

クリープ損傷評価のための結晶 3D マッピング法の開発 Development of crystal structure three-dimensional mapping method for creep damage evaluation.

中井 善一^a, 塩澤 大輝^b
Yoshikazu Nakai^a, Daiki Shiozawa^b

^a神戸大学大学院, ^b神戸大学大学院
^aKobe University, ^bKobe University.

本研究は、回折コントラストを用いた結晶 3D マッピング法を開発することを目的とした。本手法では、Bragg の回折条件を満たした場合に、回折像と回折によって減衰した透過像が現れ、これらを用いて結晶粒形状および結晶方位を評価することが可能となる。そこで本課題実験ではまず、回折コントラストを得るための測定装置構成、エネルギーなどの条件を検討し、BL19B2 のイメージング用の測定装置で測定可能であることを明らかにした。

キーワード：回折コントラスト、放射光 CT イメージング、結晶構造解析

1. 背景と研究目的：

老朽化が進む火力発電プラント等の高温機器においてクリープ損傷を精度良く評価・解析する手法が必要とされている。クリープ損傷を評価する手法としては、実機から採取したサンプルの金属組織観察や電子顕微鏡、透過型電子顕微鏡によるボイドの空孔率や転位密度、結晶方位差を用いた組織観察法が提案されている。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[1]。高い平行性を有する放射光では回折条件を満たした結晶において X 線の回折が生じることにより、透過 X 線イメージ中に回折スポット像が現れる。この回折スポットの形状から結晶粒の形状を、回折方向から結晶の方位を同定する。本手法によれば結晶粒の形状および方位を非破壊的かつ三次元的に解析することが可能となる。本研究では、回折コントラストを用いた結晶 3D マッピング法を開発し、本手法をクリープ損傷評価に適用することを試みる。本課題実験ではまず、結晶 3D マッピング法を開発するにあたって、回折コントラストを得るための測定装置構成、エネルギーなどの条件について検討を行った。

2. 実験：

2.1 回折コントラストイメージ

回折コントラスト測定の実験の概念図を Fig.1 に、後述の実験の回折コントラスト測定の一例を Fig. 2 にそれぞれ示す。Bragg の回折条件を満たす結晶粒の場合、回折角の方向に結晶粒の投影像が現れ、結晶の後ろの検出面における透過像には結晶粒の投影形状をした暗い領域が観察される。試料に対して種々の方向から X 線を入射すると、各結晶粒に対して回折条件を満たす場合が多数存在する。回折条件を満たした場合の像を抽出して、三次元像を再構成すると、結晶粒の形状を三次元的に同定することができる。ただし、回折スポットが現れる透過像は 180°回転させながら取得した透過像群の数と比較して非常に少ない。

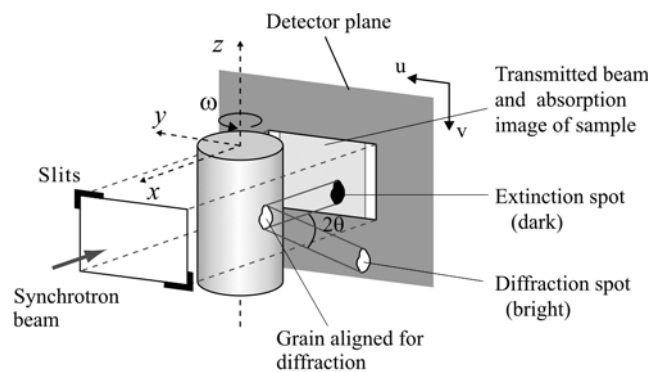


Fig. 1 Schematic image of setup.

