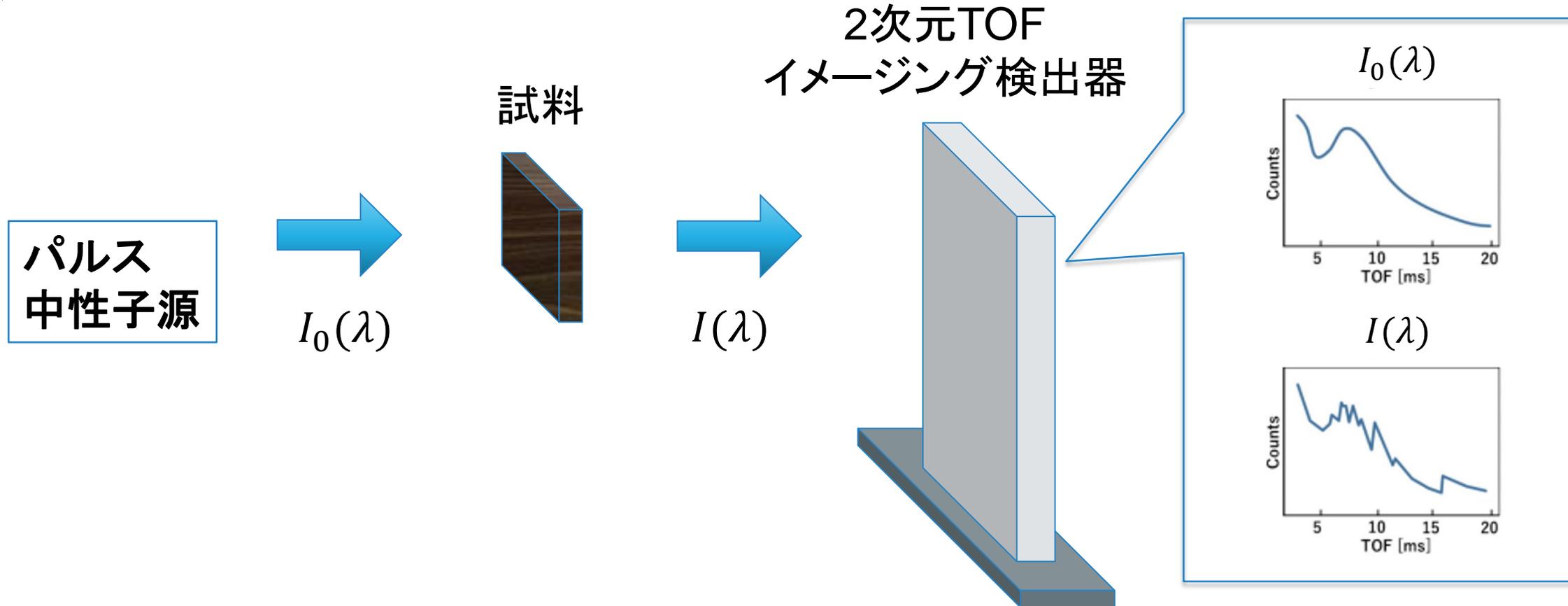


2023年12月27日 令和5年度中性子イメージング専門研究会/京大複合研

波長分析型中性子イメージングにおける 画像解析を用いた粗大結晶粒解析

北海道大学工学研究院 大橋 亜矢霞, 佐藤 博隆, 加美山 隆

波長分析型中性子イメージング

