

放射光 CT イメージングを用いた高強度鋼中の 介在物の検出および定量的評価

中井 善一*¹, 田中 拓*², 宮下 卓也*³, 尾角 英毅*⁴, 塩澤 大輝*¹, 森影 康*⁵

Evaluation of inclusion in high-strength steel by synchrotron radiation ct imaging

by

Yoshikazu NAKAI, Hiroshi TANAKA, Takuya MIYASHITA,

Hideki OKADO, Daiki SHIOZAWA and MORIKAGE

key words : Fatigue, Very long life Fatigue, High strength steel, Synchrotron radiation, SPring-8 Refraction-Contrast

1. 緒 言

安心、安全な社会を築くためには、破壊事故防止のための技術開発が必要不可欠であるが、今もって予期しない金属疲労による破壊事故が発生することがある。調査の結果、従来の耐疲労設計ではこれ以上は疲労き裂が発生しないとされてきた超長寿命域(繰返し数: 10^8 回程度)において、疲労き裂が材料内部より発生することがわかってきた。このような疲労き裂発生メカニズムについてはまだ推測の域を出ておらず、疲労破壊事故防止のため、この解明が喫緊の課題となっている⁽¹⁾。

超長寿命域における疲労き裂については、材料内部の介在物を起点として発生することが、破壊後の破面観察により確認されている⁽²⁾。一般に鉄系材料の内部観察に用いられている産業用 X 線 CT 法や超音波イメージング法では、 $100\mu\text{m}$ 以下の寸法の内部介在物やき裂を非破壊で検出することはできない。

そこで、本研究では鉄鋼材料の内部観察に放射光の適用を提案する。従来の X 線と比較して約 1 億倍の輝度の光が得られ、光を細く絞ることができるため、高い分解能を得ることができる。また、高い平行性を有する放射光では、屈折コントラストを利用することにより、さらに従来の X 線撮影における吸収コントラストよりも高分解能で計測対象内部イメージングを行うことができる。

戸田らは、放射光を用いてアルミニウム合金内部の変形、疲労き裂について三次元イメージングによるその場観察を行っている⁽³⁾が、内部き裂の発生が問題となる高強度鋼において、放射光を用いてイメージング観察を行った例はほとんどない。そこで本報告では、まず鉄系材料に対する放射光の透過能力について検討を行った結果を示す。検討結果は、今後予定される疲労試験の試験片形状の指針とする。さらに、放射光 CT イメージングによる高強度鋼内の介在物検出への適用性について検討を行った結果について述べる。

2. 実験方法

2.1 SPring-8 の概要

SPring-8 とは、兵庫県西部の西播磨学園都市に建設された周長約 1.5km の蓄積リングを持つ大型放射光施設である。SPring-8 には現在、52 本のビームラインがあり、本実験は、産業用ビームライン BL19B2、第 3 ハッチにおいて行われた。BL19B2 における実験では、偏向電磁石を線源とする単色 X 線を用いた。測定装置の構成概要を Fig.

Table 1 Chemical composition of free cutting steel (SAE12L14)

C	Mn	P	S	Pb
≤ 0.15	0.85-1.15	0.04-0.09	0.26-0.35	0.15-0.35

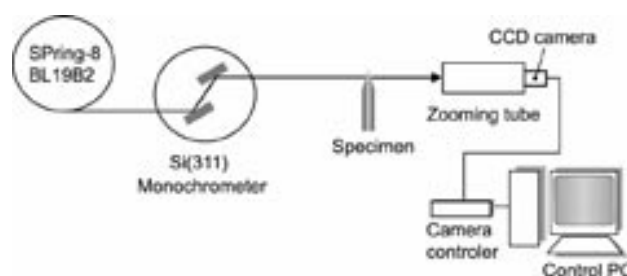


Fig. 1 Schematic illustration of measurement system

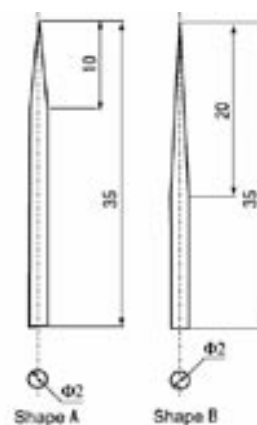


Fig. 2 Geometry of specimen

*1 神戸大学工学部機械工学科

*2 神戸大学大学院自然科学研究科 機械・システム科学専攻

*3 (財)新産業創造研究機構

*4 (株)川崎重工業 技術研究所

*5 JFEスチール(株) スチール研究所

1に示す。検出器としてズーム管（浜松フォトにクス製，C5333）および CCD カメラを用いた。測定対象を透過した X 線は，ズーム管内の光電面上で結像され，ここで光電子に変換される。光電子は電子レンズにより拡大結像され，電子増倍された後，蛍光面で可視光に変換される。この可視光は CCD カメラで受光され，画像として制御用コンピュータに記録される。CCD カメラの有効画素サイズは，2.8~0.1 μm である。

