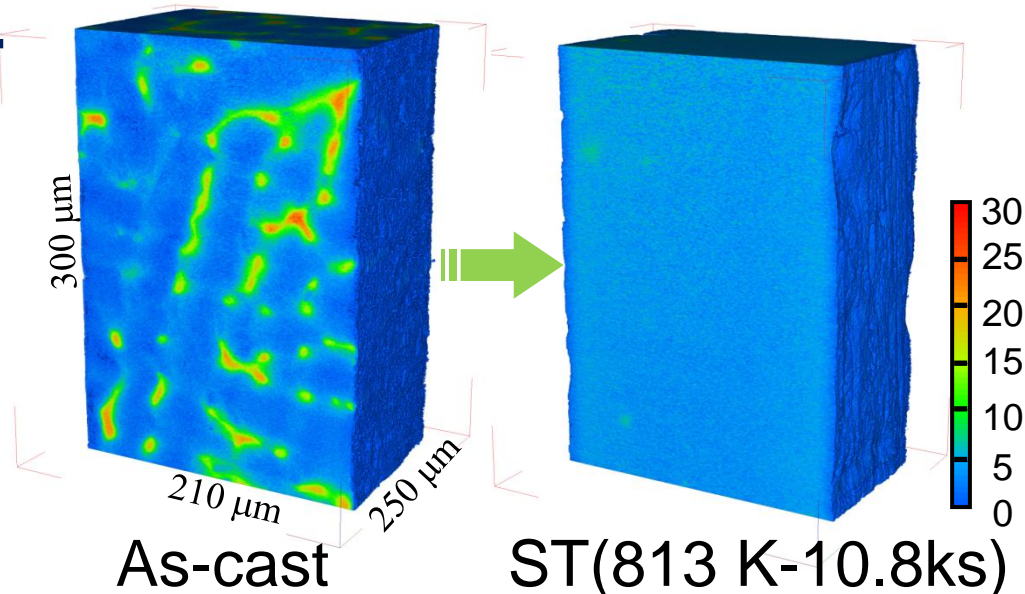
	(mass%)						
	W	Mo	Cr	V	C	S	Fe
A	4.79	-	3.00	-	-	-	92.22
B	33.27	22.57	4.21	2.61	9.33	-	28.02
C	23.88	20.73	-	23.70	16.72	-	14.98

画素差分

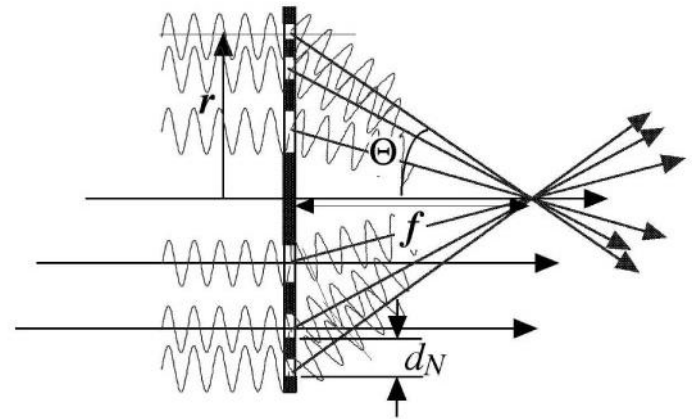
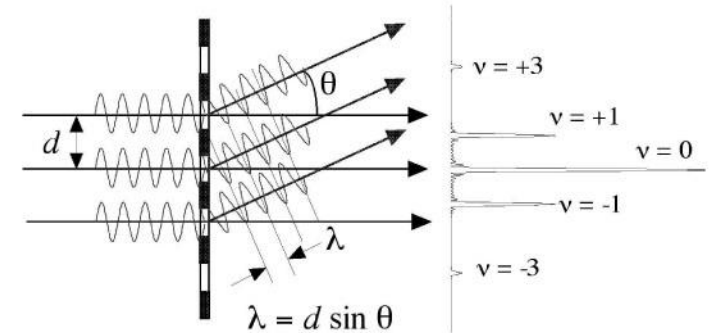
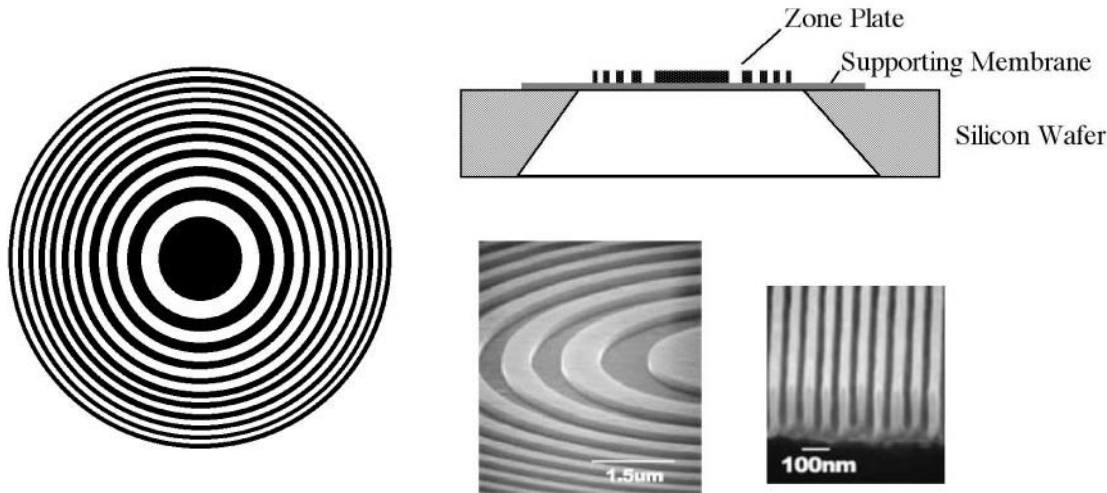


Al-5Cu (as-cast) 材

Cu濃度分布



X線集光デバイス (FZP)



