



北海道大学

パルス中性子透過法による粗大結晶粒材料 の粒サイズ解析手法の開発

北大院工 ○藤井 伸弥、佐藤 博隆、大沼 正人、加美山 隆

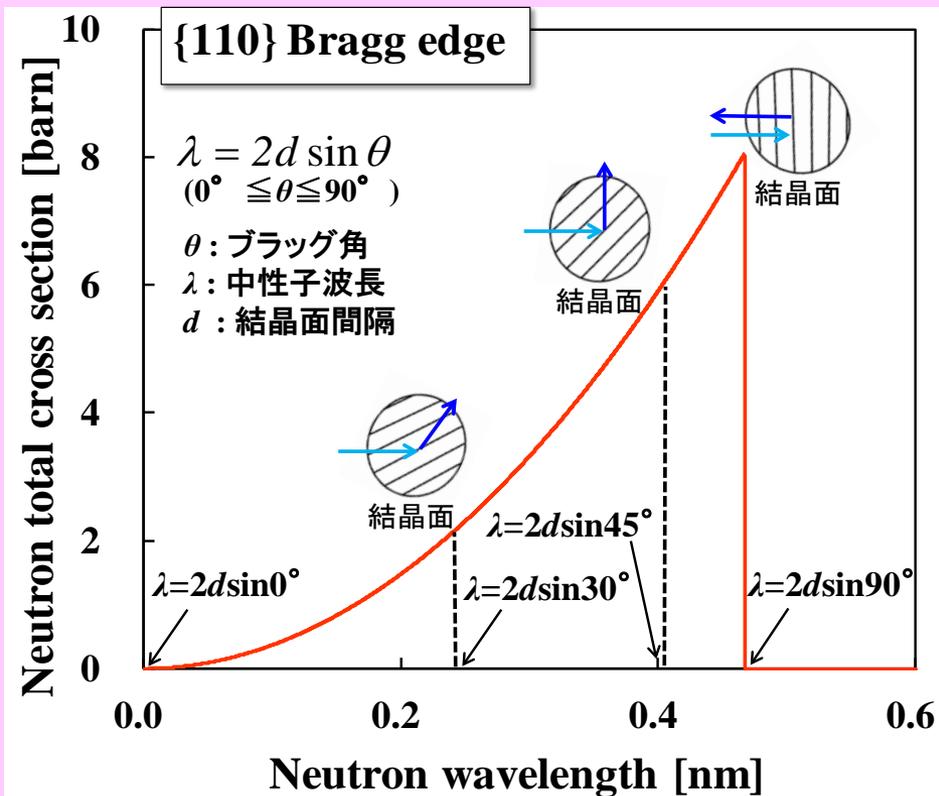
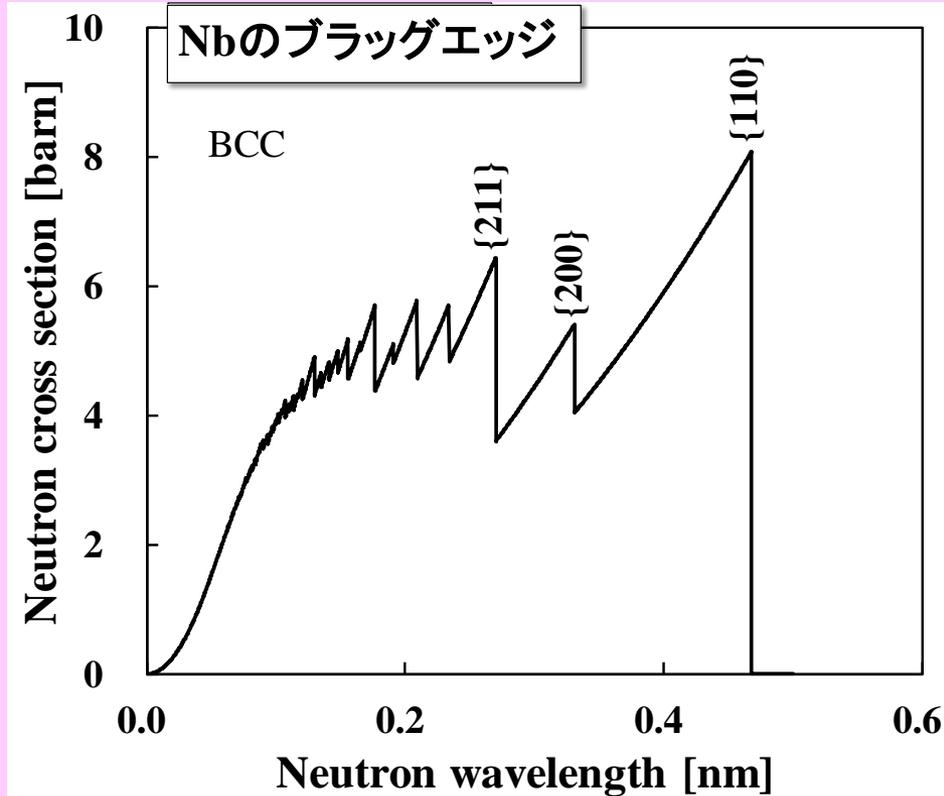
平成27年度 中性子イメージング専門研究会

2016年1月7日(木)



北海道大学

中性子透過ブラッグエッジ

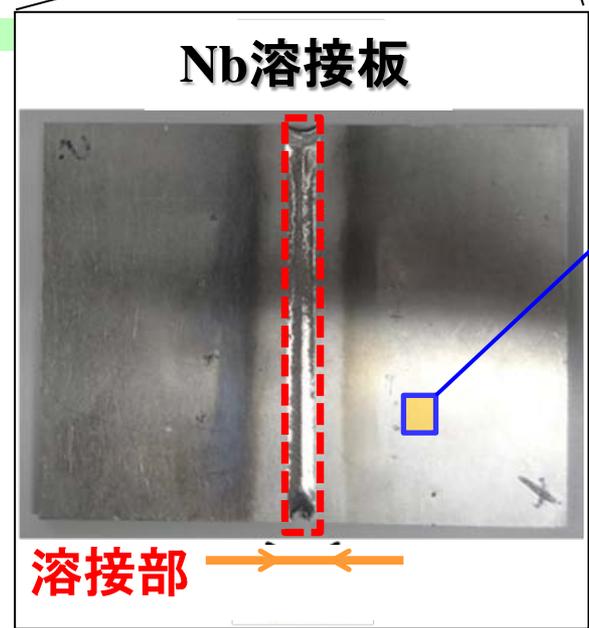
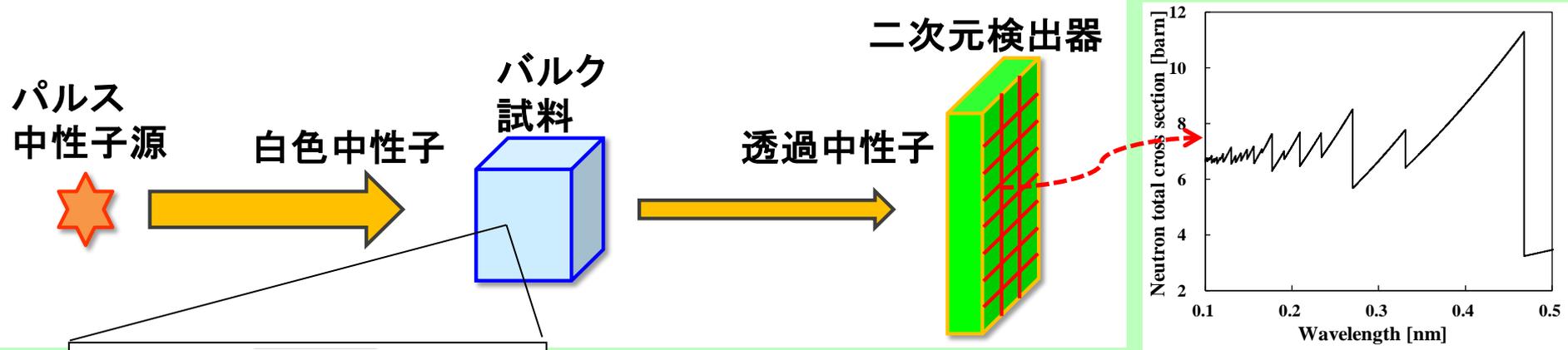