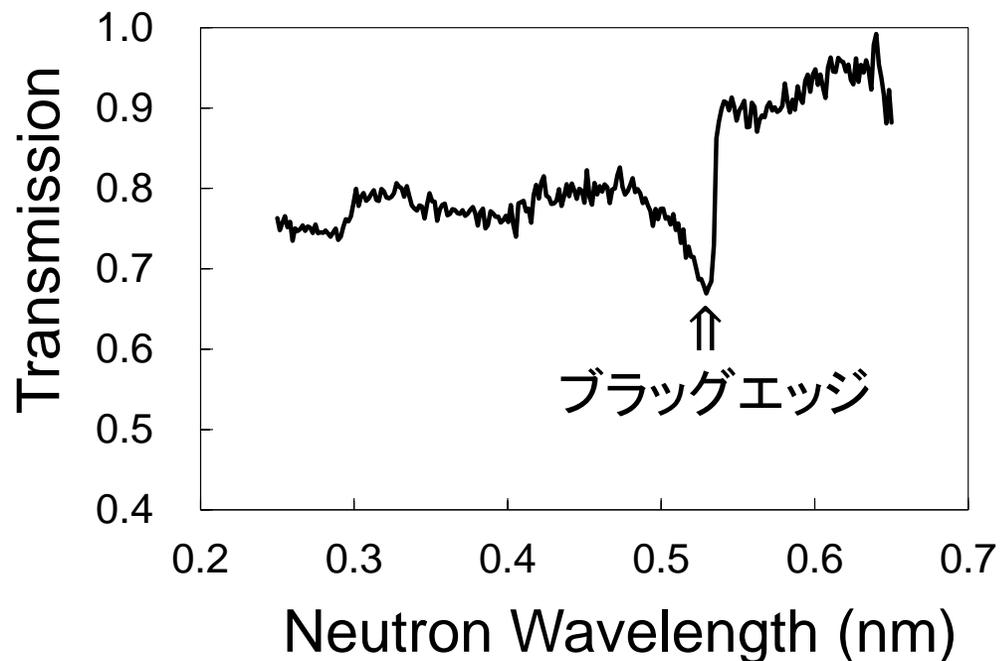


中性子透過率スペクトル $I(\lambda)/I_0(\lambda)$ に現れる**ブラッグエッジ**を解析して結晶組織構造解析

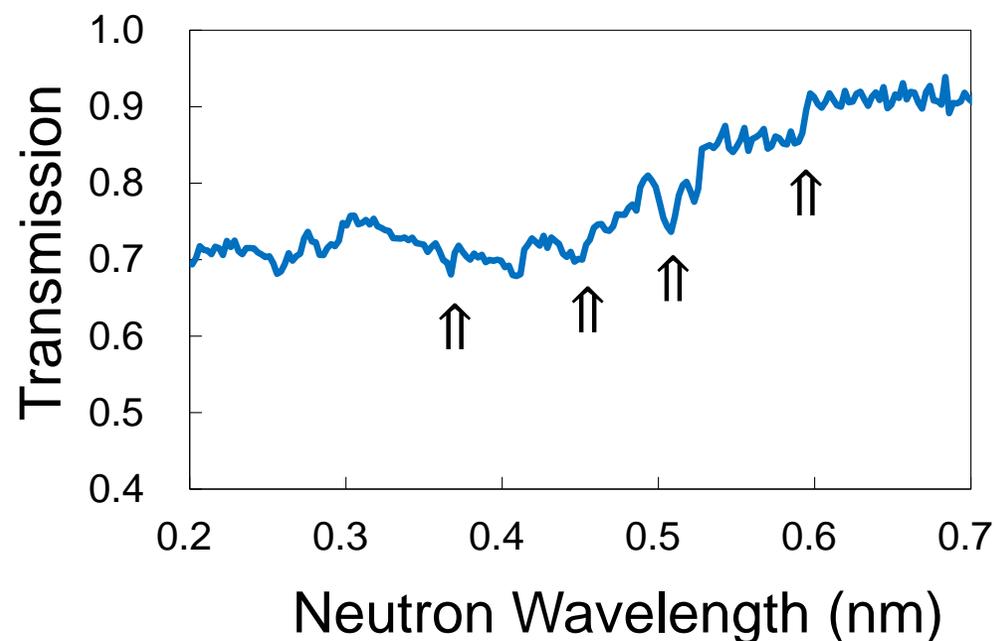
利点 ①**非破壊**で測定可能 ②**広範囲**解析 ③**空間分解能**を持った解析

