

結晶 3D マッピング法を用いた塑性ひずみの測定 Measurement of plastic strain by using crystal structure three-dimensional mapping method

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

^a神戸大学大学院工学研究科
^aKobe 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し、疲労損傷やクリープ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た。結晶 3D マッピング法では、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。これまでに Al および Fe について、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を検討し、BL19B2 のイメージング用の測定装置で回折コントラストの測定が可能であることを明らかにした。また、画像解析スキームを構築することで、結晶粒の位置および寸法を評価できることが明らかとなった。本課題実験では引張試験機を作製し引張負荷を与えながら撮影を行うことで、結晶 3D マッピング法による結晶の塑性ひずみの評価への適用性について検討を行った。その結果、塑性変形領域内では負荷が加わるにつれて結晶ごとの回折の拡がり角の幅が大きくなることが分かった。このことから本手法から個々の塑性ひずみを評価できる可能性があることが分かった。

キーワード： Diffraction contrast image, 3D grain mapping, Steel, Crystal structure analysis

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、クリープ損傷や疲労損傷へ適用することを試みる。2010B 期課題実験では結晶 3D マッピング法を開発するにあたって画像解析スキームを構築するとともに、解析結果をもとに回折コントラスト撮影法の改善について検討を行った。その結果、結晶粒の回折コントラストをより効率的に抽出および分類することが可能となった。また再構成結果から本解析スキームにより結晶粒の位置および寸法を評価できることが明らかとなった。本課題実験では、サンプルに対して引張負荷を加えることのできる試験機を作製し、引張負荷を加えながら撮影を行った。また、得られた画像から結晶の塑性ひずみを評価する手法の構築について検討を行った。

実験：

測定材料の受入材は厚さ 0.3mm のオーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 の板材である。SUS304 鋼では測定部断面が 0.3mm×0.3mm となるように測定サンプルをそれぞれ切り出した。この測定サンプルについて残留ひずみの除去と結晶粒の粗大化を目的として SUS304 鋼では 1050°C で 30 分保持後炉冷を行う熱処理を行った。熱処理後の平均結晶粒径は 85μm であった。