ブラッグエッジを解析



結晶組織情報を取得

中性子透過イメージング



ピクセル単位でブラッグエッジを解析

- 「結晶構造」
- 「ひずみ」
- 「集合組織」
- 「結晶子サイズ」

二次元マッピングが可能

粗大結晶粒のブラッグエッジ

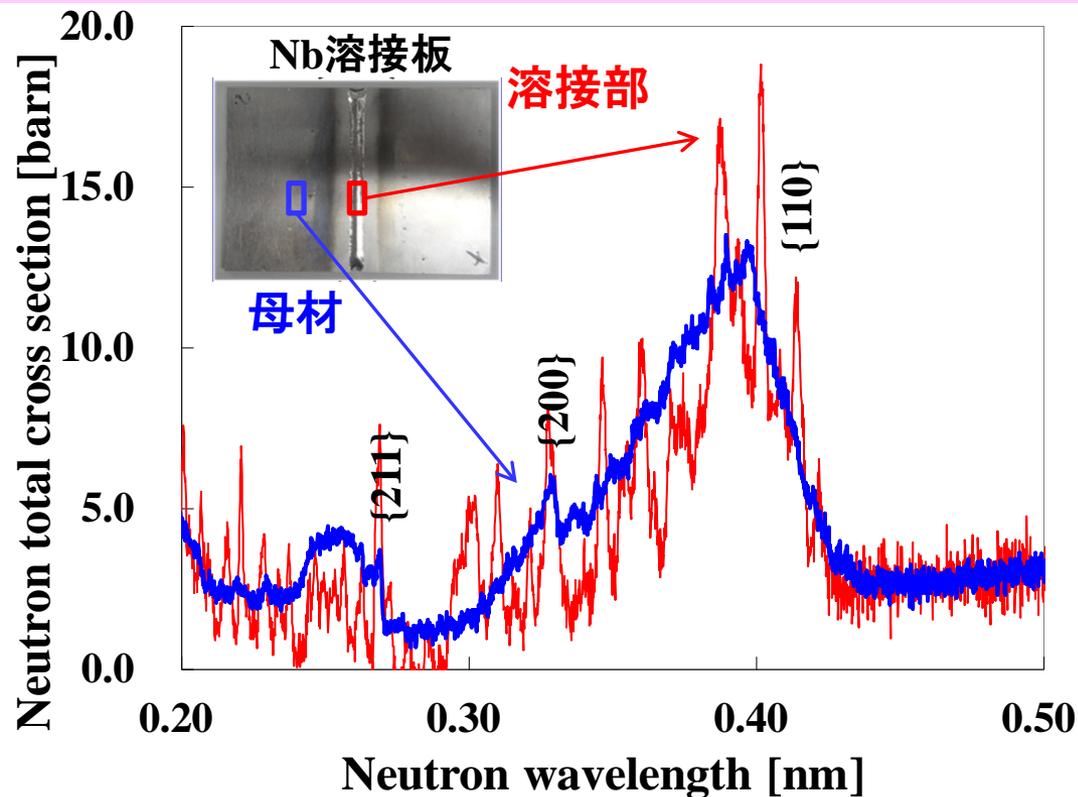
微細結晶粒

- ▶ 理想的な粉末試料のスペクトルに近い形状

粗大結晶粒

(粒径 $\geq 50 \mu\text{m}$)

- ▶ エッジの位置が不明確
- ▶ 多数のピーク



粒サイズ「大」 \Rightarrow 粒数「少」 \Rightarrow 波長毎の散乱強度に統計的な偏り \Rightarrow 振幅「大」

\Rightarrow 振幅は粒サイズに依存

研究目的と結晶粒サイズ推定の手順

研究目的

パルス中性子透過法を用いて粗大結晶粒材料の結晶粒サイズを解析するための手法を開発する。

解決方策: 断面積の振幅を指標とした結晶粒サイズ推定

● 発表内容

計算で様々な結晶粒サイズの**ブラッグ散乱強度**を再現



ブラッグエッジ断面積へ変換



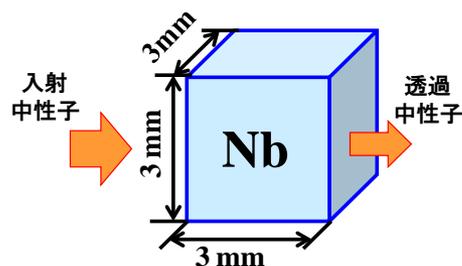
振幅と結晶粒サイズの
関係を把握



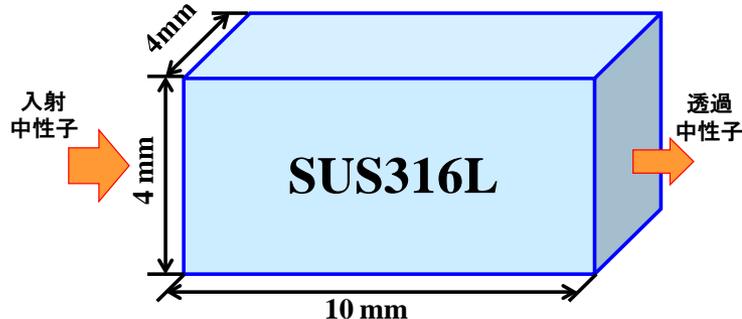
得られた関係を用い**Nb溶接部-SUS316L**の結晶粒サイズを推定

Nb溶接部試料・SUS316L試料のモデル化

測定試料のモデル

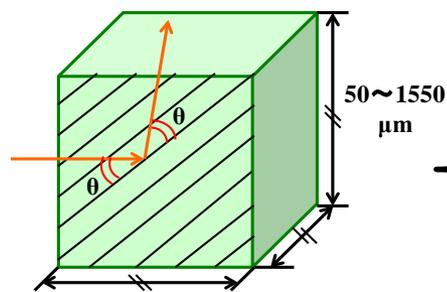


- ・ $3 \times 3 \text{ mm}^2$ 照射面
→ ^6Li ガラスシンチレーター検出器 1ピクセル相当
- ・ 3 mm 厚 → Nb溶接板



- ・ $4 \times 4 \text{ mm}^2$ 照射面
→ GEM検出器 25ピクセル相当
- ・ 10 mm 厚 → SUS316L

結晶粒モデル (立方体)

