

多結晶金属材料における回折コントラストトモグラフィによる 金属組織評価の高精度化

High Accuracy Measurement of Metallographic Structure for Polycrystalline Metal by Diffraction Contrast Tomography

中井 善一, 塩澤 大輝
Yoshikazu Nakai, Daiki Shiozawa

神戸大学大学院
Kobe University

結晶 3D マッピング法の一つである回折コントラストトモグラフィ(DCT)は, 結晶の位置や形状, 結晶方位などの組織観察を可能とする. 本研究は, SPring-8 において結晶 3D マッピング法を開発し疲労損傷などを定量的に評価する手法を構築することを目的とする. これまでに BL19B2 ビームラインにおいて DCT の開発を行い, さらに DCT を用いた疲労損傷評価への可能性について検討を行ってきた. 繰返し負荷による疲労損傷を与えると結晶で生じた回折現象により検出カメラ上で得られる回折コントラスト像のコントラストが小さく, 見えにくくなる. 本研究では BL19B2 よりも輝度が高いビームを利用可能な BL46XU において DCT 測定を行うことを検討した. 輝度が高いビームを用いることによる撮影時のコントラストの改善, 測定時間の短縮についての検討を行った. コントラストの改善には複数回撮影を行い, 画像を重ね合わせる手法を検討した. これまでは平均結晶粒径が 80 μm の結晶の再構成まで可能であったのに対して, BL46XU のビームラインでは平均結晶粒径が 40 μm の結晶まで再構成が可能になった.

キーワード: 回折コントラストトモグラフィ(Diffraction Contrast Tomography),
金属疲労(Fatigue), 金属組織観察(Crystal structure analysis)

背景と研究目的:

近年, 回折コントラストを用いて結晶粒の形状および方位を解析する手法が研究・開発されている. 本手法によれば結晶粒の形状および方位を高精度に測定できる結晶 3D マッピングが可能となる. 本研究では, 結晶 3D マッピング法である回折コントラストトモグラフィ(Diffraction Contrast Tomography:DCT)[1]を開発し, クリーブ損傷評価や疲労損傷などを定量的に評価する手法を構築することを目的としている. これまでにアルミニウム合金やステンレス鋼, 工業用純鉄などに対して, BL19B2 のイメージング用の測定装置を用いて DCT により結晶 3D マッピングが可能であることを明らかにした[2, 3, 4]. さらに静的引張負荷や繰返し引張負荷を与えたサンプルに対して DCT 測定を行い, 結晶の塑性ひずみの評価へ適用が可能であることを示した[5, 6].

DCT では結晶で生じる回折像を画像処理することにより結晶の 3 次元像を再構成する. これまでの実験では塑性ひずみの増加や蓄積とともに回折像のコントラストが低下した. また空間分解能が高い検出器構成では検出効率が低くなるため, 長い露光時間が必要となる. そこで本課題では BL19B2 ビームラインよりも輝度が高い放射光が利用可能な BL46XU において DCT 測定を行うことにより, DCT の検出能の向上を検討した. BL46XU を用いることにより, 高コントラストな回折像を取得すること, 撮影時間の短縮, およびより小さな結晶粒を再構成することを検討した.

実験:

1. 試験片および疲労試験機

供試材としてオーステナイト系ステンレス鋼 SUS316L を用いた. BL19B2 での実験と同様の試験片形状を用いており, 放射光の透過能から試験片断面は 0.3 mm×0.3 mm とした(図 1). 再構成が可能な結晶粒径を検討するために二種類の結晶粒径を有する試験片について測定を行った.

試験片形状に加工後, 残留ひずみの除去と結晶粒の粗大化を目的として, 1020°C で 0.5 時間保持後炉冷を 2 回繰り返す熱処理および 1020°C で 0.5 時間保持後炉冷を 1 回行う熱処理を行った.