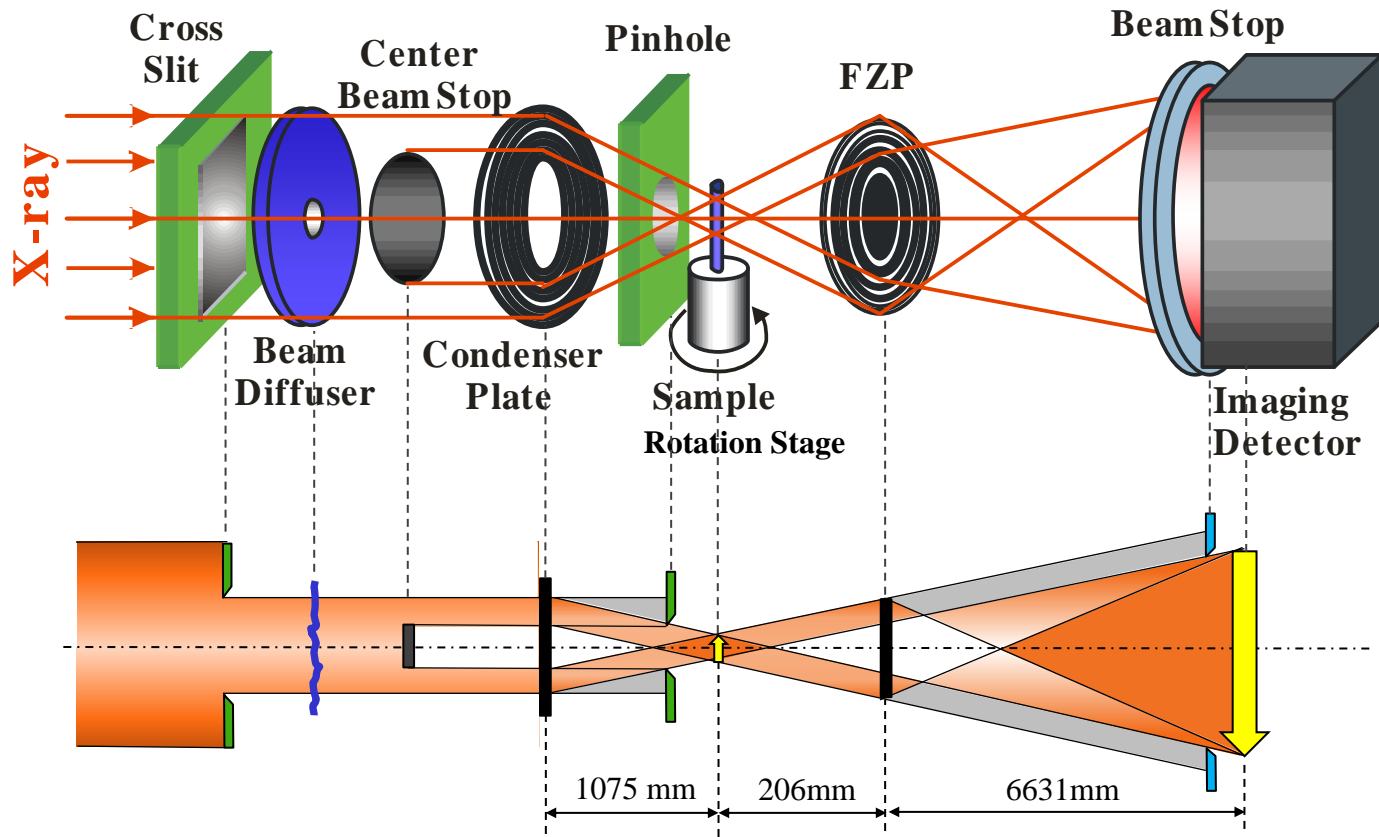
2 μm厚のSiN基盤上に1 μm厚の Taパターンを電子ビームリソグラフィで形成

理論分解能: $\delta = 1.22 \Delta r_N / m$

焦点距離: $f_m = r_1^2 / m \lambda$

[m : 回折次数、 λ : X線の波長]

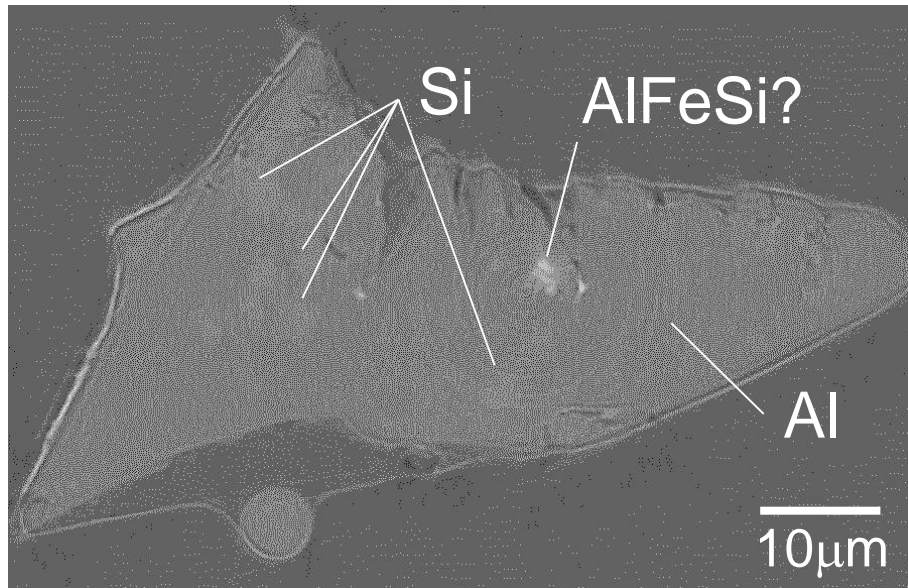
イメージングCT(結像型)



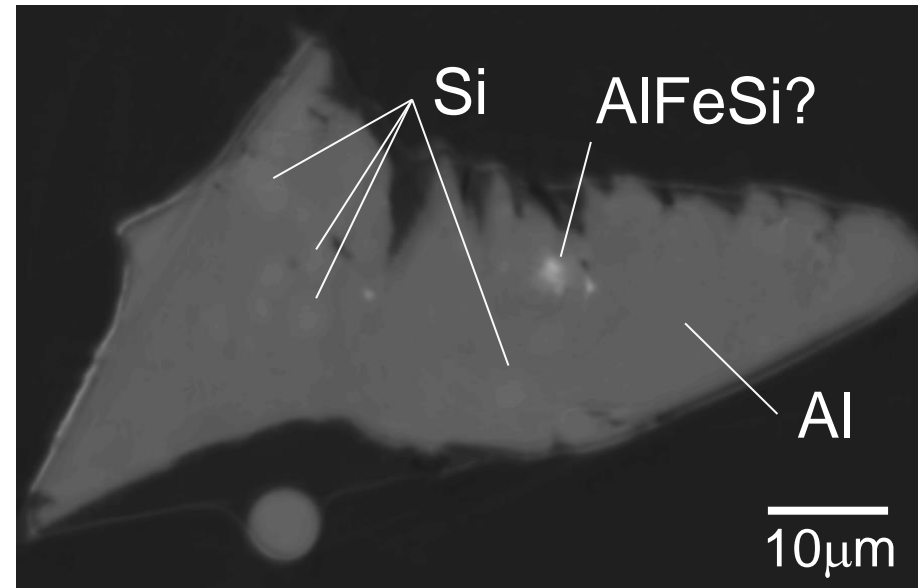
X線を集光し，検出器までの距離を十分とることで，拡大像を得る
→ 可視光変換の限界を突破