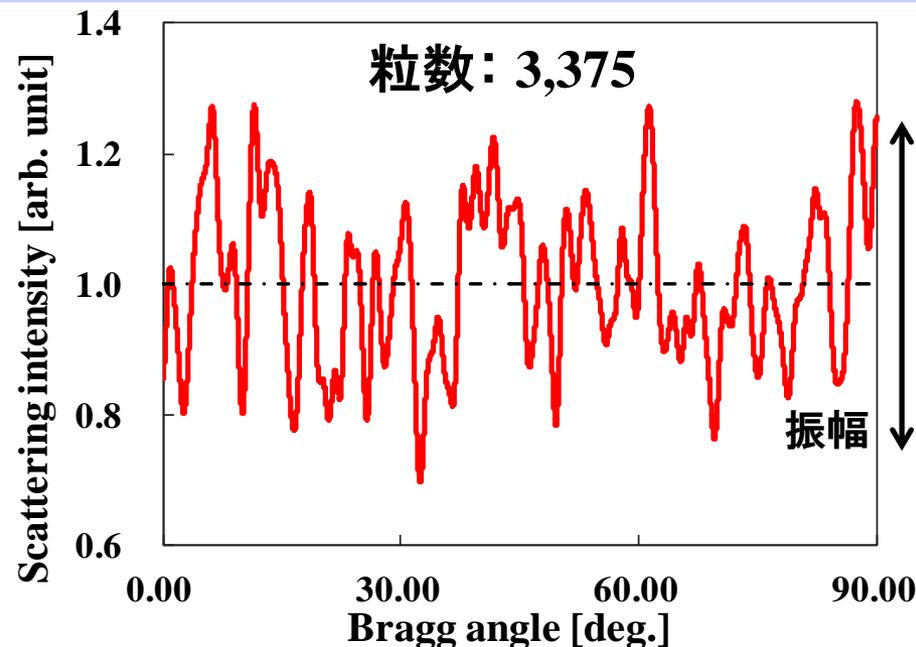
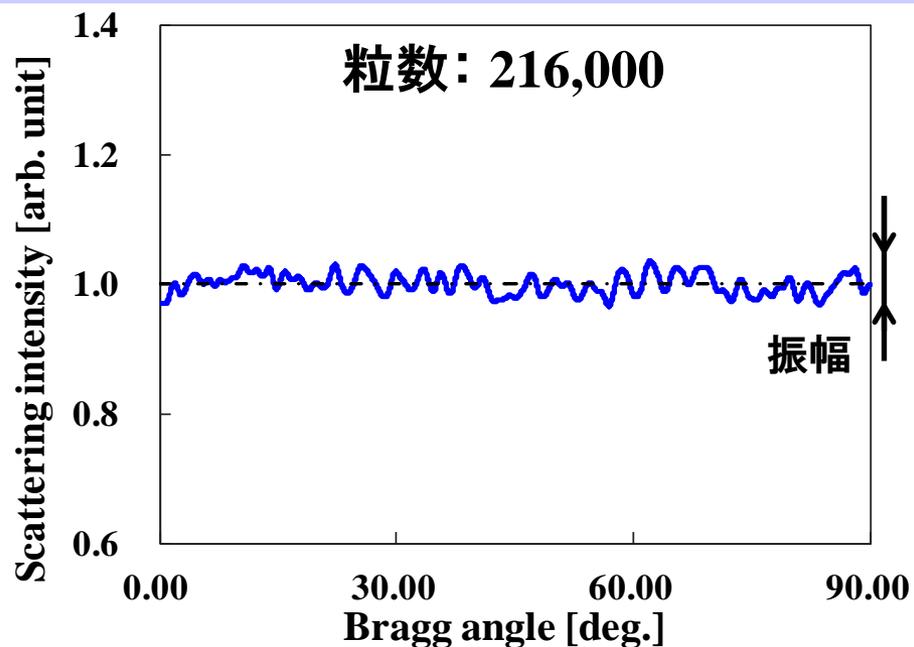


- ・ 粒サイズは試料中で均一
- ・ 粒サイズ $50 \sim 1550 \mu\text{m}$ の各場合について計算
- ・ ランダムな結晶方位 ($0^\circ \leq \theta \leq 90^\circ$)
- ・ ブラッグ散乱強度 \propto 結晶粒体積