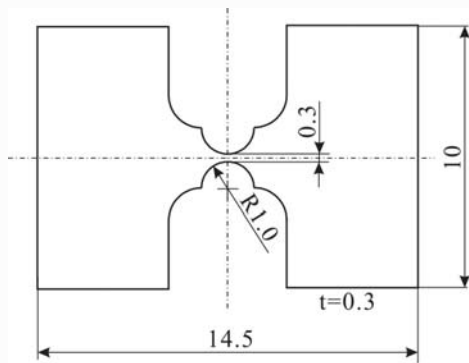


図 1. 試験片形状

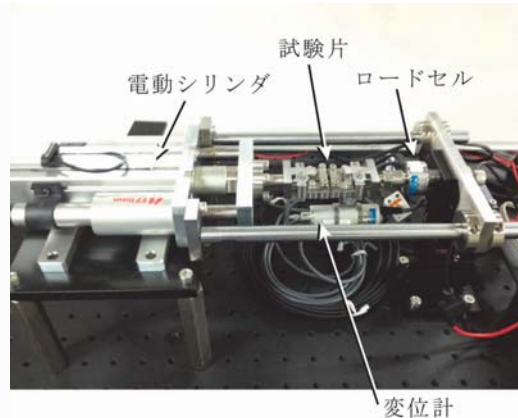


図 2. 疲労試験機外観

熱処理後の平均結晶粒径 D はそれぞれ $85 \mu\text{m}$ および $40 \mu\text{m}$ であった．次に，繰返し塑性変形の影響について検討するために，引張・圧縮負荷を与えることが可能な疲労試験機(図 2)を用いて低サイクル疲労試験を行った．DCT の測定ごとに，疲労試験を中断して試験片を取り外している．疲労試験機では，リニアスライダをアクチュエータとして用いており，試験片取付け治具間の変位をひずみゲージ式変位計で，負荷をロードセルで測定し，フィードバック制御をそれぞれに対して行うことにより，変位および負荷制御による疲労試験が可能となっている．本実験では試験片取付け治具間の変位を制御する両振り低サイクル疲労試験を行った．

2. 観察条件

DCT の測定は BL46XU ビームラインにて行った．検出器にはビームモニタ BM2($f=24$)と CCD カメラ C4880-41S の組み合わせを用いた．検出器の有効ピクセルサイズは $1.4 \mu\text{m}$ である．測定条件としては，サンプルカメラ間の距離 L を 10 mm ，X 線のエネルギー E を 37 keV とした．サンプルを 0° から 180° ，または 360° まで回転させながら，常に検出器で露光し， 0.04° だけ回転するごとに画像を取得している． 360° 回転させて露光する場合は，結晶方位の同定精度を向上させる試みとして行った．規定の繰返し負荷に達するごとに疲労試験を中断し，試験片を疲労試験機から取り外してビームラインにおいて DCT 測定を行った．疲労試験と DCT の測定を繰り返すことにより，き裂発生までの結晶粒および回折スポットの変化の観察を行った．

3. 実験結果

BL46XU で行った撮影に基づく，結晶粒径 D が $85 \mu\text{m}$ および $40 \mu\text{m}$ の試験片における再構成結果を図 3 に示す．図 3 より結晶粒径 $D=85 \mu\text{m}$ および $40 \mu\text{m}$ の試験片ともに結晶の再構成が可能であることが分かる．図 3(c)に示した三次元像の断面図から求積法で求めた結晶粒径は $44 \mu\text{m}$ であった．DCT を用いて得られた結晶粒径と金属顕微鏡により得られた結晶粒径の値はほぼ一致しており，DCT により結晶粒の再構成が行われているものと考えられる．これまで，BL19B2 ビームラインにおいても $80 \mu\text{m}$ の結晶粒径は再構成が可能であったが，より小さな結晶粒の回折像を十分なコントラストで得るためには露光時間を長く取る必要があった．そこで BL19B2 ビームラインでは露光時間を短くするために 4 つのピクセルを 1 つのピクセルと扱う 2×2 mode で測定を検討した． 2×2 mode では 1 ピクセルサイズが $2.6 \mu\text{m}$ となり空間分解能が低下するため，結晶粒径が小さい場合では結晶ごとの回折像の分類が行えず結晶が再構成できない場合が生じた．BL46XU では輝度が高いため， 1×1 mode でも露光時間を短くでき，高い空間分解能で測定を行うことができたため， $40 \mu\text{m}$ の結晶粒径でも再構成が可能になったものと考えられる．