回折コントラストの測定システムの概要を図 1 に示す。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

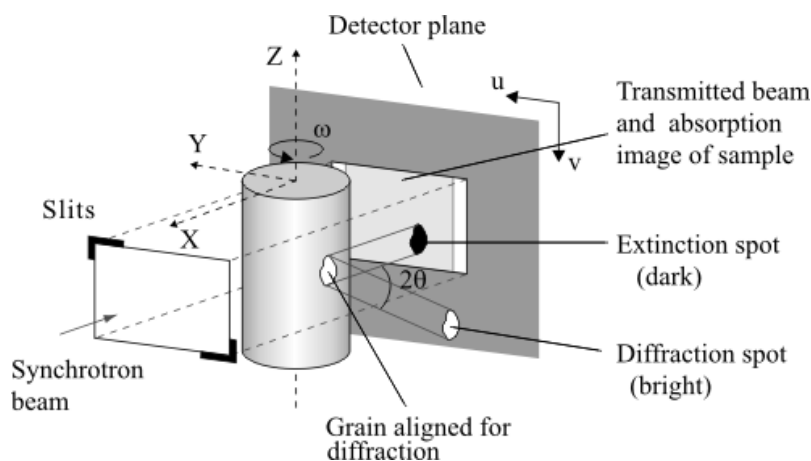


図1 回折コントラストイメージの撮影原理

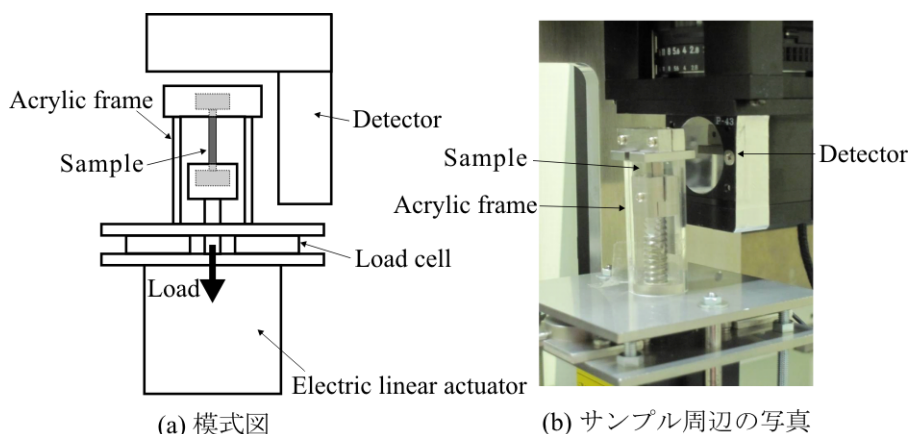


図2 引張試験装置の概要

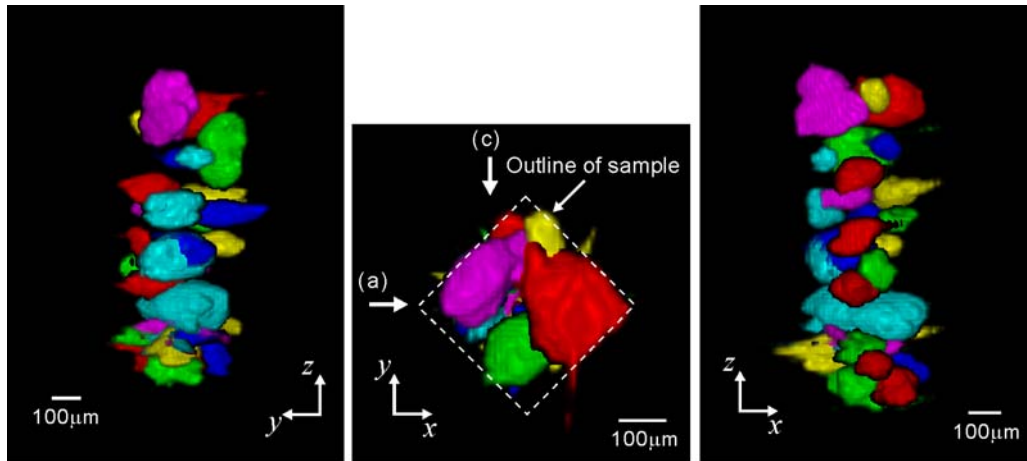
影形状をした暗い領域（減衰スポット）が観察される．試料に対して種々の方向から X 線を入射すると，各結晶粒に対して回折条件を満たす場合が多数存在する．回折条件を満たした場合の像を抽出して，三次元像を再構成すると，結晶粒の形状を三次元的に同定することができる．これらの回折像と減衰した透過像から結晶形状を 3D イメージングから得るとともに，X 線の回折条件から結晶方位も同定する．この回折コントラストは通常の CT イメージングを行う装置構成で測定することができる．

回折コントラストの測定は BL19B2 ビームラインで行った．検出器にはビームモニタ BM2 と CCD カメラ C4880-41S の組み合わせを用いた．この検出器における有効ピクセルサイズは $2.8\mu\text{m}$ である．回折コントラストを得る装置構成としては，サンプルの前に幅 1.0mm ，高さ 1.0mm のスリットを設置した．スリットの外側の X 線を遮断することで，スリット外側に現れる回折像を検出しやすくする．

結晶 3D マッピング法を用いた結晶ごとの弾性および塑性ひずみ評価法について検討するために，引張負荷を与えながら撮影を行った．引張試験機の模式図を図 2(a)に，検出器付近の写真を図 2(b)にそれぞれ示す．引張試験機ではリニアアクチュエータにより試験片に対して引張負荷を与え，このときの引張負荷をロードセルにより測定する．リニアアクチュエータにより変位および負荷の大きさを正確に制御することが可能となる．測定条件としては，サンプルーカメラ間の距離 L を 20mm ，X 線のエネルギー E を 37keV とした．試験片に与える引張試験力を 0 ， 100 ， 270 および 380MPa の 4 種類として撮影を行った．撮影方法では，サンプルを 0° から 180° まで 0.05° 回転させながら露光する連続撮影を適用した．

