

# パルス中性子イメージングによる バルク結晶組織分布の定量的可視化

北海道大学 大学院工学研究科 ○ 佐藤 博隆 加美山 隆 鬼柳 善明

## Quantitative Visualization of Spatial Distribution of Crystallographic Textures and Microstructures of Bulk Materials by Pulsed Neutron Imaging Technique

Hiroataka SATO, Takashi KAMIYAMA and Yoshiaki KIYANAGI

### 1 研究の背景と目的

物質透過能力が高い中性子ビームを利用した材料のバルク結晶組織解析が行われている。例えば、回折法を利用した歪・応力・集合組織の測定や、小角散乱法を利用した析出物・ボイドのサイズ・数密度の測定がある。このようなバルクの非破壊的な評価は、材料特性の本質を理解する上で非常に重要である。しかし、非一様材料の場合、部位によって結晶組織状態は異なっている。そのため、ビームを走査してマッピング解析する必要があるが、複数箇所のデータを同時に得ることはできない。また、ビーム強度が弱い中性子の場合、スキヤニング法では過大な測定時間を要するという問題がある。

この問題を解決するために、パルス中性子透過分光イメージングが利用できるのではないかと考え、開発研究を進めてきた。その理由は次の通りである。Fig.1に示すように、本手法では、パルス線源から放出された白色ビームを試料に照射し、その透過率を2次元画像検出器で測定する。また、線源で中性子が放出されてから検出器で中性子が検出されるまでの飛行時間から、中性子の速度ひいてはエネルギーや波長を求めることができる（飛行時間（TOF）分光法）。このようにして、例えば Fig.2のような、回折に起因するブラッグ散乱端（ブラッグエッジ）を含む透過率スペクトルを画像検出器の画素毎に測定することができる。ブラッグエッジにはバルクの結晶組織情報が含まれているため、これを分光学的にパターン解析することによって、バルク結晶組織状態の実空間分布を定量的に画像化することができる。

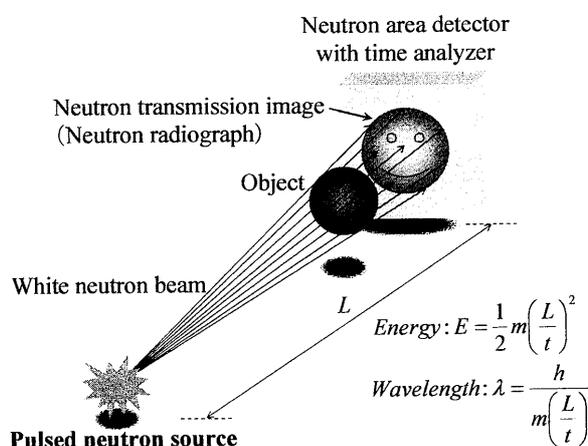


Fig.1 Schematic layout of a spectroscopic neutron transmission imaging experiment at a pulsed neutron source.

これまでの研究により、結晶構造因子を始めとする様々な回折強度補正因子を考慮に入れて分光学的にパターン解析するブラッグエッジ透過イメージング用リートベルト解析コード「RITS (仮称)」を開発した<sup>1)</sup>。これにより、集合組織の発達の程度（選択配向の強弱）を定量的に画像化することができるようになった<sup>1)</sup>。しかし、集合組織解析のためには、極点図等を用いて各結晶面の配向方位や方位分布を決定する必要があった。また、このような集合組織解析を行うためには、多重回折現象（特に結晶子サイズに依存する第1次消衰効果）も補正する必要があった。そこで本研究では、ブラッグエッジ透過イメージング用リートベルト解析法の更なる高度化を行い、その結果、圧延集合組織形態の特定や結晶子サイズの可視化ができるようになったので、その検証実験結果と透過イメージング法の有用性について報告する。