(分解能 $\sim 120\text{nm}$ ，ただし利用エネルギーに制約)

位相イメージング(結像型, Al-Si系合金)



吸収像



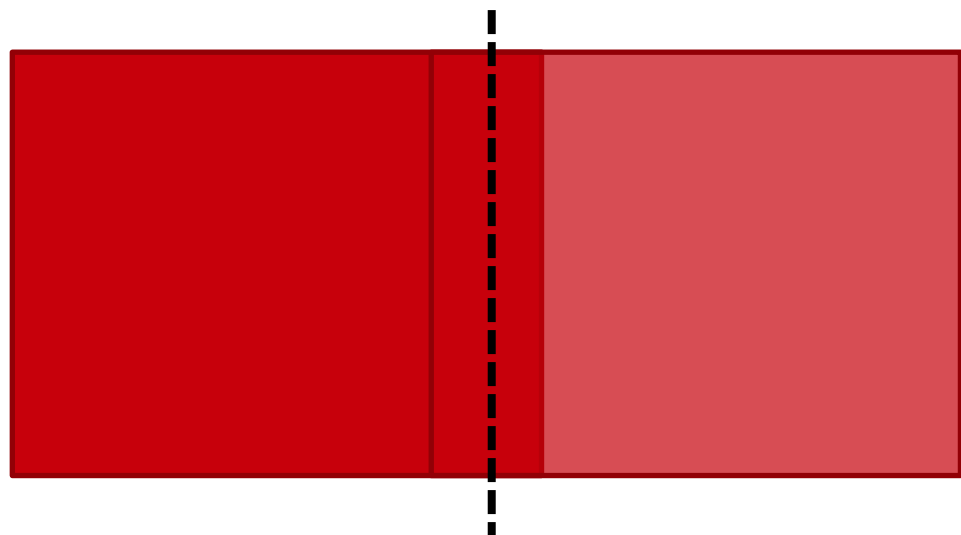
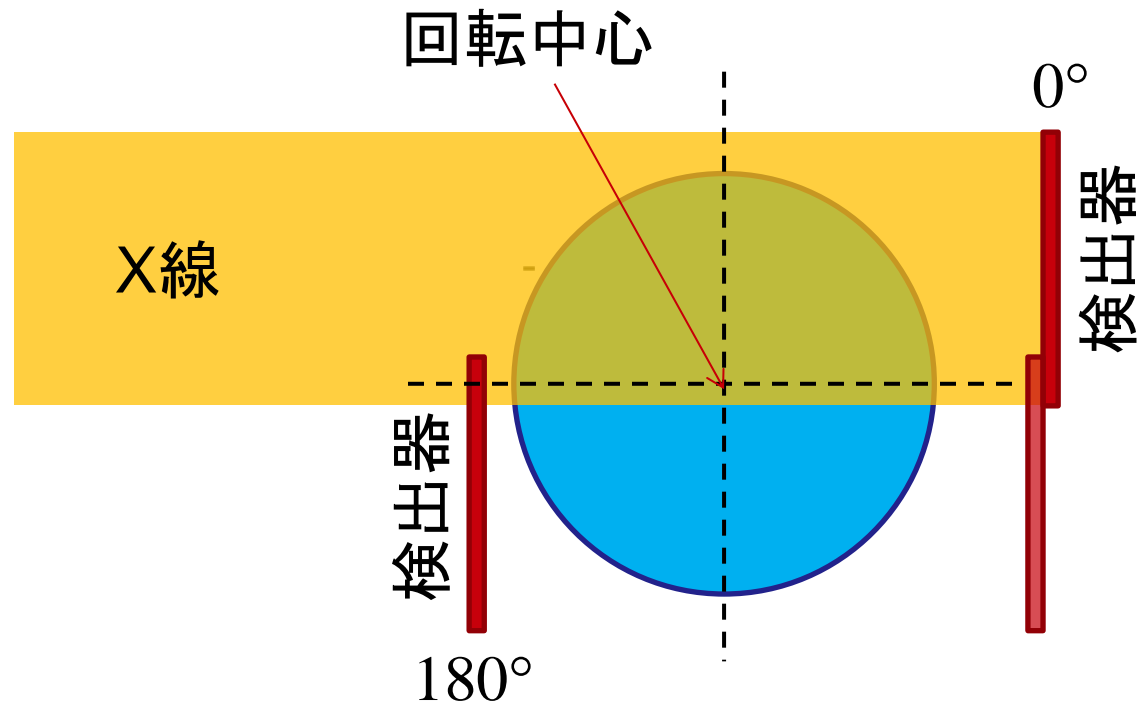
位相回復再構成像