結果および考察：

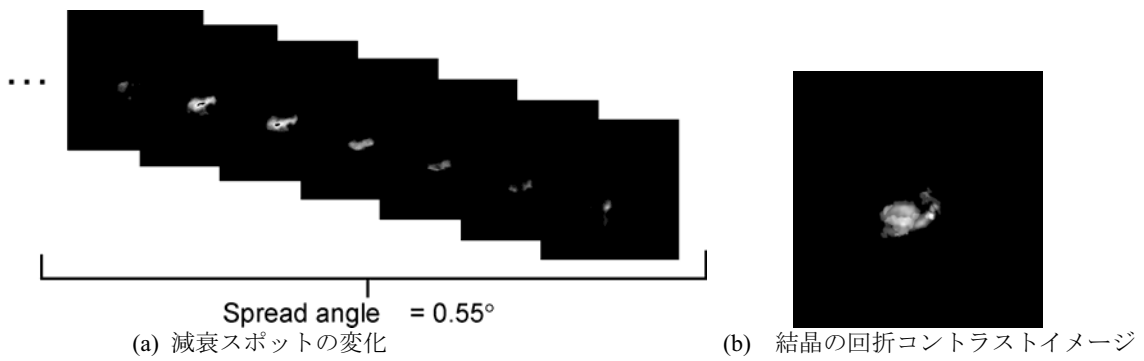
2010B 課題実験で報告した画像解析スキームを用いてステンレス鋼の試料に対して撮影および再構成を行った．引張試験力 0MPa で撮影した画像に対して結晶粒の 3 次元再構成した結果の一例を図 3 に示す．結晶 3D マッピングでは，回折条件を満たした結晶の減衰像または回折像から



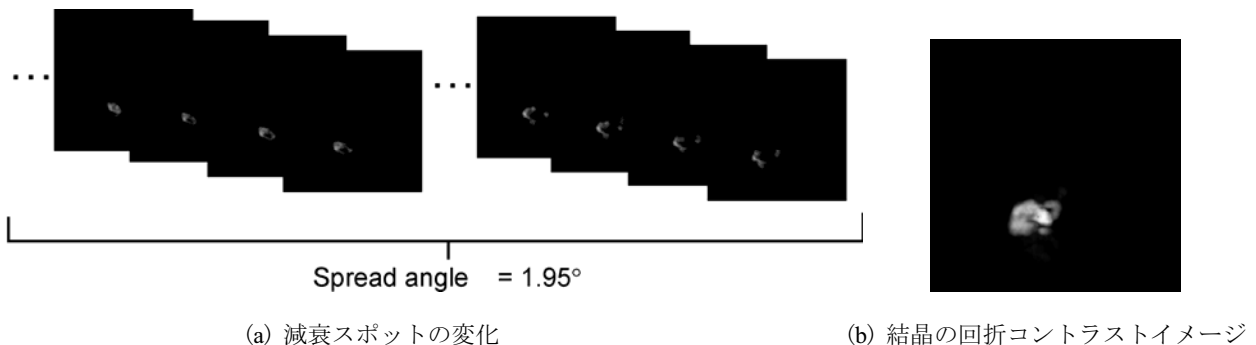
(a) Side view (b) Top view (c) Side view
 図3 結晶 3D マッピングの再構成像 (SUS304 鋼, 引張負荷 $\sigma=0\text{MPa}$)

個々の結晶に関する 3 次元形状を得る. 図 3 では結晶粒ごとに再構成を行い, これらの再構成した結晶を色分けして合わせて示している. なお結晶の色は近接する結晶を区別しやすいように割り当てている. 図 3(b)はサンプルの上方向からみた結晶分布を示しており, 図 3(a)および(c)は横方向からサンプルを見た結晶分布をそれぞれ示している. 図 3 より, 結晶粒間に何も無い空間があるなど小さな結晶粒については再構成出来ていない箇所が存在しているが, ステンレス鋼に関しても回折コントラストイメージに画像処理解析を適用することで結晶粒の大きさおよび位置を推定できることが分かる.

次に引張負荷によりひずみを導入した影響を比較した結果について述べる. 一般に結晶で生じる回折角は拡がりをもっており, 入射角度を変えながら測定を行った場合では結晶の一部が少しずつ減衰スポットとして現れる. 引張負荷が 0MPa および 270MPa における, 同一の結晶に関する減衰スポット像の変化を図 4 および 5 にそれぞれ示す. 無負荷における減衰スポット像の変化を示した図 4(a)より, 入射角度を変化させるごとに回折が生じる部分が変わっていることが分かる. これらの減衰スポットを加算することで一つの結晶で生じた回折コントラストイメージを得る(図 4(b)). 引張負荷 270MPa を与えながら測定した場合において, 図 4 に示した結晶を得たほぼ同