### 2 $\alpha$ -Fe 溶接材のバルク結晶組織イメージング実験

実験は北海道大学 45MeV 電子線形加速器施設（北大 LINAC）で行った。本 LINAC には、小規模ながら世界的にも希少なパルス冷中性子源が設置されている。この線源と、空間分解能  $800\mu\text{m}$ ・測定視野  $10\text{cm}\times 10\text{cm}$  を有する中性子用 GEM 型画像検出器を組み合わせ測定を行った。Fig.3(a)に測定試料の写真を示す。試料は全て一般構造用圧延鋼 SS400（低炭素鋼、炭素量 0.2%以下、分類上は  $\alpha$ -Fe, BCC 結晶）であり、中性子透過方向への試料厚さは全領域において 0.6cm である。上側と下側の試料では圧延面法線方向（ND）に中性子を透過させ、中央の試料では圧延方向（RD）に中性子を透過させている。また、

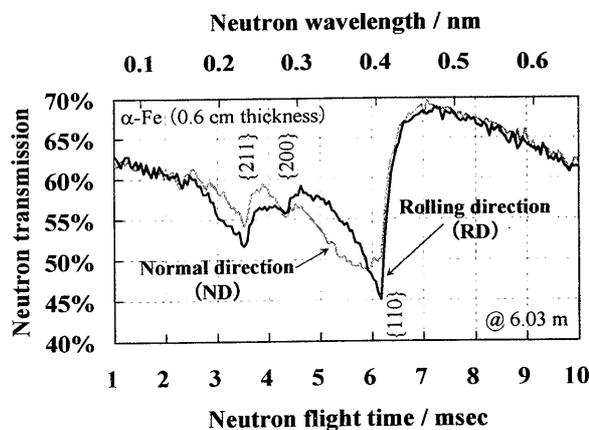


Fig.2 Texture dependency of Bragg edge neutron diffraction-transmission spectra as a function of neutron wavelength analyzed by the time-of-flight (TOF) method.

中央と下側の試料は中心部において圧延面両側からSS400でTIG溶接されている。

### 3 集合組織・微細組織の可視化結果と考察

Fig.2及びFig.3に測定結果の一例を示す。中性子の透過強度イメージはFig.3(b)のようになった。試料間の間隙以外に目立ったコントラストの変化は見られない。

画像検出器の全ピクセルで得られたブラッグエッジ透過率パターンを最新のRITSコードで解析した。最新のRITSコードには、結晶方位分布を記述する修正March-Dollaseモデルと第1次消衰効果を記述するSabineモデルを組み込んでいる。両モデルを同時に使用することで、現実のブラッグエッジ透過率パターンを従来よりも良く再現することが可能となった。また、両モデルを利用した結果、結晶異方性パラメータ（March-Dollase係数）の精密化は元より、中性子透過方向に配向している結晶面の特定や結晶子の大きさを実験データから抽出することも可能となった。

Fig.3(c)に結晶方位の異方性を定量的に可視化した集合組織イメージを示す。画像中の黒い領域は選択配向が弱くなっている領域である。画像を詳細に分析すると、溶接金属部だけが結晶方位がランダムになっていることがわかった。また、圧延集合組織は $\{111\}\langle 01\text{-}1\rangle$  ( $\gamma$ 繊維と $\alpha$ 繊維)であることが、ブラッグエッジ形状解析により明確に識別できた。この結果は既存の研究結果を支持すると同時に、本手法による集合組織解析が妥当であることを示している。また、回折法の場合は試料を回転しながら測定を多数回行う必要があるが、ブラッグエッジは回折ピークの全立体角積分に相当しているため、Fig.2に示したように集合組織変化をブラッグエッジ形状変化と