異なる粒サイズにおけるブラッグ散乱強度

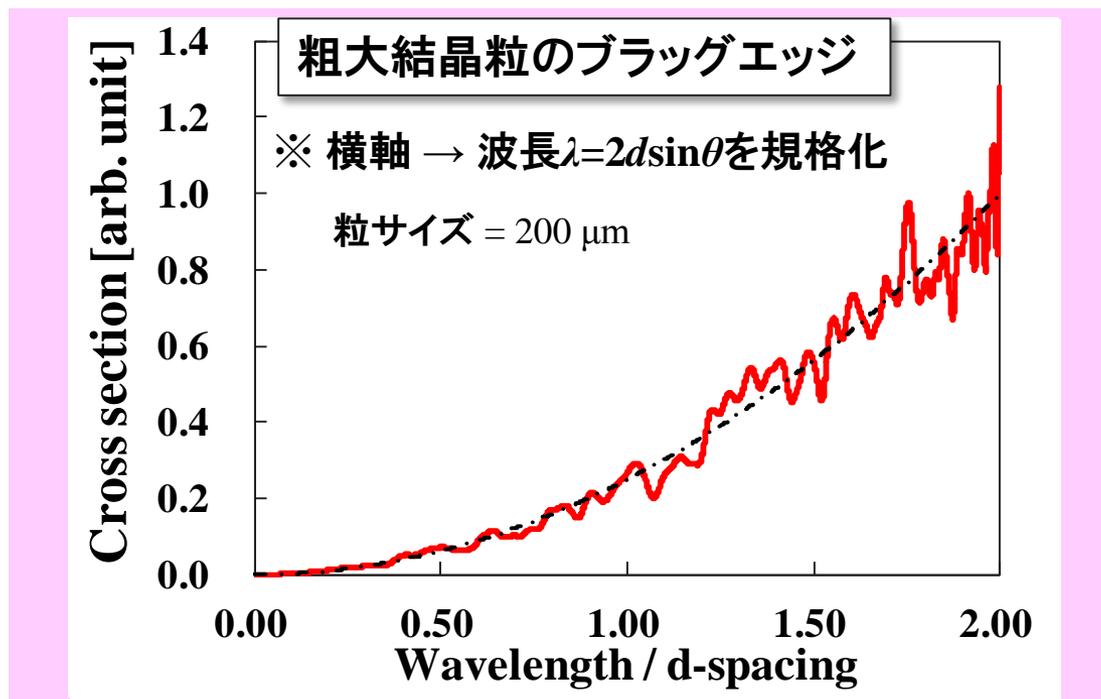
結晶粒サイズ = 50 μm

結晶粒サイズ = 200 μm



- 粒サイズが粗大であるほど、スペクトルの振幅大

ブラッグ散乱強度のブラッグエッジ断面積への変換



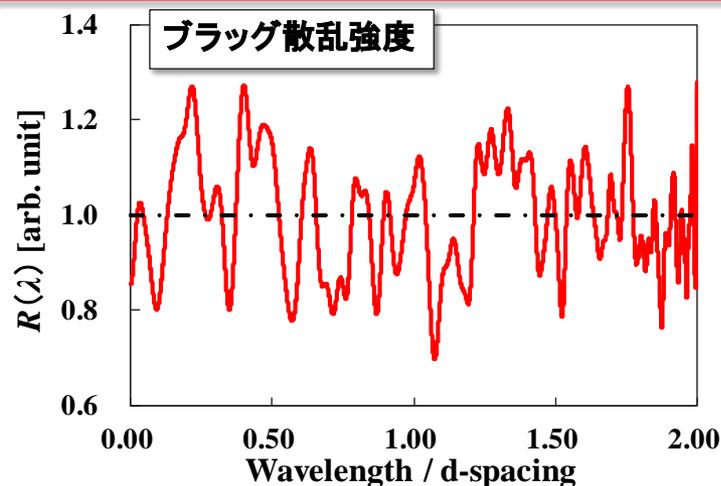
(1) ブラッグ散乱強度を計算



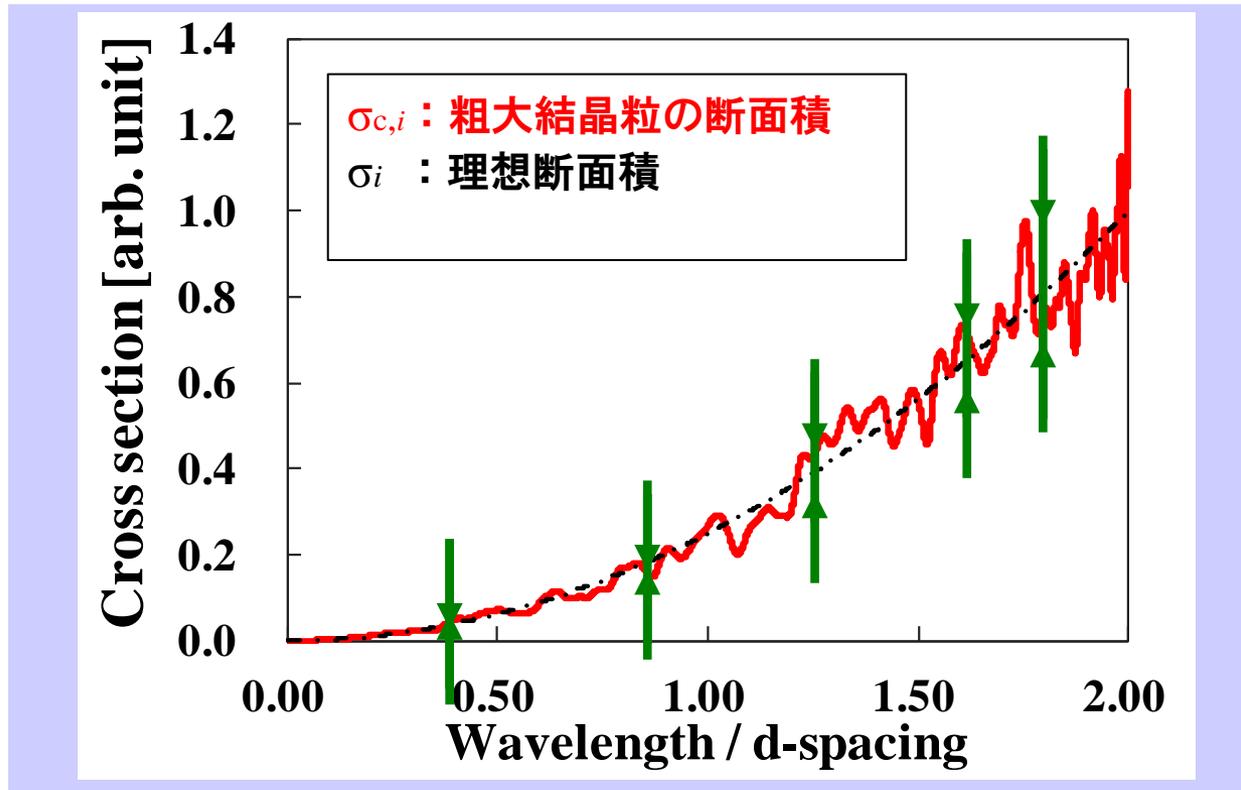
(2) 波長依存の散乱強度に変換



(3) 理想断面積に乗じる



結晶粒サイズ推定のための指標 D



・各波長における振幅を規格化 $\rightarrow \left[\frac{\sigma_{c,i} - \sigma_i}{\sigma_i} \right]$

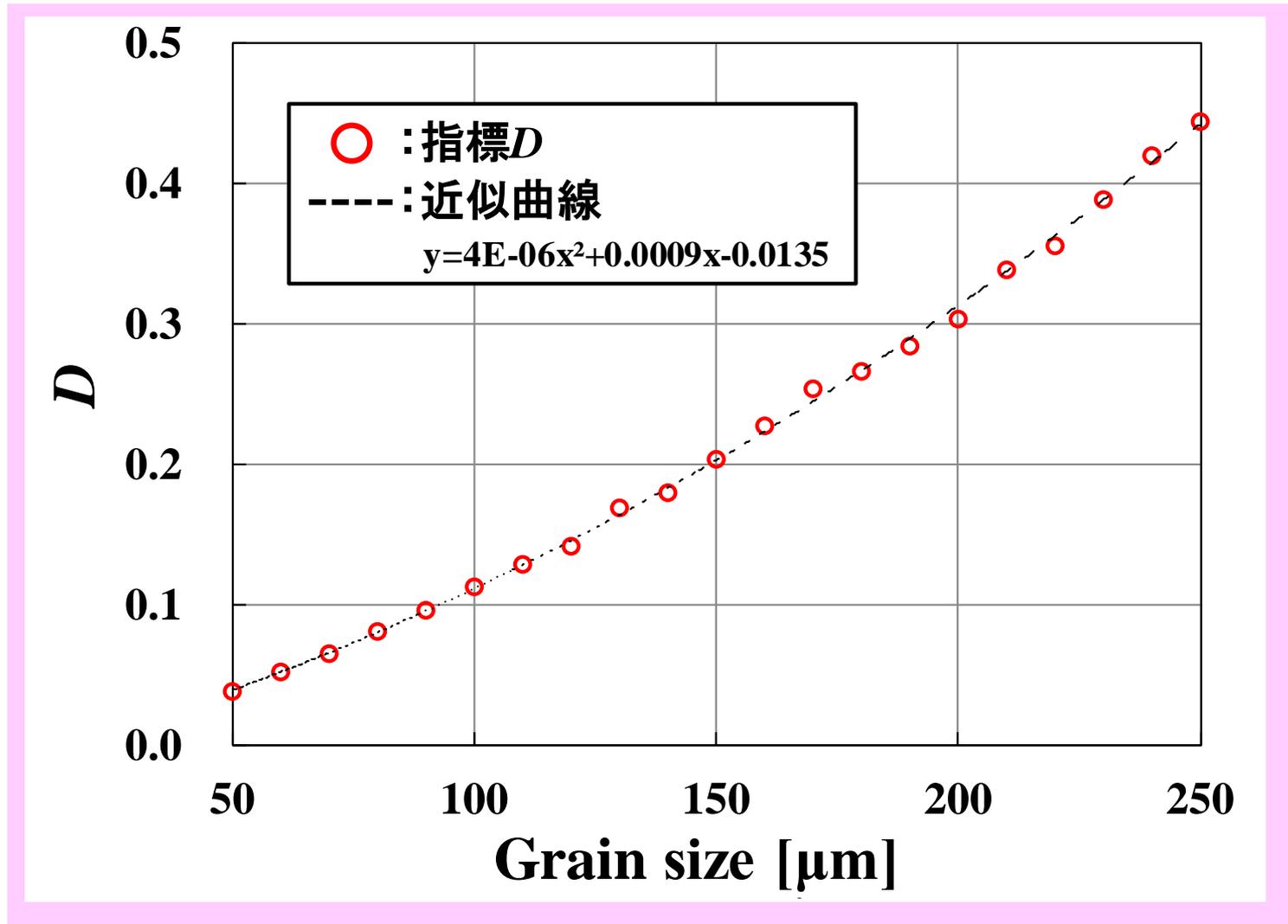


・規格化された振幅の偏差 \rightarrow

$$D = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n \left[\frac{\sigma_{c,i} - \sigma_i}{\sigma_i} \right]^2}{n}}$$