2.2 試料

測定試料として，快削鋼（SAE12L14）を用いた。快削鋼の化学成分を Table 1 に示す。快削鋼には，被削性を高めるために，S または Pb が添加されている。S を加えることによる脆さを除去するために Mn を同時に合金することにより，MnS の形で微細な介在物として分布させている。

測定に用いた試験片の形状を Fig. 2 に示す。試験片は棒鋼から Fig. 2 に示した形状に加工した。鉄鋼材料に対する放射光の透過能力を調べるために，測定部分を円錐状としている。これにより，一度の撮像によって，様々な厚さに対する放射光の透過の様子を調べることができる。透過能力を調べる実験と介在物検出への適用性を検討する実験のために，試験片頂点からの距離に対する厚さの変化率が異なる 2 種類の形状の試験片をそれぞれ用意した。

3. 透過限界寸法

鉄鋼材料に対する放射光の透過能力について検討を行った。測定には，撮像内の厚さの変化率が大きな形状 A の試験片を用いた。

放射光の透過能力に対する放射光のエネルギーの影響について調べるために，エネルギーを 10keV から 30keV まで 5keV ずつ変化させて撮影を行った。このときズーム管の倍率は x10 とした。

SAE12L14 について，エネルギーを 25keV とした場合の撮像結果を Fig. 3 に示す。撮像結果は 16 ビットのグレースケール，すなわち 65536 階調の輝度で表現された画像として記録される。輝度を横軸，撮像結果の輝度の出現頻度を縦軸としたヒストグラムを Fig. 4 に示す。Fig. 4 において，高い輝度側に存在するピークは空気を透過した X 線の輝度を，それよりも低い輝度におけるピークは試料を透過した X 線の輝度をそれぞれ表している。ここで，輝度分布が全領域に広がるように，空気を透過した X 線の輝度付近を最大値とする 256 階調の輝度に変換した。Fig. 3 では，この調節した画像を示している。

試料厚さに対する X 線の透過能力を調べるために，Fig. 3 に示した撮像結果から，試験片の頂点から下部方向に試験片の中心軸線上の輝度を得た。Fig. 5 に X 線のエネルギーを変化させた場合の測定結果を示す。Fig. 5 より試料厚さが大きくなるほど輝度が減少していることがわかる。また，エネルギーが大きくなるほど，試料厚さに対する

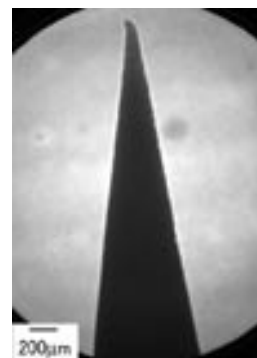


Fig. 3 Radiolucent finding (25keV, x10, L=689mm)

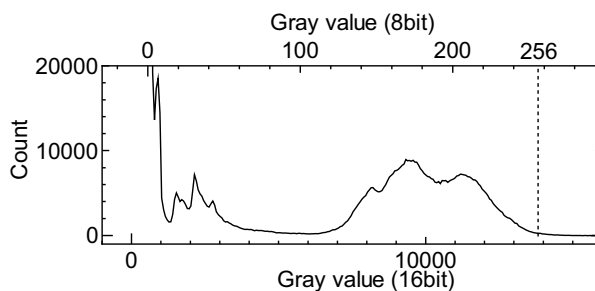


Fig. 4 Histogram of Radiation finding (Fig. 3)