して容易に無回転で観測できるという特長がある。

Fig.3(d)に結晶子サイズを可視化した微細組織イメージを示す。この画像から、結晶子サイズがRD:ND =  $6\mu\text{m} : 4.5\mu\text{m}$ 程度のSS400圧延材を溶接した結果、溶接部(溶接金属部+熱影響部)ではRD:ND =  $3\mu\text{m} : 2.5\mu\text{m}$ 程度に微細化したことが読み取れた。この過程を確認するため、試料の一部を切り出して光学顕微鏡で観察した所、圧延部で結晶粒サイズ20~50 $\mu\text{m}$ 程度のフェライト相、溶接部で結晶粒サイズ8~20 $\mu\text{m}$ 程度のフェライト相及び微細なマルテンサイト相が分布していることがわかった。これはパルス中性子イメージングの結晶子サイズ測定結果とほぼ比例関係にあり、その妥当性を示している。このように、材料各部の透過率パターンをリートベルト解析するパルス中性子イメージングを利用すれば、広範囲のバルク結晶組織を一度に定量評価(可視化)することが可能である。

### 4 結 言

本研究では、より高度なスペクトル解析を行うパルス中性子イメージング法を開発し、従来までは不可能だった集合組織形態の識別や微細組織の評価及びイメージングを実現させた。今後さらに検証・高度化は必要であろうが、本手法はバルク結晶組織のイメージングを高空間分解能で広範囲にわたって行える唯一の手法であり、電子後方散乱回折(EBSD)法やX線散乱法、中性子散乱法が苦手とする条件下の測定をカバーできる強力な材料解析ツールになり得ると考えられる。

### 参考文献

- 1) H. Sato, O. Takada, K. Iwase, T. Kamiyama and Y. Kiyonagi, J. Phys.: Conf. Ser. (accepted).

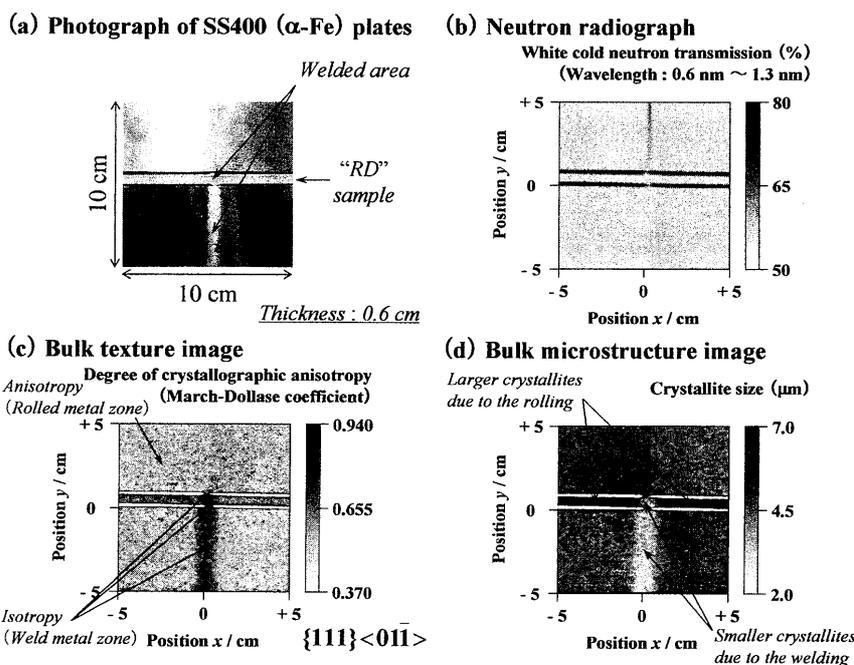


Fig.3 (a) Photograph of the measured samples; two rolled SS400 ( $\alpha$ -Fe) plates which neutrons penetrate through ND (at the upper side), one welded-rolled  $\alpha$ -Fe plate which neutrons penetrate through ND (at the lower side) and one welded-rolled  $\alpha$ -Fe plate which neutrons penetrate through RD (at the center). (b) Transmission image of low-energy neutrons. (c) Quantitative bulk-texture image obtained by analyzing all the position-dependent Bragg edge transmission patterns, indicating the degree of crystallographic anisotropy distribution. (d) Quantitative bulk-microstructure image, indicating the crystallite size distribution.