指標
 D

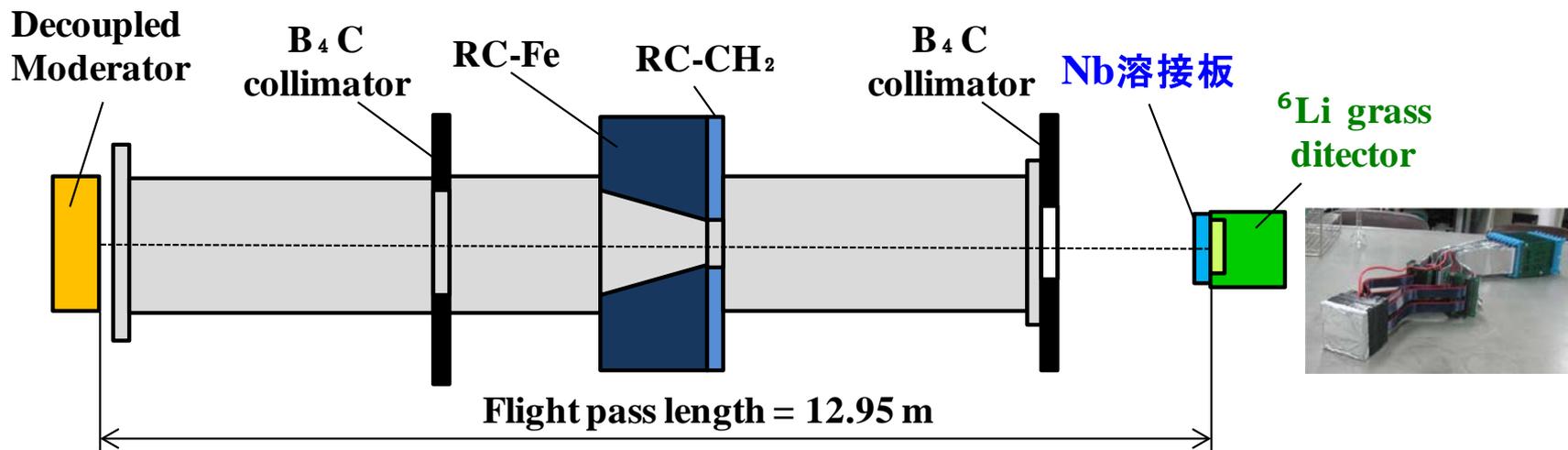
結晶粒サイズと指標 D の関係(Nb溶接部)



- 結晶粒サイズが粗大であるほど、指標 D も「大」

Nb溶接板の中性子透過実験

実験体系 @ J-PARC MLF BL10



測定試料: Nb溶接板

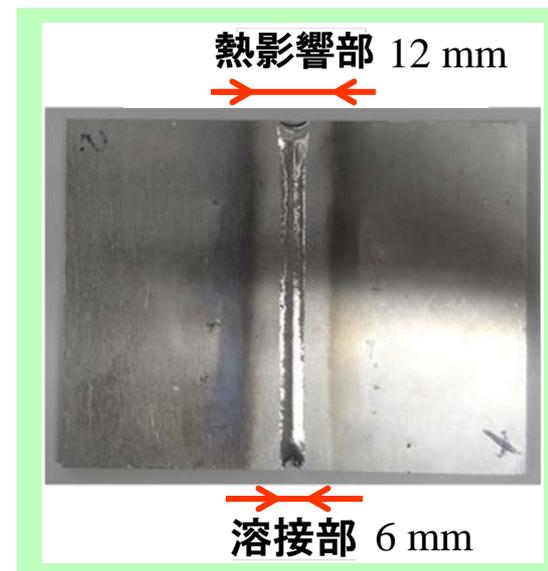
試料寸法: 8.6 cm × 10.7 cm × 0.3 cm厚

陽子加速器出力: 120kW

検出器 : 256ピクセル 6Li ガラスシンチレーター
直読式二次元画像検出器

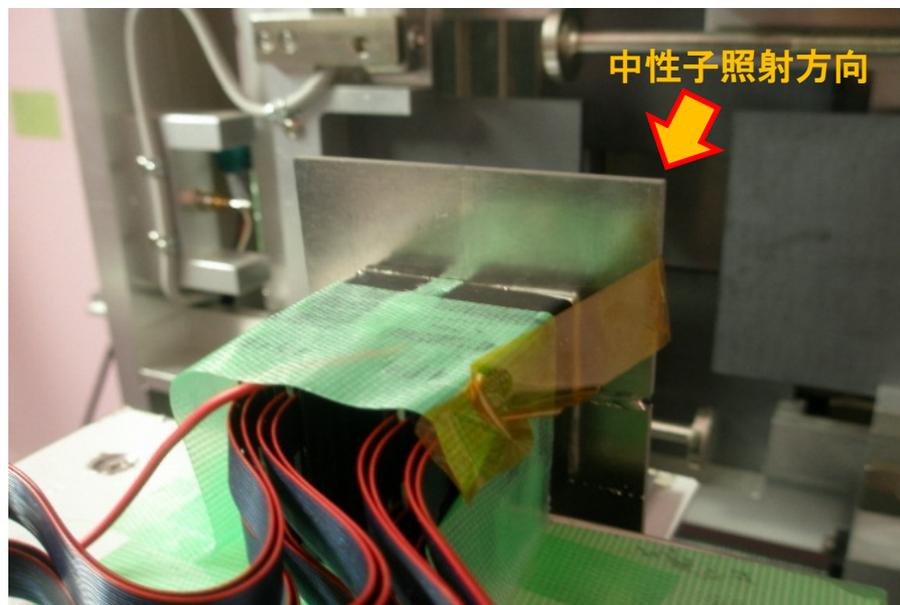
検出面積: 50 mm × 50 mm

Pixel size : 3.0 mm × 3.0 mm

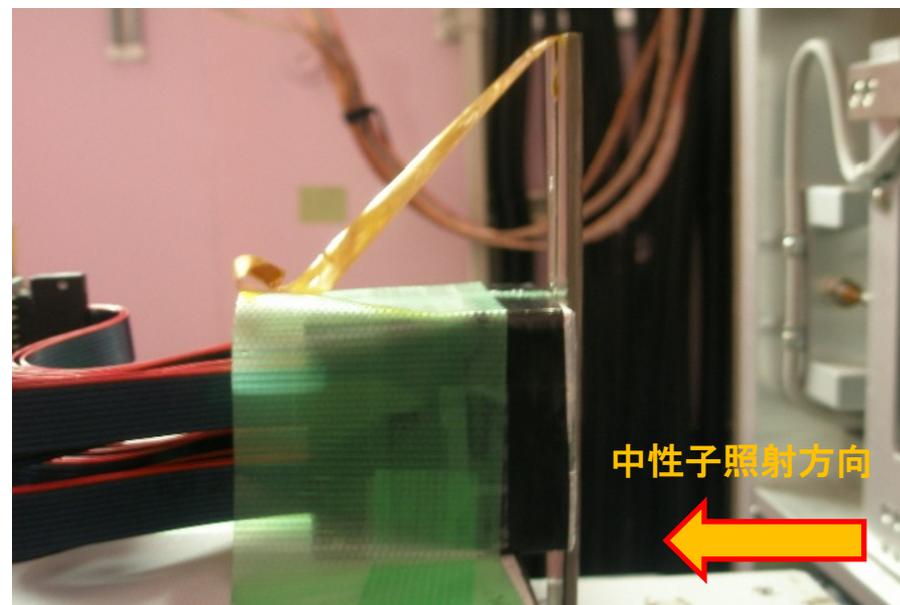


SUS316L中性子透過実験(写真)