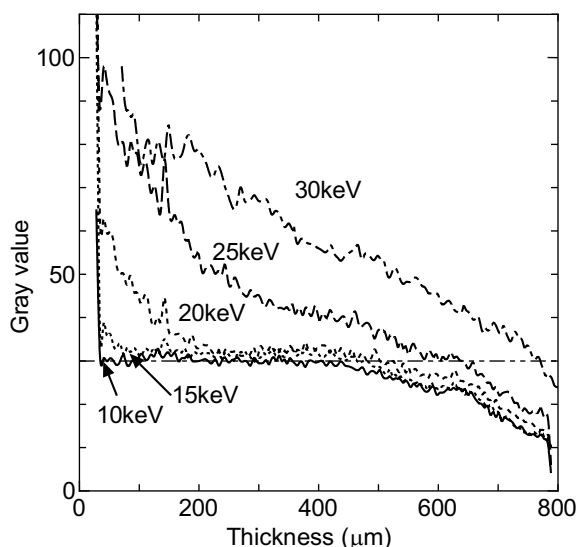


Fig. 5 Relationship between energy and transmitting thickness (x10, L=689mm)

輝度が大きくなっている。20keV 以下のエネルギーの場合における輝度は，試料厚さの増加に対して 30 まで減少した後，試料厚さに対して同じ値となっている。この原因として，輝度が 30 を示す場合は，X 線がほぼ透過していないことが考えられる。そこで，この測定システムにおいて，輝度が 30 以下になる試料厚さを，透過した X 線が観察できず，画像コントラストが得られない試料厚さ，すなわち透過限界寸法と考える。Fig. 5 より，透過限界寸法は，15keV では約 100 μm ，20keV では約 200 μm ，25keV では約 600 μm であり，30keV では約 800 μm であることがわかる。

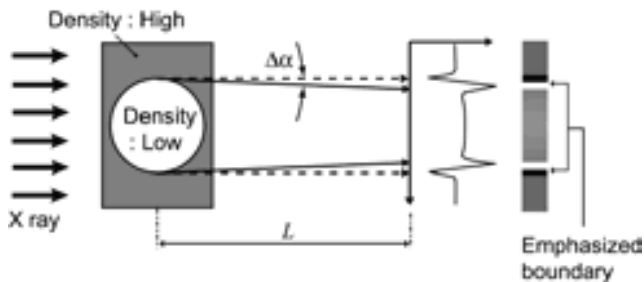


Fig. 6 Schematic illustration of the refraction contrast

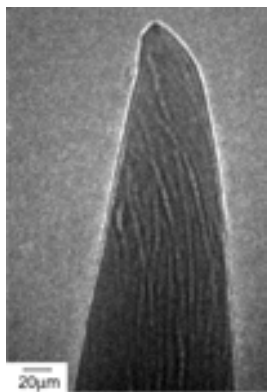


Fig. 7 Radiolucent finding (25keV, x80, L=299mm)

4. 介在物の検出

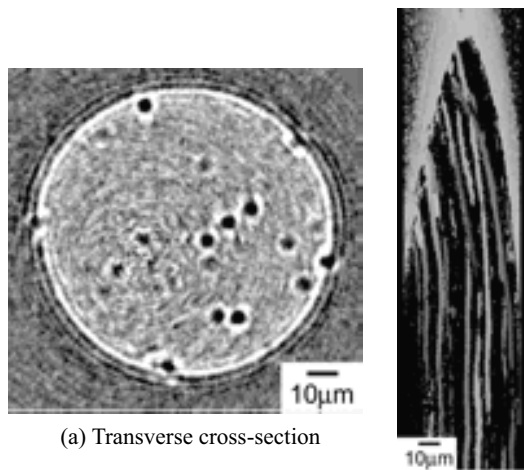
4.1 透過像

透過限界寸法は25keVにおいて600μmであることがわかった。この透過限界寸法以下の部分において、介在物検出の可能性について検討を行った。

放射光を用いた透過像では、屈折コントラストイメージが得られる。Fig. 6 に屈折コントラスト法の原理を示す。平行な X 線ビームが試料に入射した場合、X 線は密度分布の境界で屈折を起こす。Fig. 6 に示したように、密度分布の境界にあたる幾何光学的陰の位置では、屈折した X 線が検出面に届かないために輝度が落ち、わずかに内側では屈折光の寄与で強度が増す。その結果密度分布の境界に対応する位置において急峻な輝度変化が現れる。吸収線量が低い場合でも、密度分布による屈折により高コントラストイメージが得られる。

測定には、Fig. 2 に示した撮影範囲内の厚さの変化率が小さな形状 B を用いた。X 線のエネルギーを 25keV、ズーム管の倍率を x80 とした場合の透過像を Fig. 7 に示す。試料カメラ間距離 L は 299mm とした。