BL46XU では露光時間を短く設定できるようになったため，画像を複数回撮影して積算することにより，回折像のコントラストを向上させる，重ね合わせ撮影を行うことを検討した．一回目の撮影が終了後に再度同じ試験片を同条件で撮影を行い，同じ入射角度における撮影画像に対して積算処理を行った．積算処理を行った結果を図 4 に示す．図 4 では 8bit に 256 階調の輝度分布に変換した画像について，回折像を横切る線上の輝度値分布を示しており，1 回目と 2 回目の撮影画像に対して，放射光を入射していない状態で撮影した暗電流画像を引算した場合の輝度値分布(1st, 2nd)，およびこれらの輝度値分布を積算した結果(1st+2nd)である．図 4 より，回折像以外で

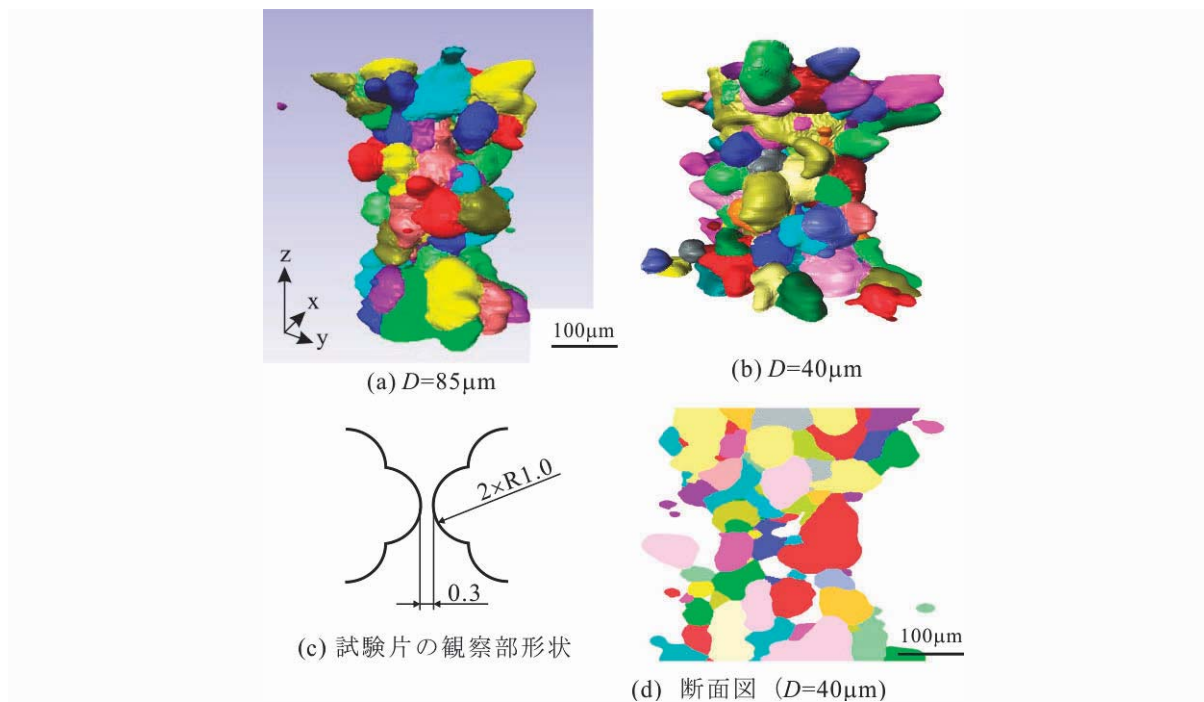


図3. BL46XU を用いた SUS316L 試験片の結晶粒分布の再構成結果

は輝度値がほぼ 0 を示しているのに対して、回折像上では輝度値が高くなっており、積算することにより回折像上においてのみ、値が大きくなっていることが分かる。このように回折による影響のみを積算することが可能になるため、S/N 比を向上させることが可能になるものと考えられる。画像積算による再構成結果の影響については、再構成が完了していないため比較できていない。今後は再構成処理を進めて積算の効果について検討を行う。