画素サイズ: 83.6nm/pixel

エネルギー: 8keV

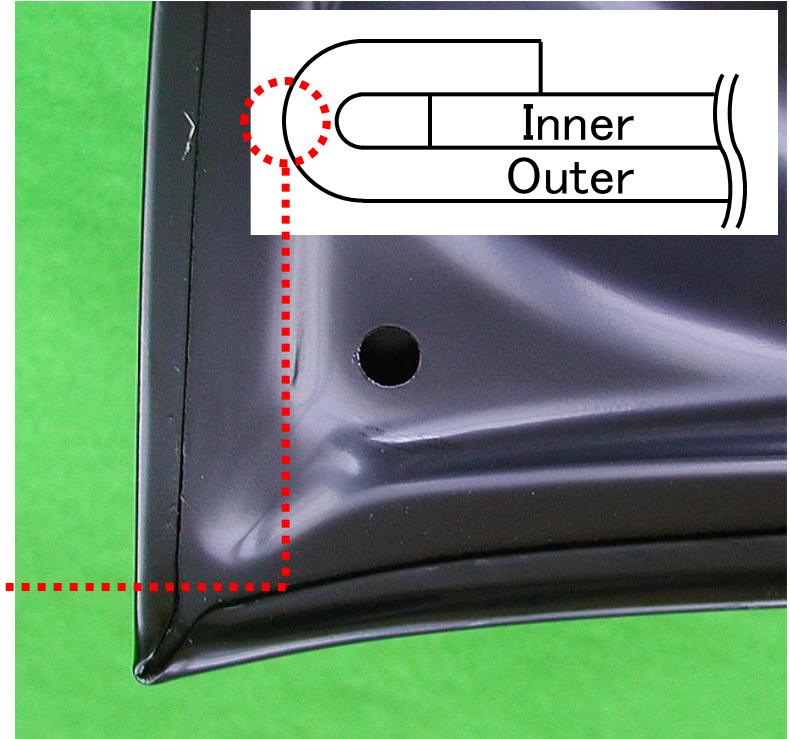
投影数: 3600枚

オフセットCT



回転中心を視野の端
におき, $0 \sim 360$ 度の
透過像を撮る

Al-Mg-Si系合金の曲げ割れ発生メカニズム解明



Al-Mg-Si系合金は曲げ割れが
発生し易く、改善が必要

オフセットCT

Al-Mg-Si合金板のき裂

SPring-8

BL20XU

20keV

試料-検出器 = 20mm

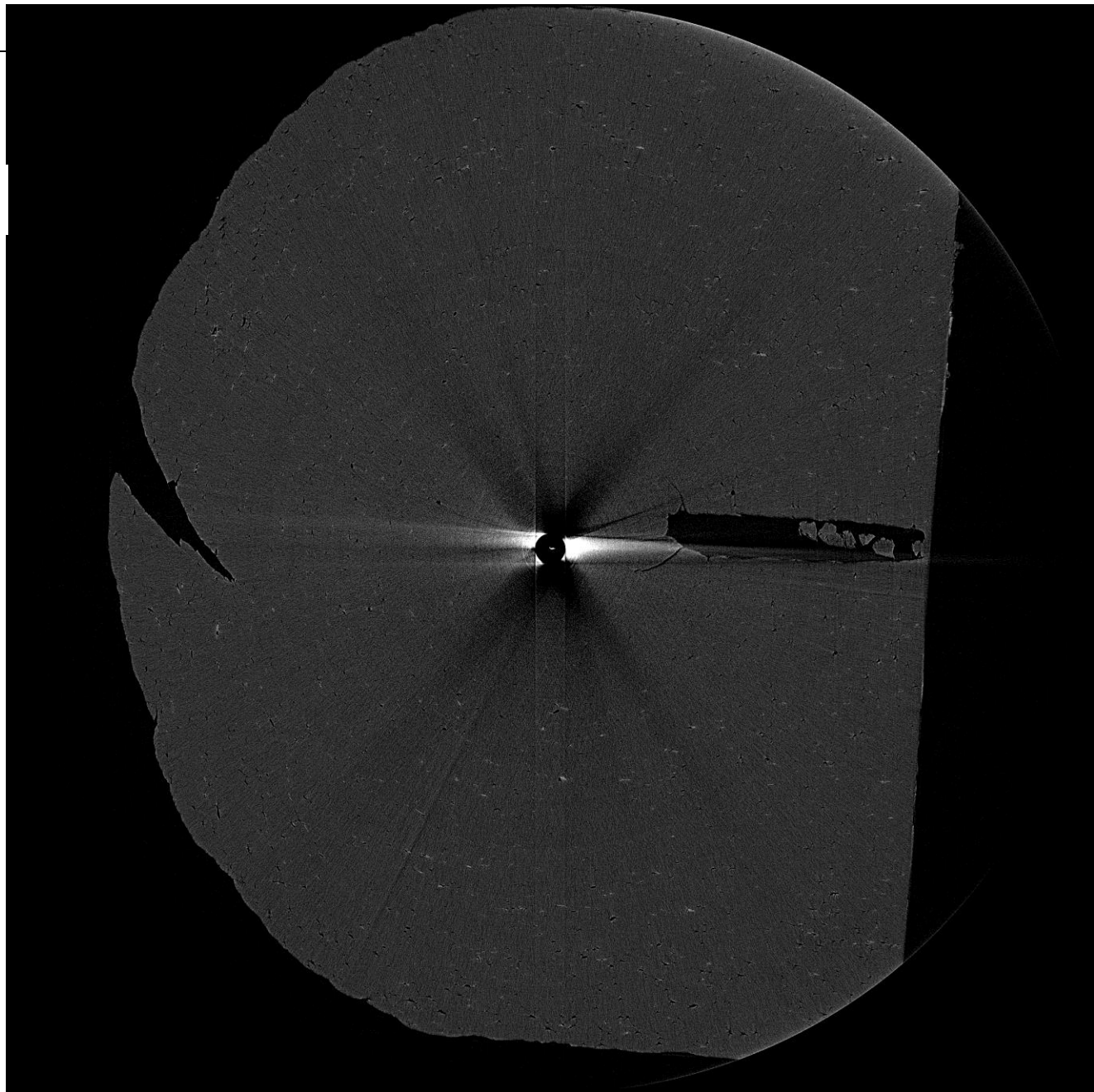
Offset CT