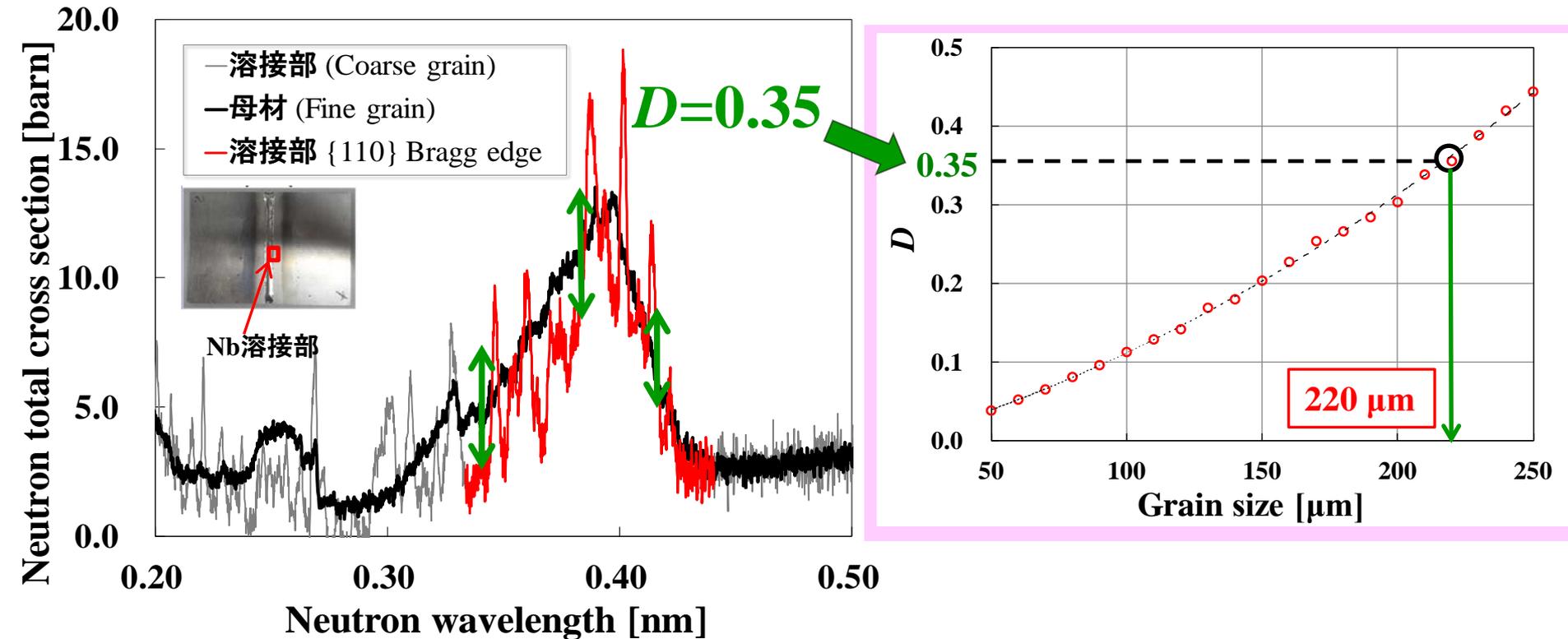
裏面図



側面図



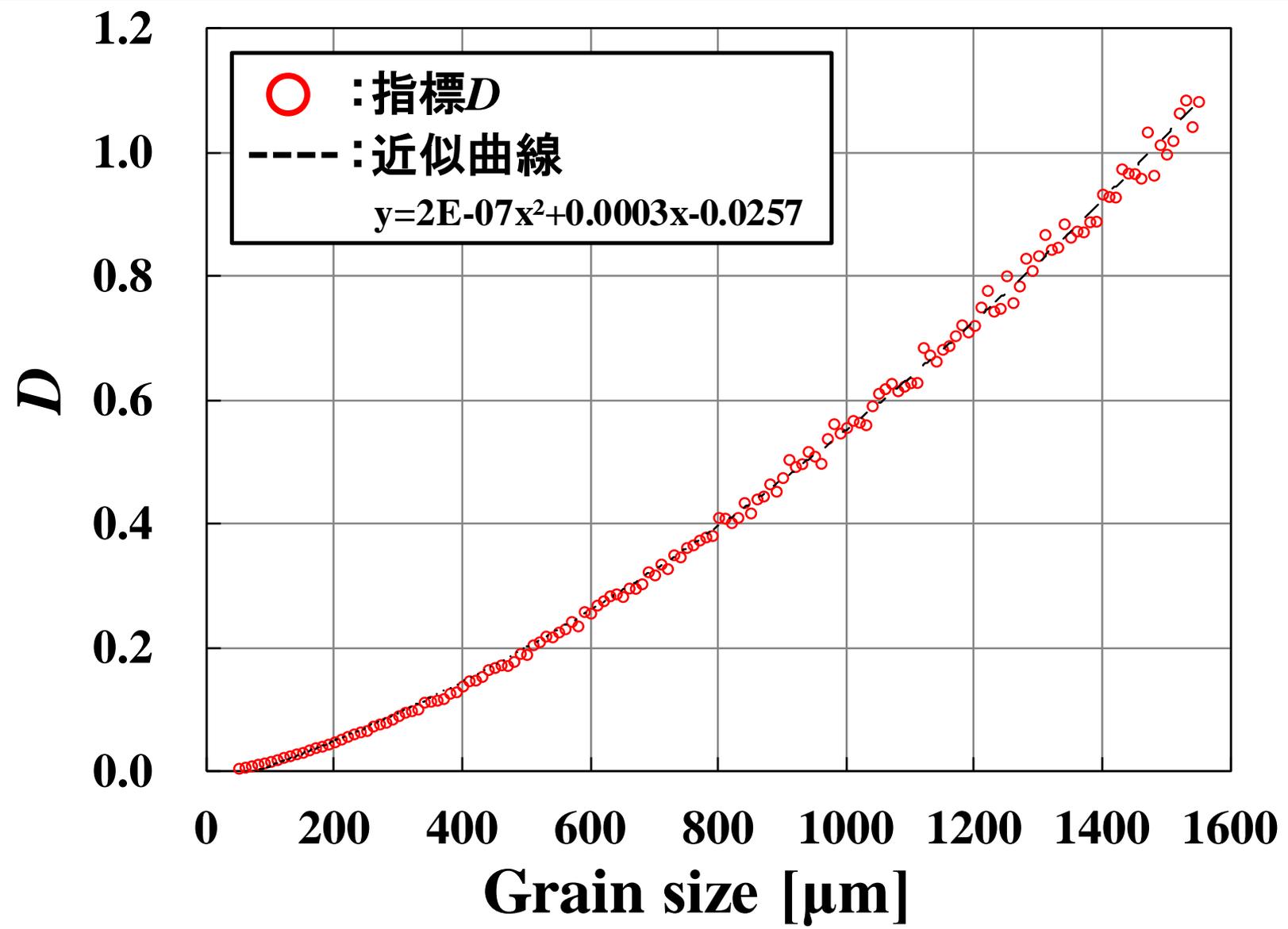
Nb溶接部における結晶粒サイズの推定



SEMによる溶接部の結晶粒
サイズ測定 \Rightarrow 約 $200 \mu\text{m}$

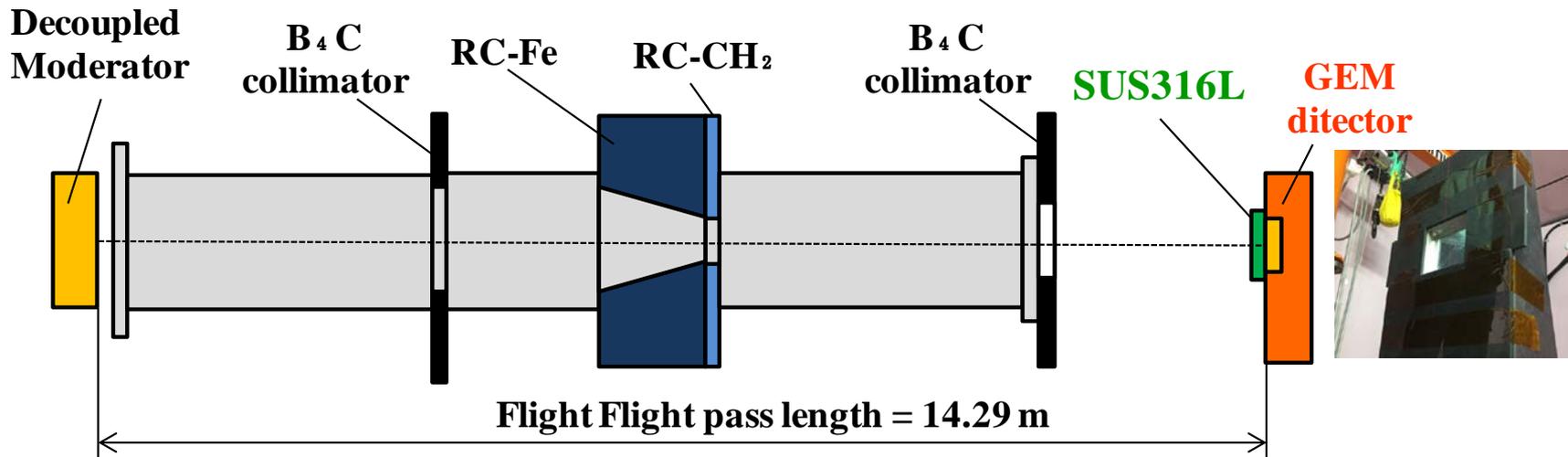
$220 \mu\text{m}$ の結晶粒サイズを
推定できた

結晶粒サイズと指標D の関係(SUS316L)



SUS316L中性子透過実験