透過 X 線強度 I は, サンプルの有効減衰係数 $\mu_{\text{eff}}(r) (= \mu_{\text{abs}}(r) + \mu_{\text{diffr}}(r))$ を用いて次の様に表される.

$$I(u, v) = I_0(u, v) \exp[-\int \mu_{\text{eff}}(r) dx] \quad (1)$$

ここで I_0 は入射 X 線強度, r はサンプル内の座標系を表し, 積分は入射 X 線方向 x に沿って行われるものとする. $\mu_{\text{diffr}}(r)$ は回折による減衰係数を, $\mu_{\text{abs}}(r)$ は回折以外の吸収による減衰係数をそれぞれ表しており, $\mu_{\text{diffr}}(r)$ は波長, 結晶方位, 構造因子およびローレンツ因子によって決まる. さらに同じ結晶における回折による影響を $\mu_{\text{diffr}}(r)$ とスケージング関数 $m(\lambda, \omega, g)$ で表す. ω は X 線の入射角であり, g は変換係数行列である. $\mu_{\text{diffr}}(r)$ は結晶での回折強度を表し, $m(\lambda, \omega, g)$ は Bragg の回折条件を満たした特定の回転角度のみで回折が生じることを示している. 測定サンプルに対する X 線強度と入射 X 線の X 線強度との対数比をとることにより, ビーム方向の減衰係数の積分値を得る.

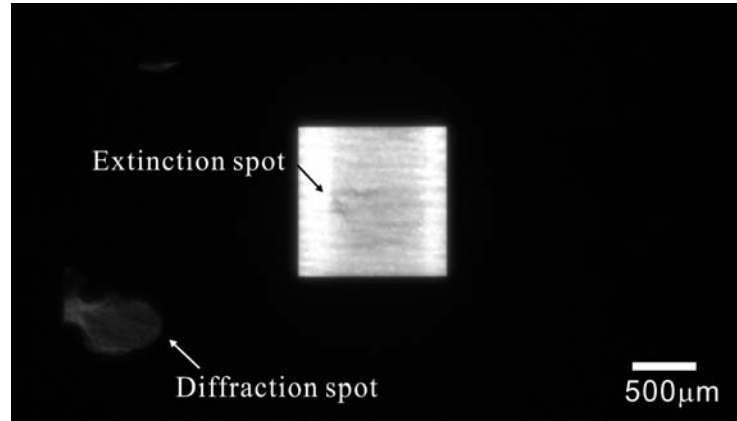


Fig. 2 Monochromatic beam projection image of the cylindrical Al1050 sample

$$-\ln \left[\frac{I(u, v)}{I_0(u, v)} \right] = -\ln [I_{\text{tot}}^\omega] = \int \mu_{\text{eff}}(r) dx = \int \mu_{\text{abs}}(r) dx + m \int \mu_{\text{diffr}}(r) dx \quad (2)$$

2.2 解析手順

(1) 回折スポットの抽出

再構成手法である Field back projection 法を用いて透過像群からサンプル内の減衰係数分布 (μ_{eff}) が得られる. 回折スポットが現れる透過像は非常に少ないため, Field back projection 法の画像再構成処理プロセス内では, 回折スポットの影響は画像の乱れなどのノイズと同程度のものとなる. このため再構成で得られる減衰係数は吸収による減衰係数 (μ_{abs}) となり, この再構成された画像から吸収コントラスト $\int \mu_{\text{abs}}(r) dx$ を算出することができる. さらに透過像 I から $\int \mu_{\text{abs}}(r) dx$ を差し引けば, 回折による影響のみを得ることができる. 回折による影響を抽出するもう一つの手法としては, 透過像群に対してピクセルごとに 1 次元 Median filter を適用することにより, $\int \mu_{\text{abs}}(r) dx$ を推定する.

$$\begin{aligned} I_{\text{abs}}^\omega &\approx \text{Median}_\omega \{ I_{\text{tot}}^{\omega-n}, I_{\text{tot}}^{\omega-n+1}, \dots, I_{\text{tot}}^\omega, \dots, I_{\text{tot}}^{\omega+n} \} \\ I_{\text{abs}}^\omega &\cong \exp[-\int \mu_{\text{abs}}(r) dx] \\ P_{\text{diffr}}^\omega &= \ln(I^\omega / I_{\text{abs}}^\omega) = m \int \mu_{\text{diffr}}(r) dx. \end{aligned} \quad (3)$$