6000投影/360°

1440×1920 pixels

CMOSカメラ

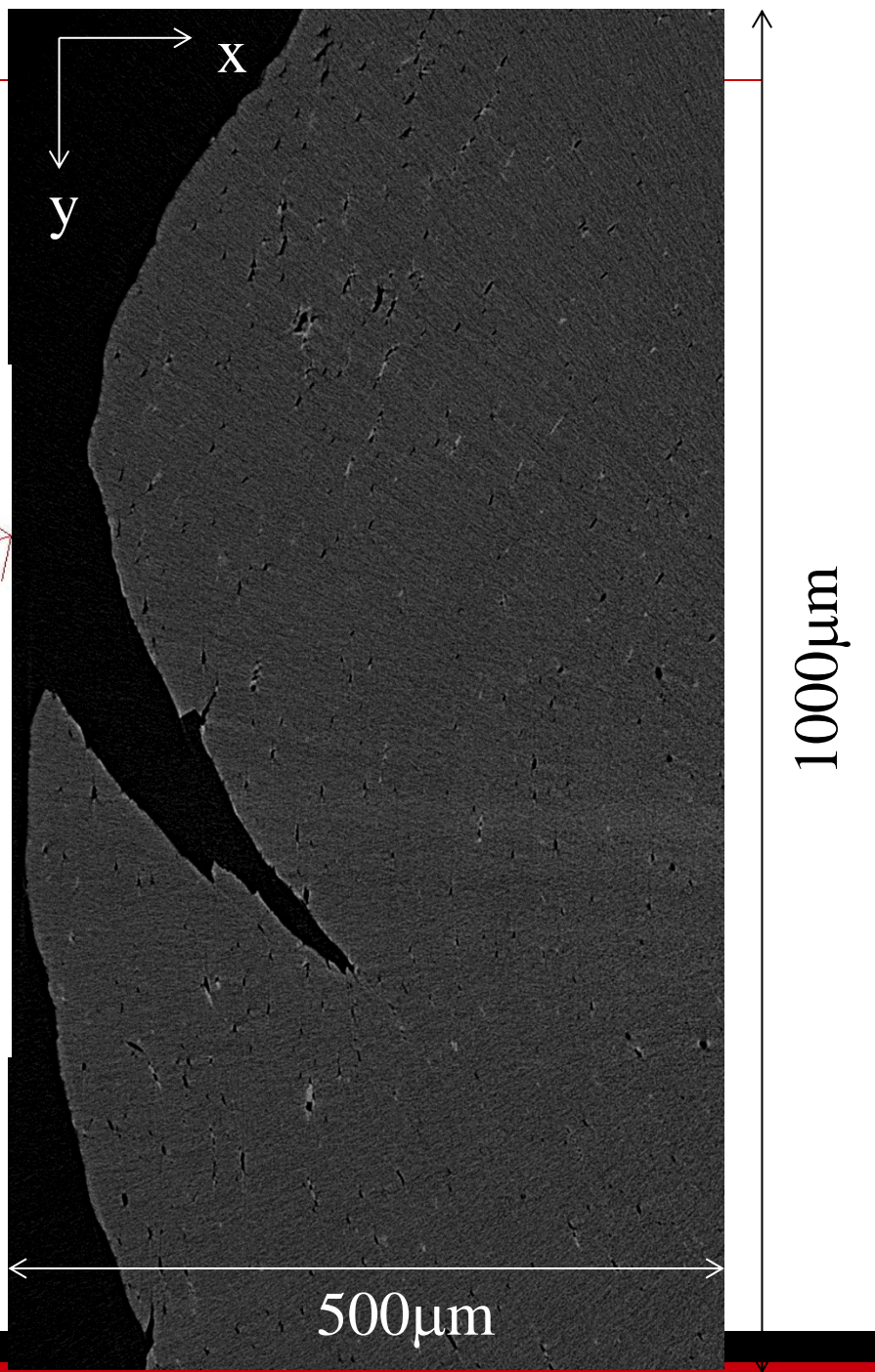
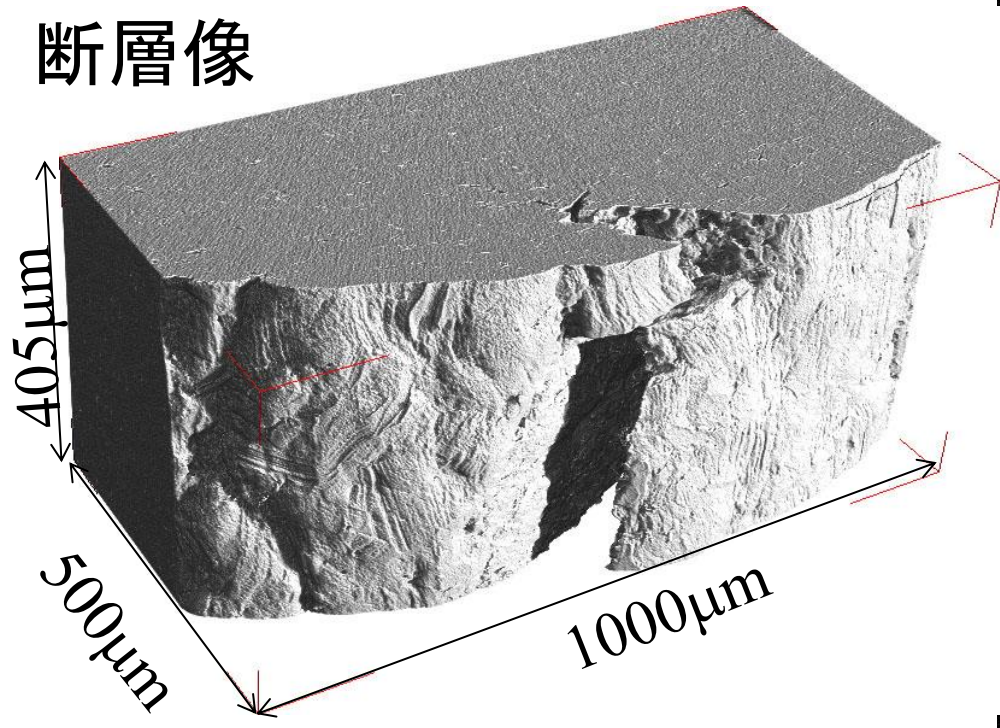
Voxel size=0.5 μ m



オフセットCT

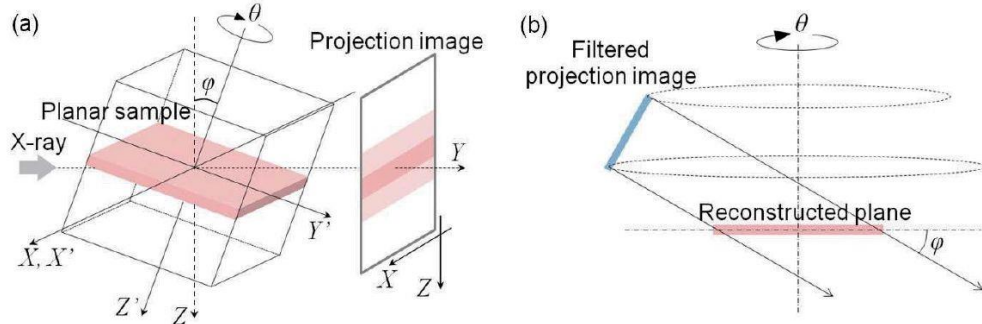
Al-Mg-Si合金板き裂

断層像



山本裕介, 浅野峰生, 吉田英雄, 小林正和, 戸田裕之, Al-Mg-Si系合金の曲げ変形初期の亀裂発生および伝播に及ぼすマイクロボイドの影響, 軽金属, 63 (2013), 453-457