課題：粗大結晶粒材料の解析

微細結晶粒試料のスペクトル



粗大結晶粒試料のスペクトル



粗大結晶粒スペクトルには小さなディップ(リップル)が多数現れる。現状では解析不可能

⇒ **リップルを利用した粗大結晶粒解析を提案**

研究目的

粗大結晶粒材料のスペクトル解析法の開発

抽出を目指す情報：粒サイズ，粒形状・・・

発表内容

1. SUS316L試料を用いた粗大結晶粒スペクトル解析法の検討

- ・波長依存透過画像の画像処理によるリップル検出
- ・リップル数イメージングと粒サイズの関係の考察

2. 粗大結晶粒スペクトル解析法のLBE凝固試料への適用

- ・リップル数イメージングの課題：粗大結晶粒と集合組織の判別

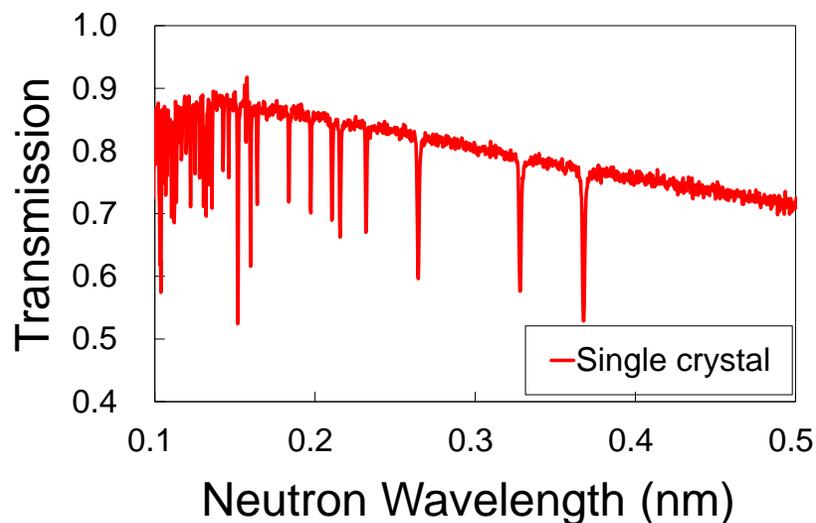


1. SUS316L試料を用いた粗大結晶粒スペクトル解析法の検討

結晶粒サイズの違いによるスペクトル形状の変化

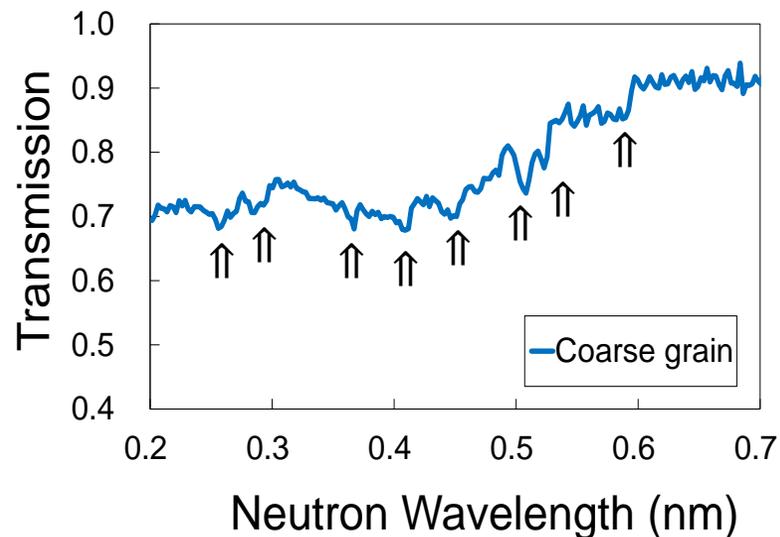
単結晶 (結晶粒サイズ大)