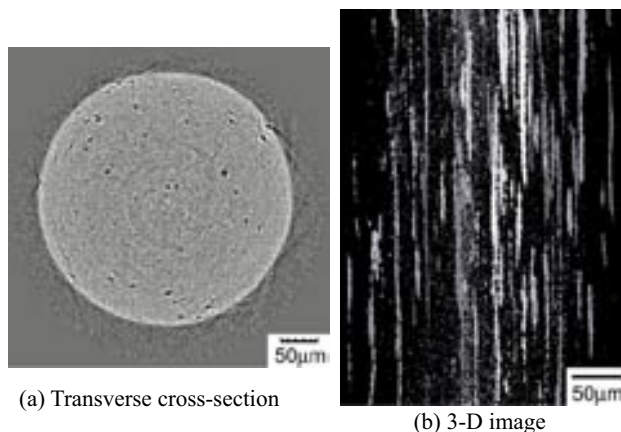
Fig. 7 より、試験片先端において明線と暗線が輪郭に沿って鮮明に現れていることがわかる。これは、試験片と空気との密度差による X 線の屈折が生じたため、屈折コントラストの効果が現れていることを示している。さらに、試験片内部に白黒色の縞状の像が試験片長手方向に伸びている。これは、屈折コントラストにより内部の密度分布が透過画像に反映されたものと考えられる。このように、放射光の屈折コントラストイメージングにより、密度差を有する金属組織を観察できるものと考えられる。



(a) Transverse cross-section

(b) 3-D image

Fig. 8 SR CT images (25keV, x80, L=299mm)



(a) Transverse cross-section

(b) 3-D image

Fig. 9 SR CT images (25keV, x50, L=299mm)

4.2 放射光 CT イメージング

X 線 CT 法の原理を適用することにより、鉄鋼材料内部の三次元イメージングを試みた。この放射光 CT イメージングにより、前節で観察された試験片内部の密度差を有する組織の位置、寸法に関する定量的評価の適用性について検討する。

X 線 CT 法では、観察対象に X 線を照射し、透過した X 線が作る 2 次元像を、回転させながら複数枚撮影する。得られた画像群から数値演算処理を施すことにより、断面図を再構成する。

本実験では、0°から 180°までの角度を 1°刻みで透過像を撮影した。断面図の再構成には、SPring-8 が公開している、FBP(Filtered Back Projection)法を用いたソフトウェアを適用した。

試験片先端部の放射光イメージング像を Fig. 8 に示す。撮影条件として、X 線のエネルギーを 25keV、ズーム管の倍率を x80、および試料カメラ間距離を 299mm とした。試験片の横断面図を示した Fig. 8(a)より、複数の円状の像が試験片内部に分布していることがわかる。これらの黒い円状の像は、前節で観察された鉄鋼材料内の密度の異なる金属組織であると考えられる。黒い円状の像

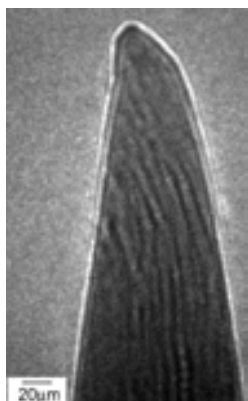


Fig. 10 image (25keV, x80, L=689mm)

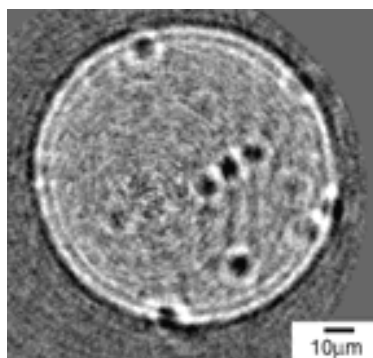


Fig. 11 SR CT image of transverse cross section (25keV, x80, L=689mm)

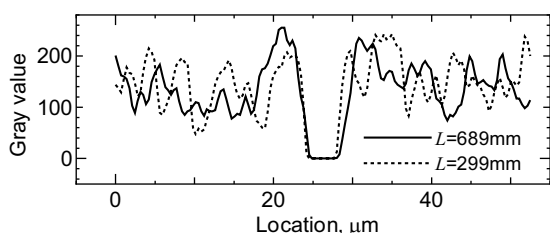


Fig. 12 Gray value distribution on metallographic structure

の周りにおける明線も含めた直径は、約 7~9 μm 程度であった。

試験片内部の組織の三次元イメージを Fig. 8(b)に示す。Fig. 8(b)では、実際の画像に2値化処理を施し、さらに輝度の表現を逆に表現している。図内で白色で表現されている部分は、Fig. 8(a)では黒色の部分に相当する。試験片先端付近における白色の円錐状の像は、試験片表面での屈折コントラストによる明暗線を現している。Fig. 8(b)において、内部の組織が多数分布しており、試験片長手方向に細長く伸びていることがわかる。また、Fig. 7に示したように切削時の塑性変形により曲がった先端の形状に応じて組織が曲がっていることが観察できる。