ラミノグラフィ



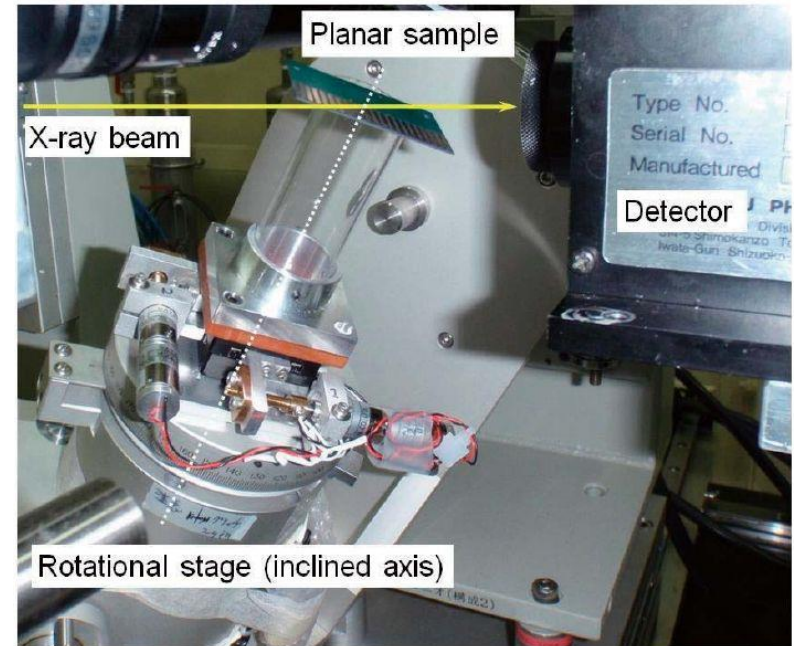
$$F(X', Y', Z') = \int_0^{2\pi} P(X, Z, \theta) d\theta$$

$$\begin{cases} X = X' \cos \theta + Y' \sin \theta \\ Z = X' \sin \theta \sin \phi - Y' \sin \theta \cos \phi + Z' \cos \phi \end{cases}$$

θ は試料の回転軸に対する回転角、 ϕ は回転軸の傾斜角。 $P(X, Y, \theta)$ は、フィルター補正後の投影像

$$P(X, Z, \theta) = \int \left[\int p(X, Z, \theta) \exp(-i2\pi X\rho) dX \right] \cdot g(\rho) \exp(i2\pi X\rho) d\rho$$

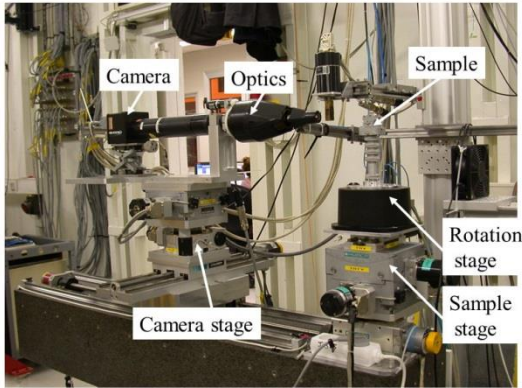
$g(\rho)$ はフィルター関数



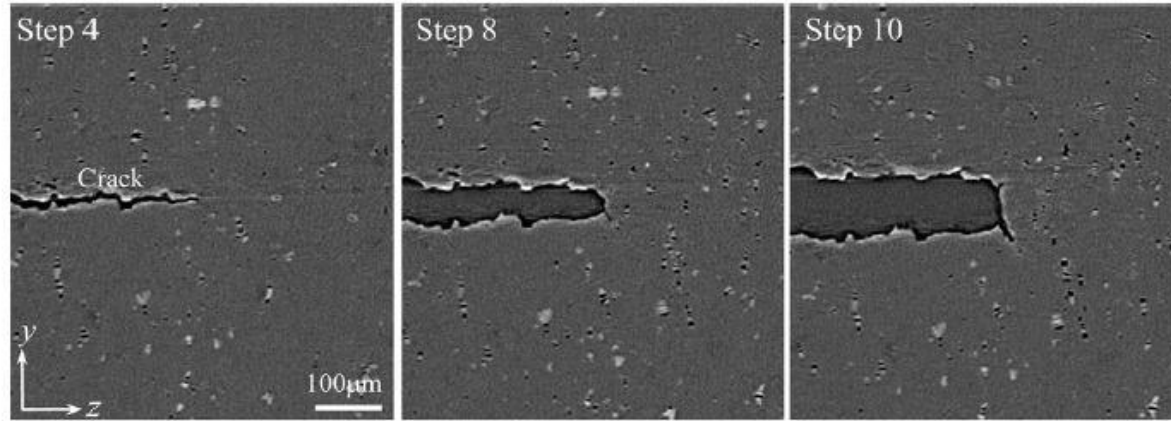
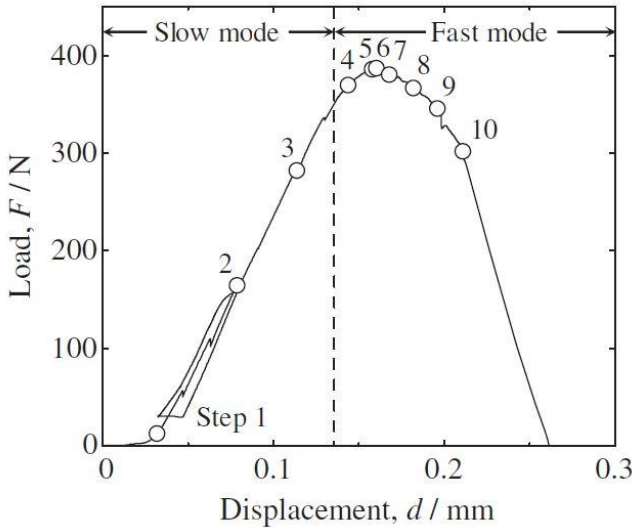
X線マイクロラミノグラフィ測定光学系