⇒ ブラッグディップ



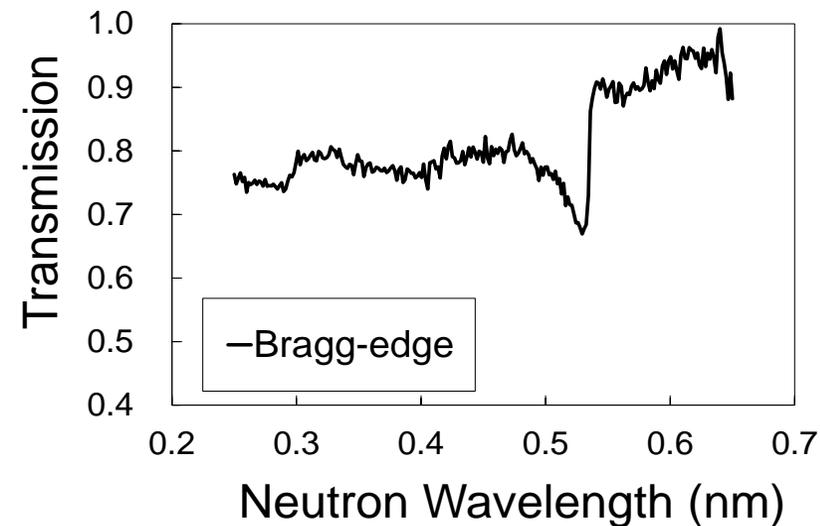
粗大粒 (結晶粒サイズ中)

⇒ ブラッグリップル



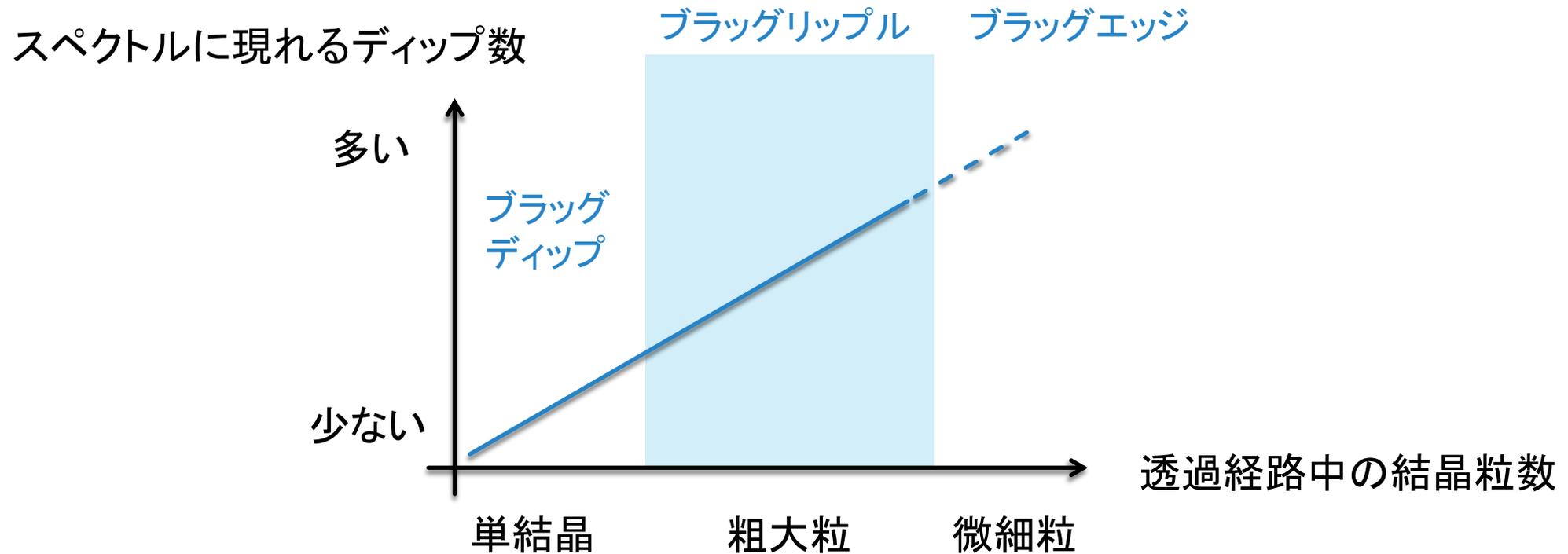
微細粒 (結晶粒サイズ小)