Fig. 8 よりも試験片の直径の大きい部分を観察した結果を Fig. 9 に示す。撮影条件として、X線のエネルギーを 25keV、試験片-カメラ間距離 L を 299mm とした。ズーム管の倍率は x50 であり、Fig. 8 に示した観察領域よりも広範囲を観察した。Fig. 9(a)より、金属組織が試験片内部の全領域に渡って広く分布していることがわかる。三

次元イメージを示した Fig. 9(b)より、この金属組織が試験片長手方向に伸びており、その長さは最大で約 150 μm に達していることが観察できる。

4.3 放射光 CT における試験片-カメラ間距離の影響

放射光を用いた屈折コントラスト法では、密度差がある境界における屈折を検出する。このため、屈折角が $\Delta\alpha$ 、カメラの空間分解能が d である場合、試験片から $d/\Delta\alpha$ 以上後方にカメラを設置しなければ屈折は検出されない。そこで、試験片-カメラ間距離が鉄鋼材料内の金属組織イメージに与える影響について調べた。

Fig. 7 から 9 を撮影した試験片-カメラ間距離 L を、299mm から $L=689\text{mm}$ となるまでズーム管およびカメラを後方に移動させて放射光 CT イメージングを行った。Fig. 7 と同じ場所について透過像を得た結果を Fig. 10 に示す。さらにこの部分について放射光 CT イメージングを行った結果を Fig. 11 に示す。Fig. 10 では、Fig. 7 と比較して縞状の像の白色部分が太くなり、境界がぼやけた像となっていることがわかる。

放射光 CT イメージである Fig. 8(a)と 11 を比較すると、白色で表された明線がぼやけており、黒色として検出された金属組織が大きく見える。Fig. 8(a)および 11 における金属組織像上の輝度分布を Fig. 12 に示す。Fig. 12 より、試験片-カメラ間距離 $L=689\text{mm}$ の場合と比較して、 $L=299\text{mm}$ では白色の明線の直径が小さいことがわかる。

この原因として次のことが考えられる。放射光は密度が小さい側に屈折を生じる。今回の屈折コントラストを用いた放射光イメージでは明線が暗線の外側に生じていたことから、金属組織の密度が回りの部分と比較して高いものと考えられる。このとき、Fig. 6 に示した屈折コントラストの概要とは、逆方向の屈折が生じている。試験片-カメラ間距離が小さくなるほど、検出面における屈折した光の寄与が大きい箇所が実際の境界線に近づいたものと考えられる。

屈折コントラスト法では、屈折光は本来あるべき位置からわずかにずれて検出される。本来は一本の線であるはずの境界線において急峻な明線と暗線の強度変化を生じさせている。試験片-カメラ間距離を変化させた場合においても、境界線に現れる明暗線は変化する。このように吸収コントラスト像に対して、屈折コントラスト像は空間分解能では劣っており、マイクロ組織観察における屈折コントラスト像の定量的評価では、屈折効果は無視できない量となることに注意が必要である。

5. 金属組織分析

放射光 CT イメージングにおいて検出された金属組織について推定するために、エッチングによる金属組織観察および EPMA(Electron Probe Micro-Analysis)による組織分析を行った。

光学顕微鏡による金属組織観察結果を Fig. 13 に示す。観察は、試験片長手方向断面において行った。エッチン

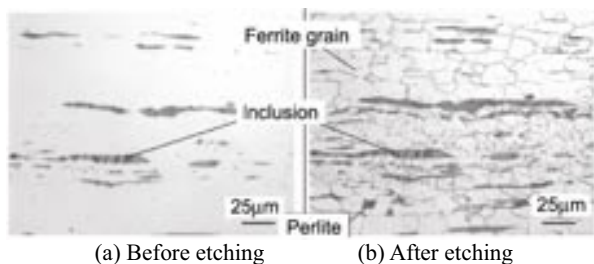


Fig. 13 Metallographic structure on vertical section (x400)