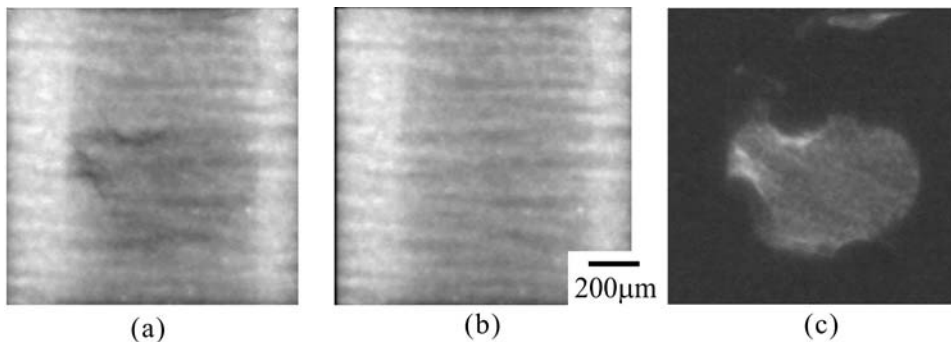


Fig. 3 Removal of the absorption background, (a) Projection image, Corresponding absorption background, Extinction spot obtained by logarithmic subtraction of the images to the left

本解析では Median filter を用いて回折スポットを抽出した. 抽出した結果の一例を Fig. 3 に示す. Fig. 3 よりサンプル内の回折を生じた結晶のみが現れていることが分かる.

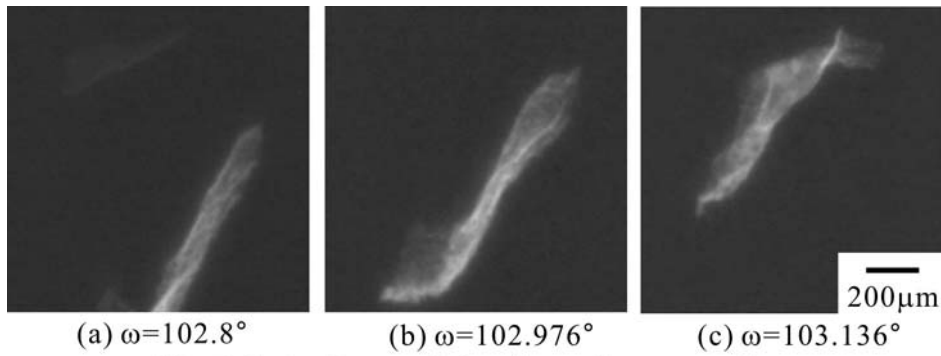


Fig. 4 Extinction spot belonging to the same grain.

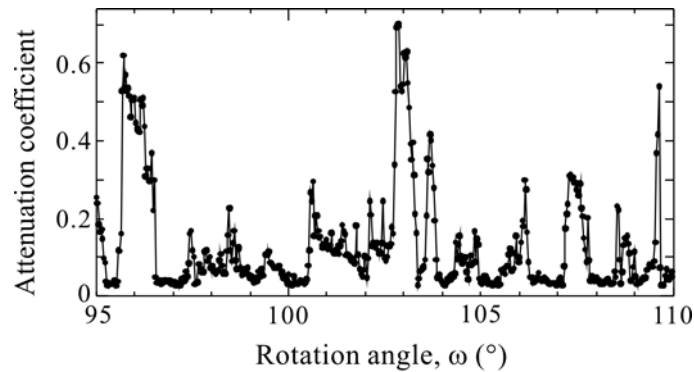


Fig. 5 Relationship between rotation angle and attenuation coefficient in diffraction image.

(2) 回折スポットの結合と分類

X線回折法において見られるように、回折スポットはある広がりを持ち、回折した結晶の一部がそれぞれの透過像において得られる。このため連続した透過像群を同じ回折に属する回折スポットへそれぞれ分類し、回折スポットの領域がつながっている隣り合う画像を結合させる。

(3) 回折スポットの区分および結晶形状の再構成

次に結合した回折スポットを同じ結晶に属しているものへ区分する。180°回転させて透過像を得た場合、この同じ結晶に対する回折スポットが数十枚得られる。これらの回折スポットを用いて結晶の三次元形状を再構成する。