低サイクル疲労過程における測定では、 $D=80\ \mu\text{m}$ の試験片では繰返し負荷直後に回折像が見えなくなり、重ね合わせ撮影においても回折像のコントラストは小さく再構成処理ができなかった。 $D=40\ \mu\text{m}$ の試験片では $D=80\ \mu\text{m}$ の場合よりも多い繰返し数においても回折像が確認されたが、回折像のコントラストが低下しており、再構成可能な結晶粒数が減少していた。回折像のコントラストが低下した原因として、疲労損傷や塑性ひずみの導入によるコントラストの低下が考えられる。また今回の疲労試験では $D=80\ \mu\text{m}$ の試験片に対してのみ重ね合わせ撮影を行っていたため、今後は $D=40\ \mu\text{m}$ の試験片に対しても疲労試験過程において重ね合わせ撮影を適用し、その効果を検討する。

今後の課題：

BL46XU において DCT 測定を行うことにより、短時間で高分解能な撮影が行えることが分かり、これまでよりも小さな結晶粒を有する試験片について結晶粒分布の再構成が可能となった。また重ね合わせ撮影により、高コントラストで回折像を取得できることが明らかとなった。これまでの実験の結果、繰返し負荷における回折の拡がり角の変化は、結晶粒内の転位密度と関連性があることが分かってきた[7]。今後は重ね合わせ撮影を用いて疲労過程の回折像を詳細に分析すること、および結晶粒数を多く有する試験片に対して、低サイクル疲労だけでなく、高サイクル疲労の試験過程の変化を観察し疲労き裂発生時の結晶評価を行う。

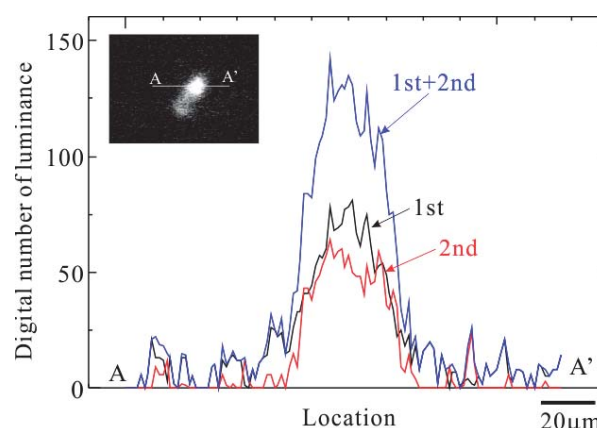


図4. 重ね合わせ撮影法における回折像のコントラスト変化

参考文献：

- [1] W. Ludwig et al., : J. Appl.Cryst., Vol. 41 (2008), pp. 302-309.
- [2] 中井善一、塩澤大輝、平成 23 年度 重点産業利用課題成果報告書(2010B), 2010B1842.
- [3] 中井善一、塩澤大輝、平成 23 年度 重点産業利用課題成果報告書(2011A), 2011A1786.
- [4] 中井善一、塩澤大輝、平成 24 年度 重点産業化促進課題・一般課題(産業分野)実施報告書(2012), 2011B1983.
- [5] D. Shiozawa et al., Proceedings of 15th International Conference on Experimental Mechanics (2012).
- [6] 中井善一、塩澤大輝、平成 24 年度 重点産業化促進課題・一般課題(産業分野)実施報告書 (2012A), 2012A1437.
- [7] D. Shiozawa et al., Advanced Materials Research Vols. 891-892 (2014), pp. 600-605.