(a) 減衰スポットの変化 (b) 結晶の回折コントラストイメージ
 図4 減衰スポットおよび回折コントラストイメージ (SUS304, $\sigma=0\text{MPa}$)



(a) 減衰スポットの変化 (b) 結晶の回折コントラストイメージ
 図5 減衰スポットおよび回折コントラストイメージ(SUS304, $\sigma=270\text{MPa}$)

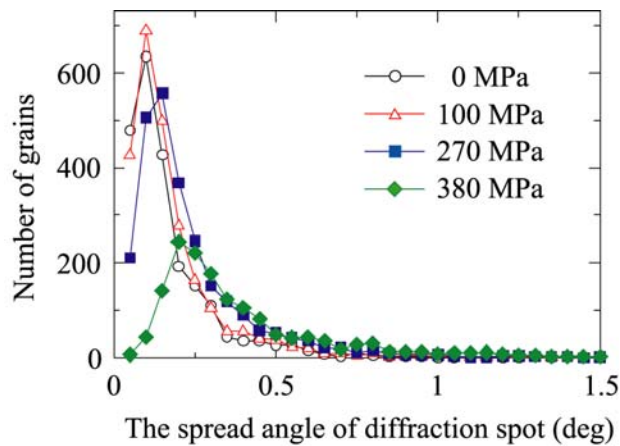


図6 回折角の拡がりのヒストグラム

じ角度で得られた減衰スポット群を図5に示した。図5(a)の減衰スポットを加算して得られた回折コントラストイメージ(図5(b))は、無負荷時に得られたもの(図4(b))と同様の形状をしていることから、二つは同じ結晶に関する回折コントラストイメージであると考えられる。また図4(a)および5(a)を比較すると、一枚の透過像から得られる減衰スポットの大きさは無負荷時と比較して小さくなっており、減衰スポットが現れる範囲、すなわち回折角の拡がりが大きくなっていることが分かる。これは、塑性ひずみが導入されると、結晶粒の湾曲や結晶内に副結晶粒組織が生じることにより結晶内での回折面が増加したため、一つの結晶において広い角度範囲で回折が生じたものと考えられる。

試料を 180° 回転させる間に得られた回折コントラストイメージの回折角の拡がりを算出した。回折角の拡がりに関するヒストグラムを図6に示す。図6より、弾性変形領域である0MPaおよび100MPaのヒストグラムを比較するとほとんど差は見られないことが分かる。一方、塑性変形後である270MPaと380MPaでは、弾性変形時のヒストグラムと比較して大きな回折角の拡がりを有する結晶が多くなっている。これは塑性ひずみが導入されるほど結晶の湾曲や副結晶粒組織が生じることを表している可能性がある。従来のX線回折を用いて疲労損傷や塑性変形を評価する先行研究がなされており、塑性変形の導入によって回折角の拡がりが増加することが利用されている。結晶3Dマッピングでは個々の結晶に対して回折角の拡がりを評価することにより結晶粒ごとの塑性ひずみを評価できるものと考えられる。

今後の課題：

本課題実験では撮影中に引張負荷を与える試験機を作製し、これを用いて結晶3Dマッピング法の測定を行うことにより、結晶の塑性ひずみを評価する手法の構築について検討を行った。その結果、塑性ひずみの導入とともに回折コントラストイメージにおける回折角の拡がりが生じることが分かった。この回折角の拡がりを評価することによって、個々の結晶の回折強度曲線を得ることが可能となり、結晶粒内の転位密度や塑性ひずみを推定できる可能性があることが分かった。今後は全ての結晶について回折角の拡がりを評価することによって、塑性ひずみの分布の可視化を試みる。本手法では回折角の拡がりの変化を利用するため、塑性ひずみの定量的評価は困難である。そこで疲労試験を行いながらその場観察を行うことにより、疲労損傷に伴う相対的な結晶粒の評価法としての適用を検討する。さらに、EBSD (Electron Back Scatter Diffraction Patterns) 法による結晶組織観察結果との比較を行うことにより、回折角の拡がりが副結晶粒組織の影響によるものであるかについての確認を行う。

謝辞：

本実験は、財団法人関西エネルギー・リサイクル科学研究振興財団の研究助成(若手奨励研究)および科学研究費補助金(若手B, 課題番号22760078)の支援を受けて行われた。記して謝意を表す。

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).