板状の試料の一部
をX線CTできる

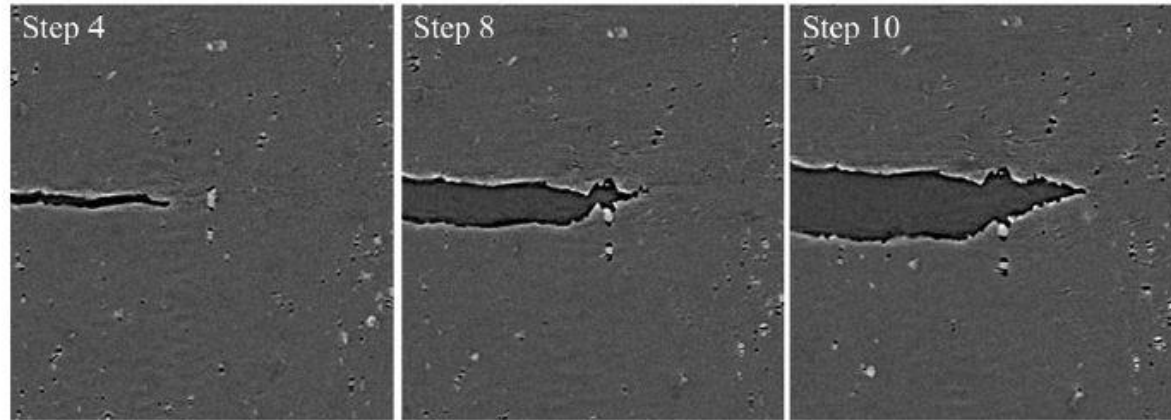
高速CT



ID15@ESRF



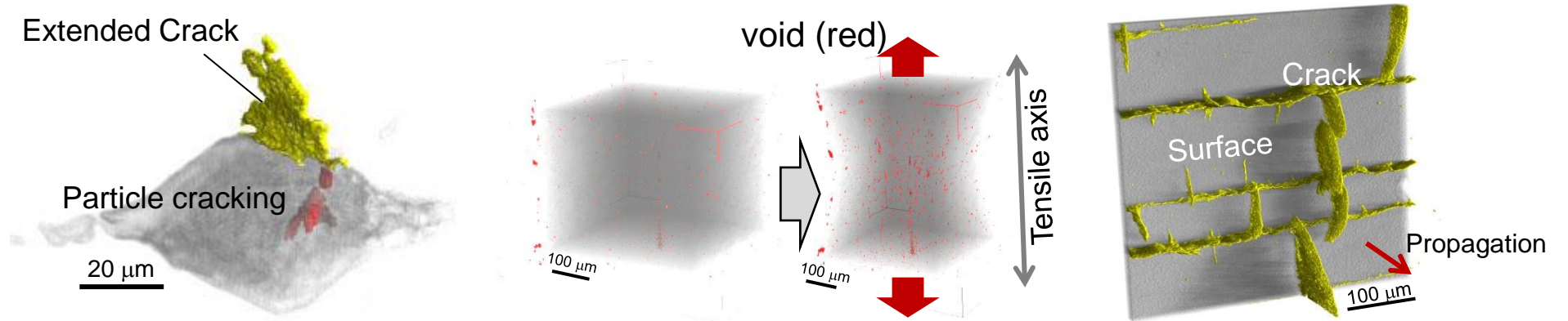
(a) Tomographic slice at $x=59 \mu\text{m}$



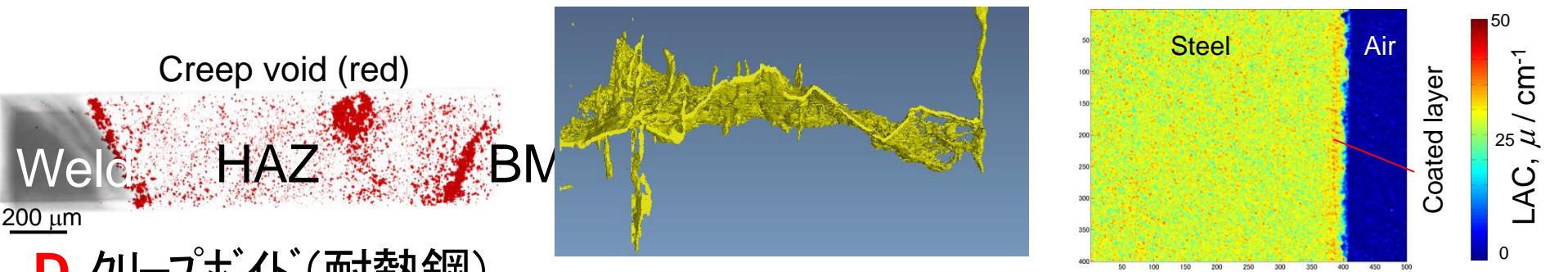
(b) Tomographic slice at $x=577 \mu\text{m}$

22.5s/1scan during $6\mu\text{m}/\text{min}$ tensile
 voxel size = $(1.59 \mu\text{m})^3$

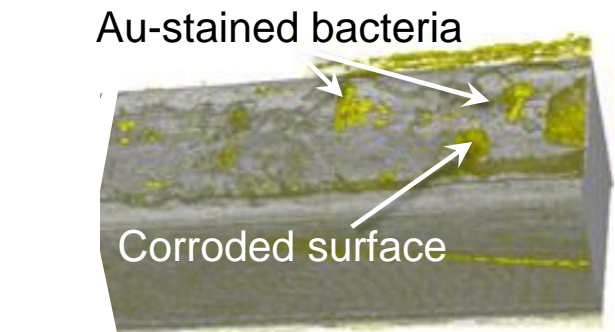
H. Toda, E. Maire, S. Yamauchi, H. Tsuruta, T. Hiramatsu, M. Kobayashi, In situ observation of ductile fracture using X-ray tomography technique, Acta Materialia, Vo.59, No.5, 2011, 1995-2008.