⇒ ブラッグエッジ



スペクトルのディップ数 単結晶 < 粗大結晶粒 < 微細結晶粒

粗大結晶粒評価法の考案



ディップ少 → 結晶粒サイズ大

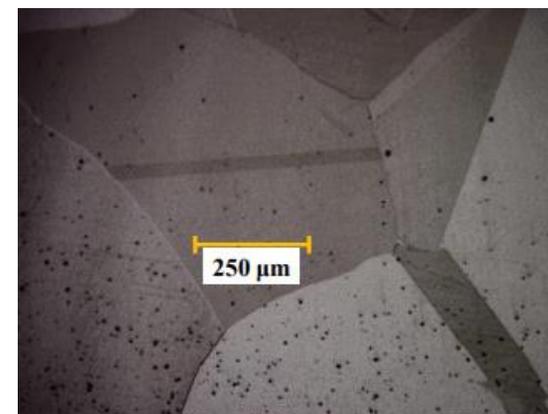
ディップ多 → 結晶粒サイズ小

スペクトルのディップ(リップル)数から結晶粒サイズを推定

粗大結晶粒評価法の検討試料 (SUS316L)

実験装置	J-PARC MLF BL10 NOBORU L/D 2410
検出器	nGEM (画素 0.8 mm/pixel)
測定面積	縦 72 mm × 横 24 mm
試料厚さ	10 mm
波長範囲	0.08 ~ 0.41 nm (1200 TOF画像) bin幅 10 μ s
結晶粒サイズ	1 mm 程度 (ばらつきあり)