実験体系 @ J-PARC MLF BL10



測定試料: SUS316L

試料寸法: 5 cm × 10 cm × 1 cm厚

陽子加速器出力: 400kW, 500kW

検出器 : GEM (Gas Electron Multiplier) 検出器

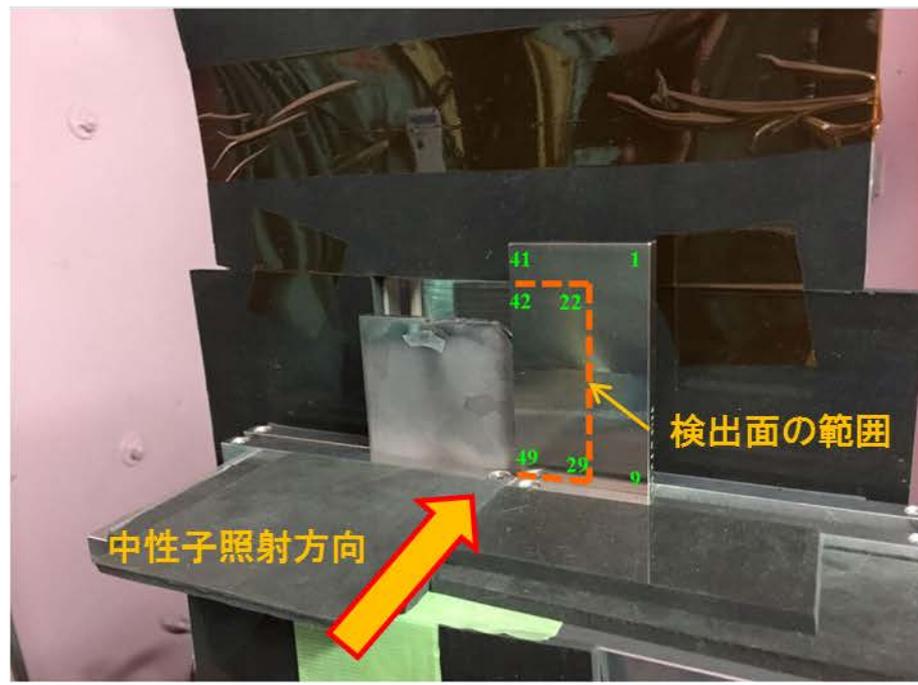
検出面積: 100 mm × 100 mm

Pixel size: 0.8 mm × 0.8 mm

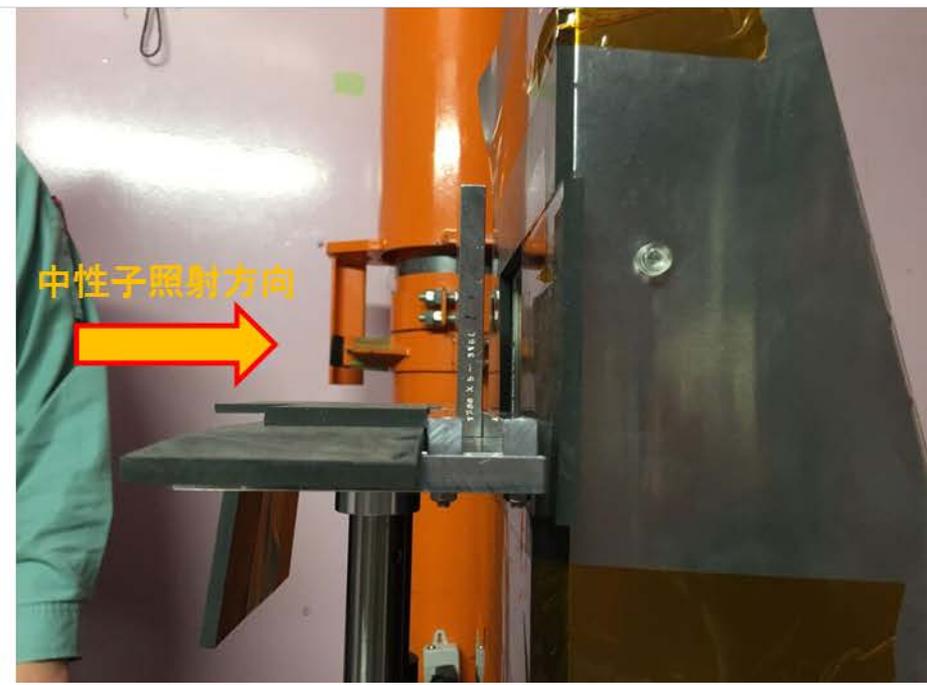


SUS316L中性子透過実験(写真)