測定サンプルの受入材は直径 0.8mm のアルミニウム合金 A1050 の線材である。この受入材を 270°C で 1 時間、および 550°C で 1 時間の焼なましを行い測定に用いた。このときの平均結晶粒径は約 600μm であった。

回折スポットの抽出において、回折スポット以外の吸収コントラスト像の算出には対象とする画像を中心として 50 枚の画像を用いた 1 次元 Median filter を適用した。

2.3 結果および考察

(1) 実験条件

実験は高輝度放射光施設 SPring-8 の BL19B2 ビームラインにおいて行った。X線エネルギーが 27keV の単色 X 線を用いた。検出器はビームモニタ(BM2($f=50$))と CCD カメラ(C4880-41S)の組合わせを用いた。この検出器における有効ピクセルサイズは 2.8μm である。サンプル-検出器間距離を 10mm とし、0°から 180°まで 0.032°刻みで回転させながら透過像を得た。さらにサンプルの前に幅 1.0mm、高さ 1.0mm のスリットを設置した。

(2) 実験結果

回折スポットを抽出した画像の例を Fig. 4 に示す。Fig. 4(a)~(d)は連続した透過像である。解析手順において述べたように、これらは同じ結晶における回折によるものと考えられ、回折が生じ

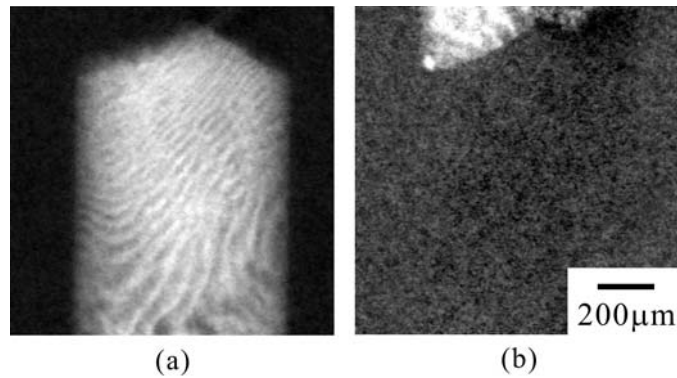


Fig.6 Extinction spot corresponding to a projection of the grain volume.

ている箇所が角度を変化させるとともに少しずつ移動している様子が見られた。これは結晶内に生じた転位などにより結晶の格子面が湾曲しているため、同じ結晶粒内であってもサンプルを回転させるたびに回折条件を満たした格子面が少しずつ現れたことが考えられる。回折スポット画像における減衰係数の最大値と X 線の入射角度の関係を Fig. 5 に示す。減衰係数が大きい角度では、回折が生じていることを表している。Fig. 5 より回折が連続して生じている角度が見られており、その幅は約 0.5° となっていることが分かる。回折スポット画像を足し合わせた画像を Fig. 6 に示す。Fig. 6(a)より線径にわたり一つの結晶粒が占めており、画像の上部には結晶粒界が確認できる。またこの上部の結晶粒について得られた回折スポットが Fig. 6(b)である。このように結晶形状および格子面の湾曲などといった結晶構造に関する情報を得ることができることが明らかとなった。回折の広がりなどを利用して変形や欠陥など構造評価が可能となることが期待される。

3. 今後の課題

本課題実験では、回折スポット画像を得るための測定条件や結晶粒形状の同定のための画像データおよび処理手順を確認した。本報告では、X 線回折による減衰スポット像のみを画像処理に用いた。この場合結晶方位差が小さく、結晶が重なり合う場合では、結晶を分離して同定することは不可能となる。そこで減衰スポットに加えて X 線回折スポットを用いることにより、より高精度に結晶粒を同定することが可能になると考えられる。さらに解析可能な結晶粒の数を増やすとともに、クリープ試験などを行ったサンプルについて測定を行い、結晶方位差が損傷に与える影響について検討する予定である。

参考文献：

- [1] W. Ludwig, S. Schmidt, E. M. Lauridsen and H. F. Poulsen : X-ray Diffraction Contrast Tomography: A Novel Technique for Three-Dimensional Grain Mapping of Polycrystals. I. Direct Beam Case, Journal of Applied Crystallography, Vol. 41, pp.302-309, (2008).