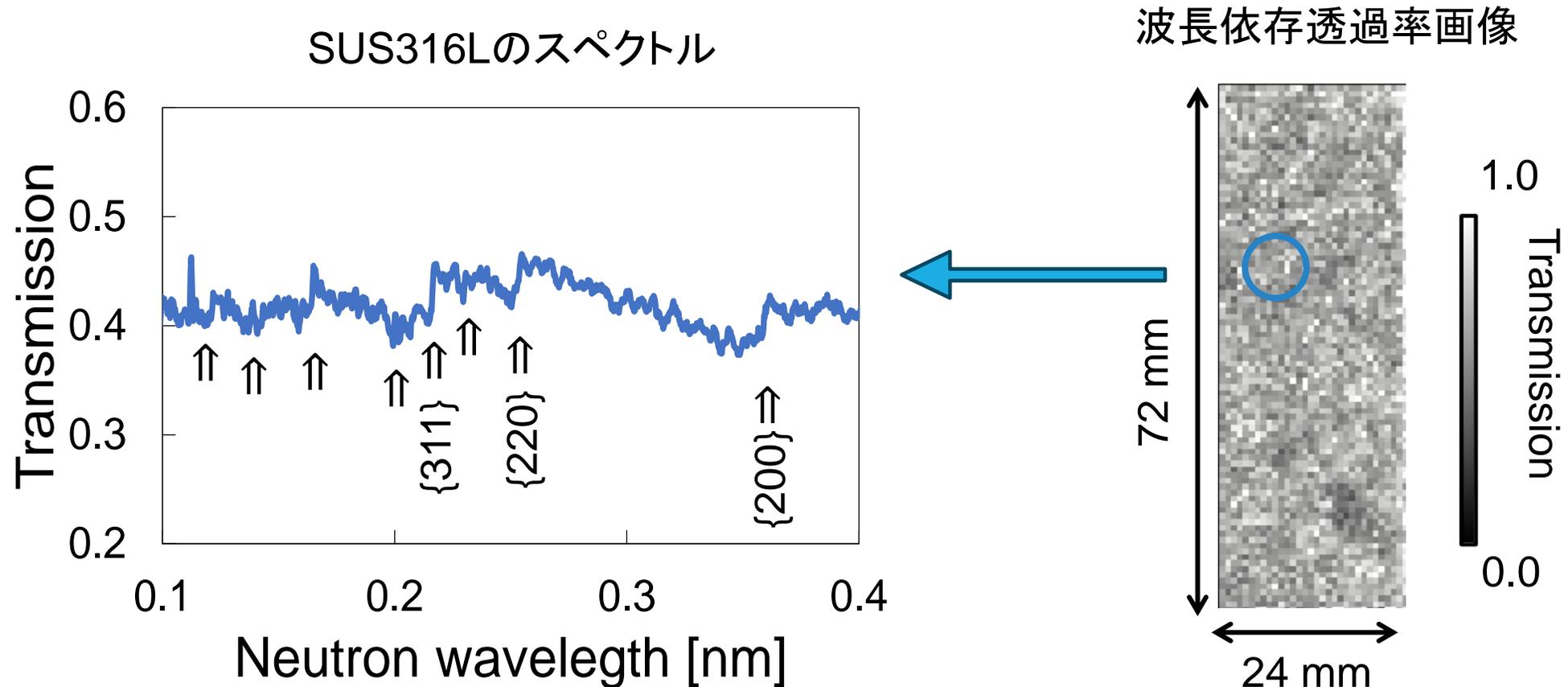
粗大結晶粒を持つSUS316L¹



光学顕微鏡観察で観測された結晶粒² ⇒

1. 藤井伸弥, 修士論文, 北海道大学 (2012) 2. 鮎川直彦, 卒業論文, 北海道大学 (2007)