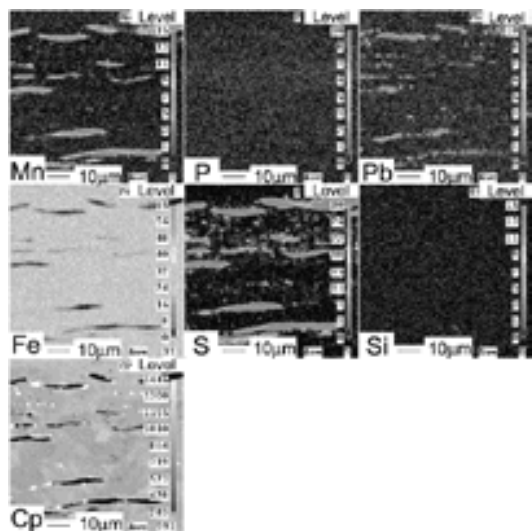


Fig. 14 Inclusion analysis by EPMA on vertical section of the specimen (Electron Probe Micro-Analysis)

グ前およびナイタールによるエッチング後のマイクロ組織写真を Fig. 13(a)および(b)にそれぞれ示している。Fig. 13(a)において、他の組織と比較して黒色に見える部分は介在物であると推定される。この介在物は、試験片長手方向に細長く伸びて分布している。Fig. 12(b)では、ナイタール3%によるエッチング処理を施すことにより、フェライト・パーライト相の組織が現れていることがわかる。Fig. 13(a)と比較すると、黒色に見えるパーライト相が介在物と同様に試験片長手方向に伸びるように分布していることがわかる。放射光 CT イメージングによって、介在物およびパーライト相の両方またはどちらか片方を検出している可能性が考えられる。

EPMA を用いて、試験片長手方向の断面における組織成分の分析を行った結果を Fig. 14 に示す。この図では、介在物の含有量が高いものが明るい色調で表現されている。Fig. 14 より、S, Mn, Pb の化学成分が多く存在していることがわかる。また、これらの成分は長手方向に細長い形状で分布している。放射光 CT イメージングでは、硫化系介在物を中心に、さらに Pb などの介在物を検出していることが考えられる。

放射光 CT イメージングおよび金属組織観察において、介在物もしくはパーライト相が、試験片長手方向に伸びた円柱状の形状として検出された。この原因として、快削鋼の圧延が考えられる。実験に用いた快削鋼は長手方向に圧延された棒鋼である。圧延過程において快削鋼に

添加された介在物が長手方向に円柱状に伸びたものと考えられる。

放射光 CT イメージングによって、金属組織を非破壊で検出できることがわかった。今回の実験では、介在物とパーライト相を同時に検出していることが考えられる。今後、介在物およびパーライト相のどちらか、またはその両方を検出しているのかについて検討が必要である。さらに、介在物とパーライト相の分離の可能性について検討を行う予定である。

6. 結 言

SPring-8 において放射光による金属組織観察を行った。放射光の鉄鋼材料に対する透過能力を調べるために、エネルギーおよび試料厚さを変化させて透過像を得た。その結果、25keV では約 600µm、30keV では約 800µm の厚さにおいて試料を透過した X 線を検出できることが分かった。さらに、X 線 CT の原理を適用して、高強度鋼内部の放射光 CT イメージングを行った。放射光 CT イメージングにより、直径 10µm 程度の円柱状に分布する介在物およびパーライト相の両方、もしくはそのどちらかの位置、形状および寸法を検出できることがわかった。

参考文献

- (1) 越智保雄, 酒井達雄, 材料, Vol. 52, No. 4, pp. 433-439 (2003).
- (2) 酒井達雄, 武田光弘, 田中伸明, 金光学, 小熊規康, 塩澤和章, 日本機械学会論文集, A-67, 663, pp. 1805-1812, (2001).
- (3) H. Toda, I. Sinclair, J. - Y. Buffiere, E. Maire, K. H. Khor, P. Gregson, T. Kobayashi, Acta Materialia, Vol. 52, pp. 1305-1317, (2004).

謝辞 本研究は高輝度光科学研究センター(JASRI)大型放射光施設(SPring-8)BL19B2 で行ったものである。実験に際しては、JASRI の梶原聖太郎博士に熱心なご指導をいただいた。ここに謝意を表する。