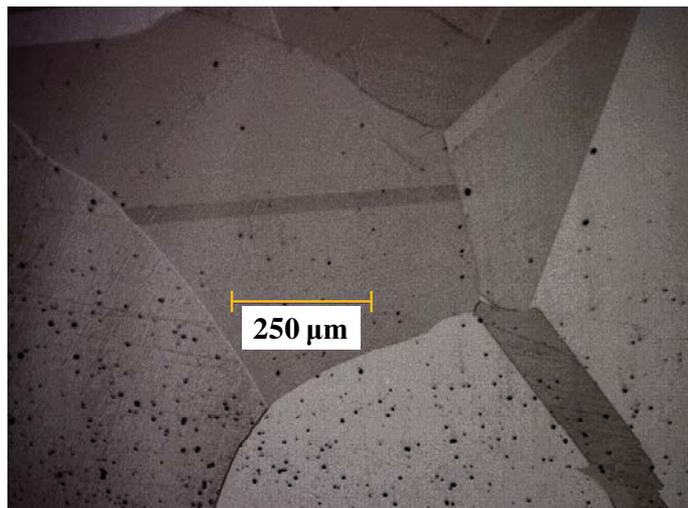
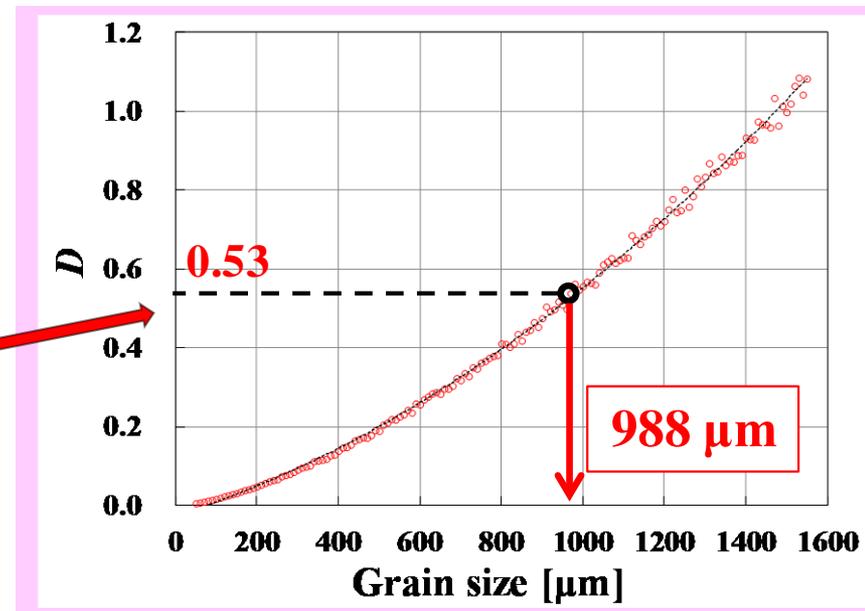
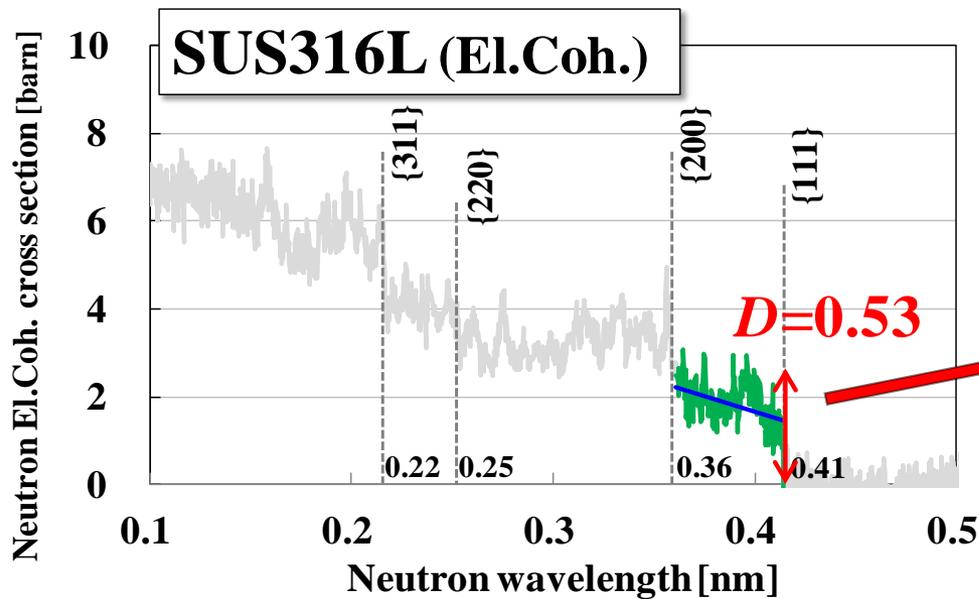
正面図



側面図



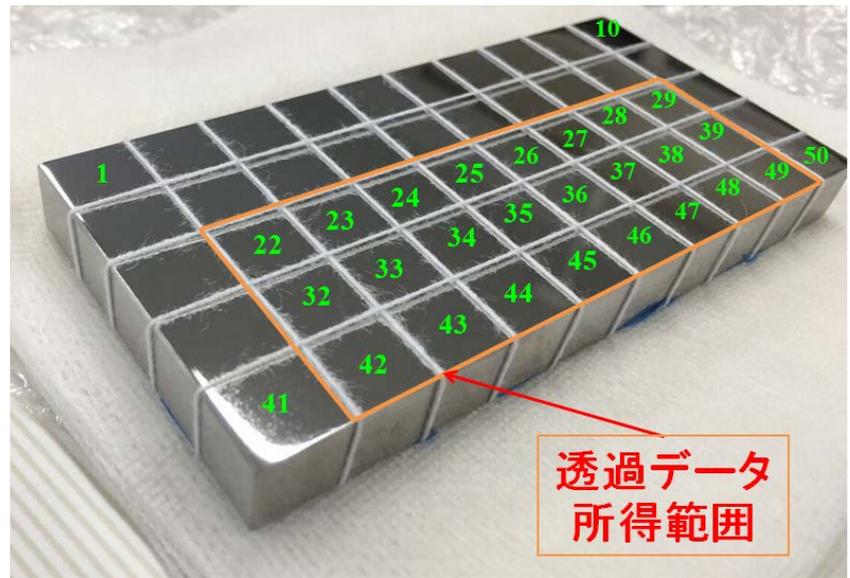
中性子透過ブラッグエッジ



988 μm の結晶粒サイズを推定できた

**光学顕微鏡によるSUS316Lの結晶粒
サイズ測定 \Rightarrow 約1000 μm**

SUS316Lの推定結晶粒サイズイメージング



各位置の断面積より
結晶粒サイズを推定



推定結晶粒サイズを
マッピング

結晶粒サイズ [μm]

1201~
1101~1200
1001~1100
901~1000
~900

833	915	918	875	907	908	923	994	978	1102	933	943	1125	1017	1273	1014
22	23	24	25	26	27	28	29								
999	992	990	906	988	948	900	1042	979	1042	1008	946	1071	948	1063	1122
1067	867	845	865	1036	1035	908	1028	895	1080	918	848	1073	1151	1105	1079
32	33	34	35	36	37	38	39								
977	1034	1162	954	1015	955	946	1173	1014	971	919	1294	996	998	1189	1382
940	1124	985	907	946	1010	1008	885	1091	915	992	897	905	971	991	1113
42	43	44	45	46	47	48	49								
1048	1115	966	915	1031	1120	1049	784	1137	896	825	937	971	985	845	966

まとめ

研究目的: パルス中性子透過法を用いて粗大結晶粒サイズを解析するための手法を開発

結晶粒サイズ推定のための指標 D を作成

- ⇒ 結晶粒サイズの粗大化に伴う断面積の振幅増大を計算で再現することに成功
- ⇒ 断面積の振幅と結晶粒サイズの関係を取得

Nb溶接部・SUS316Lの粒サイズを推定

実験で得た断面積の指標 D 値をシミュレーション値と照合

- ⇒ 顕微鏡で観測された結晶粒サイズと同等の結晶粒サイズを推定できた
- ⇒ 粗大結晶粒サイズイメージングを行った