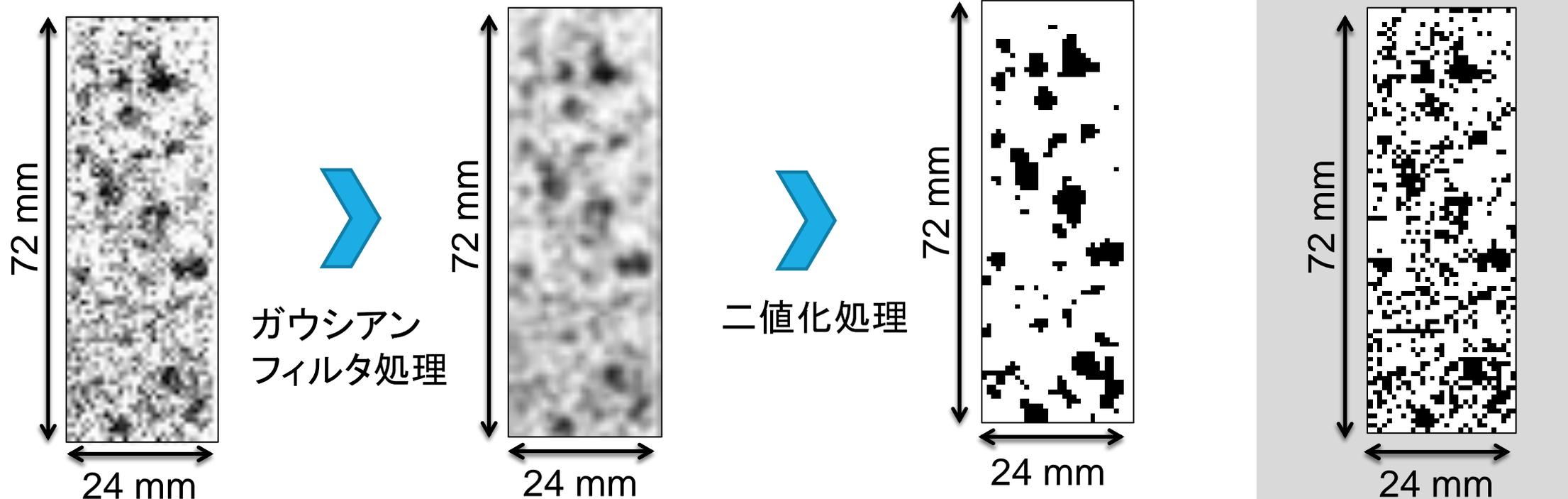
スペクトルのブラッグリップルと透過率画像のブラッグスポット



粗大結晶粒試料で現れるリップル起因の影 ⇒ **ブラッグスポット**

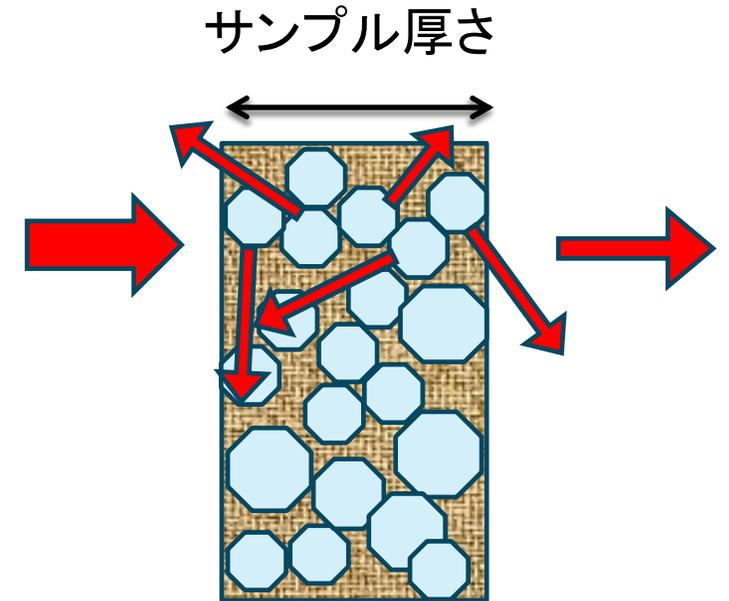
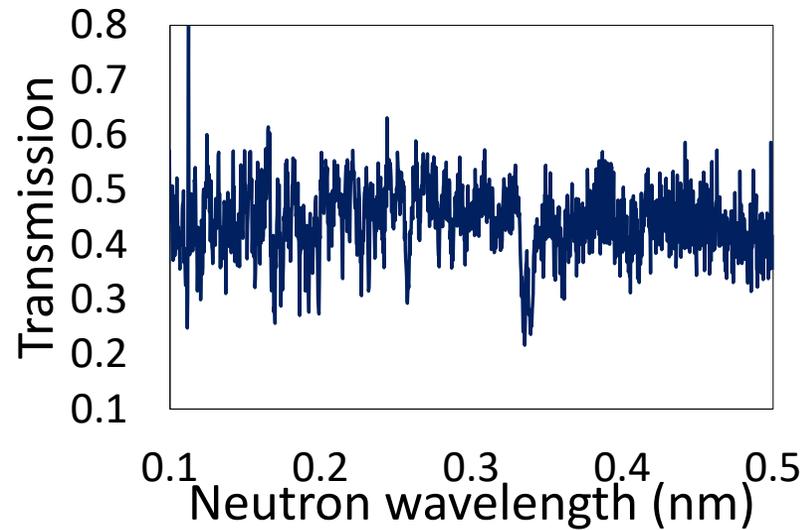
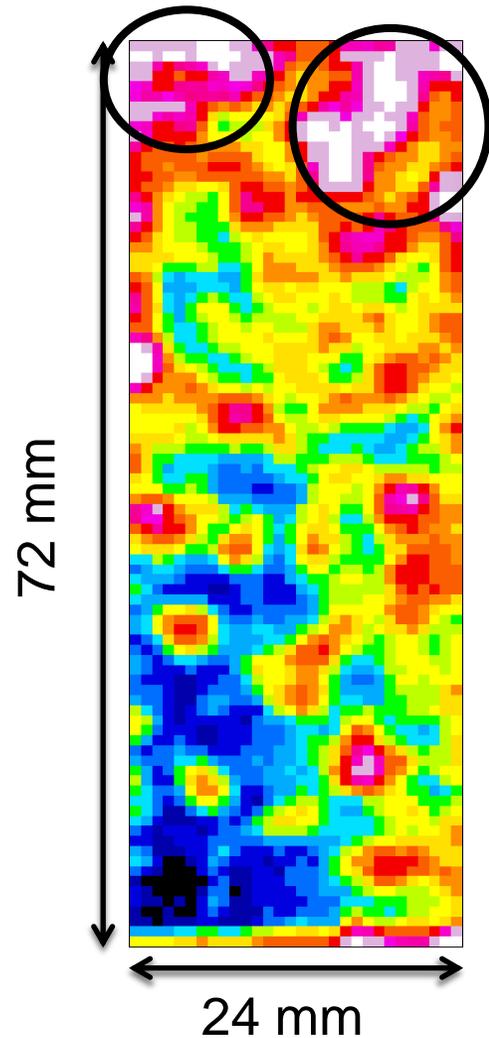
画像処理によるブラッグスポット検出