A. 疲労き裂発生(軸受鋼) **B.** 損傷(二相鋼、快削鋼) **C.** 熱疲労き裂(工具鋼)



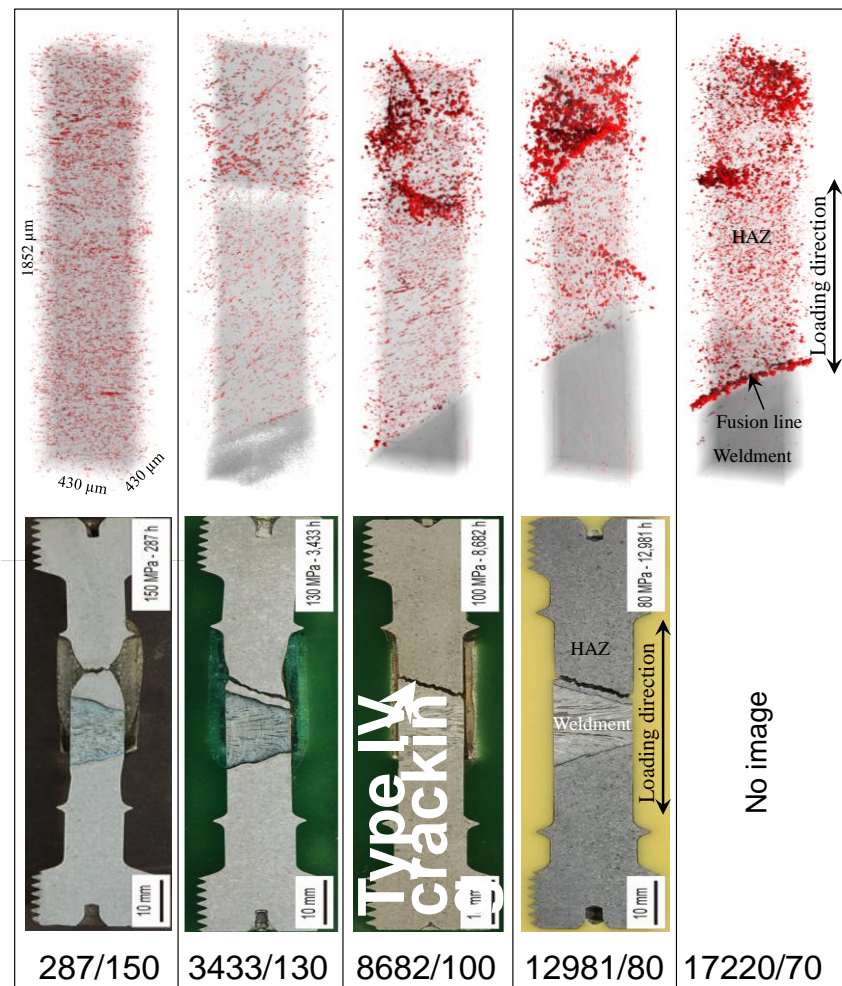
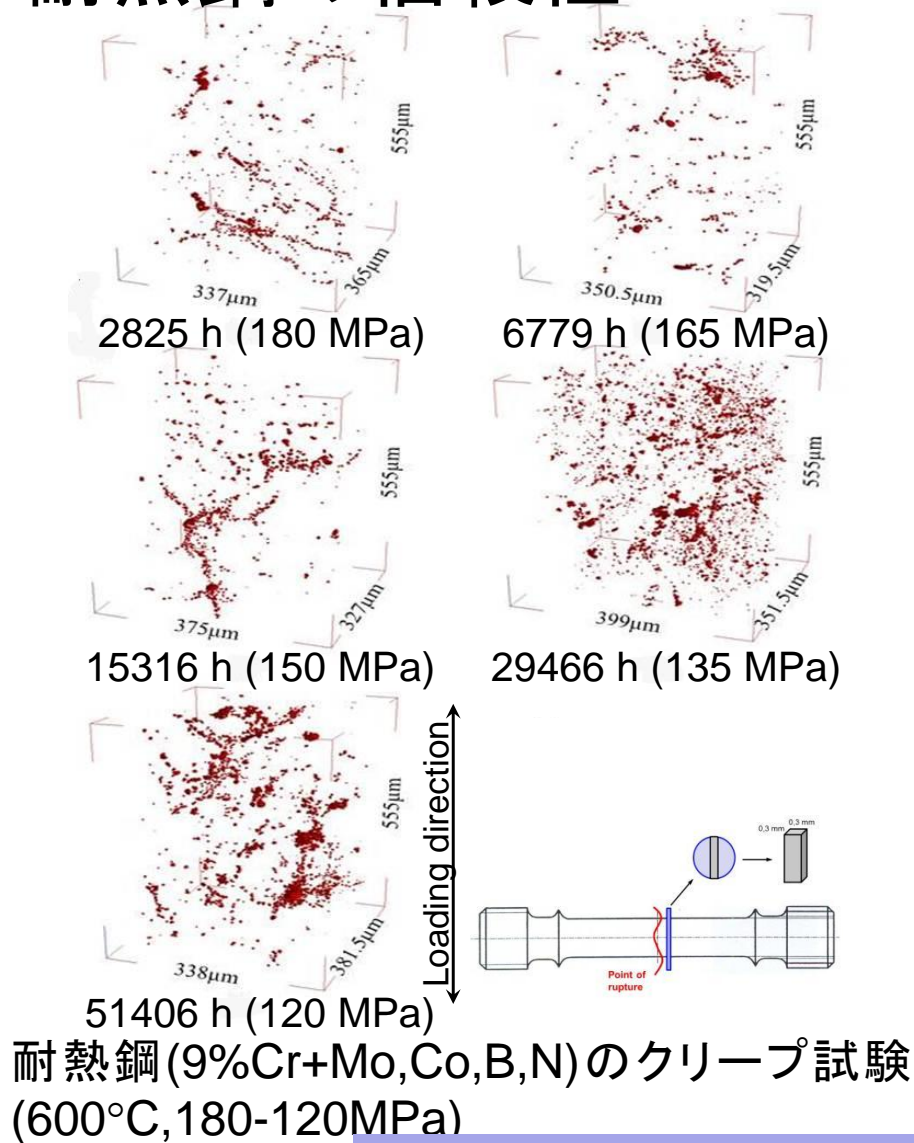
D. クリープポイド(耐熱鋼) **E.** 破壊4D観察(炭素鋼) **F.** 表面めっき(GA鋼板)



G. 緑濃菌による腐食(鋼板)

■ 産発プロジェクト等での鉄鋼への展開

耐熱鋼の信頼性



Time to failure (hours) / applied stress (MPa)
耐熱鋼溶接部のクリープ試験
(650°C, 150-70 MPa)

※オーストリアGratz工科大・独Chemnitz工科大との共同研究

今後の展望

- 現在，放射光X線CTは，かなり安定した観察技術となっている
 - 様々な応用が可能
 - ⇒ 他の手法と比較して，特にその場観察が有用
- 高分解能，そして，より高速なCT撮像開発を期待
- 付加的情報も
 - 例えば，結晶方位情報，化学組成情報
- 3Dイメージベースのシミュレーション
 - 実験結果 v.s. シミュレーション
 - ⇒ 現実を再現できるシミュレーションモデルの開発

謝 辞

- 放射光実験でいつもサポートいただいている高輝度光科学研究センター イメージングビームライン担当: 鈴木芳生, 竹内晃久, 上杉健太郎 様に感謝いたします。
- 本講演の内容は, 豊橋技術科学大学 機械工学系 3D/4Dマテリアル強度評価研究室での研究成果です。戸田裕之教授(現, 九州大学)に感謝いたします。