波長 0.27 nm 透過率画像



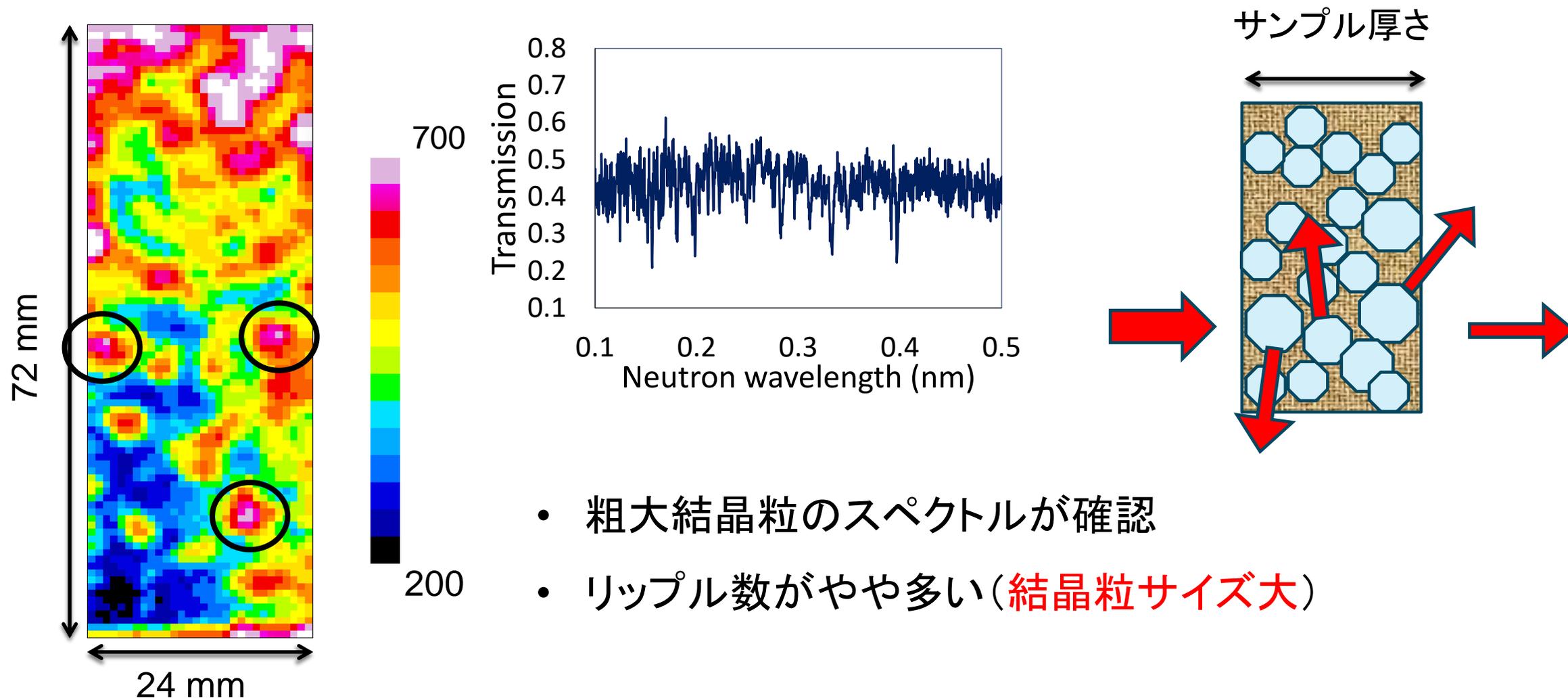
TOF画像毎に**ブラッグスポット**を検出・計数 ⇒ スペクトルのリップル数を導出

SUS316L ブラッグリップル数のイメージング①

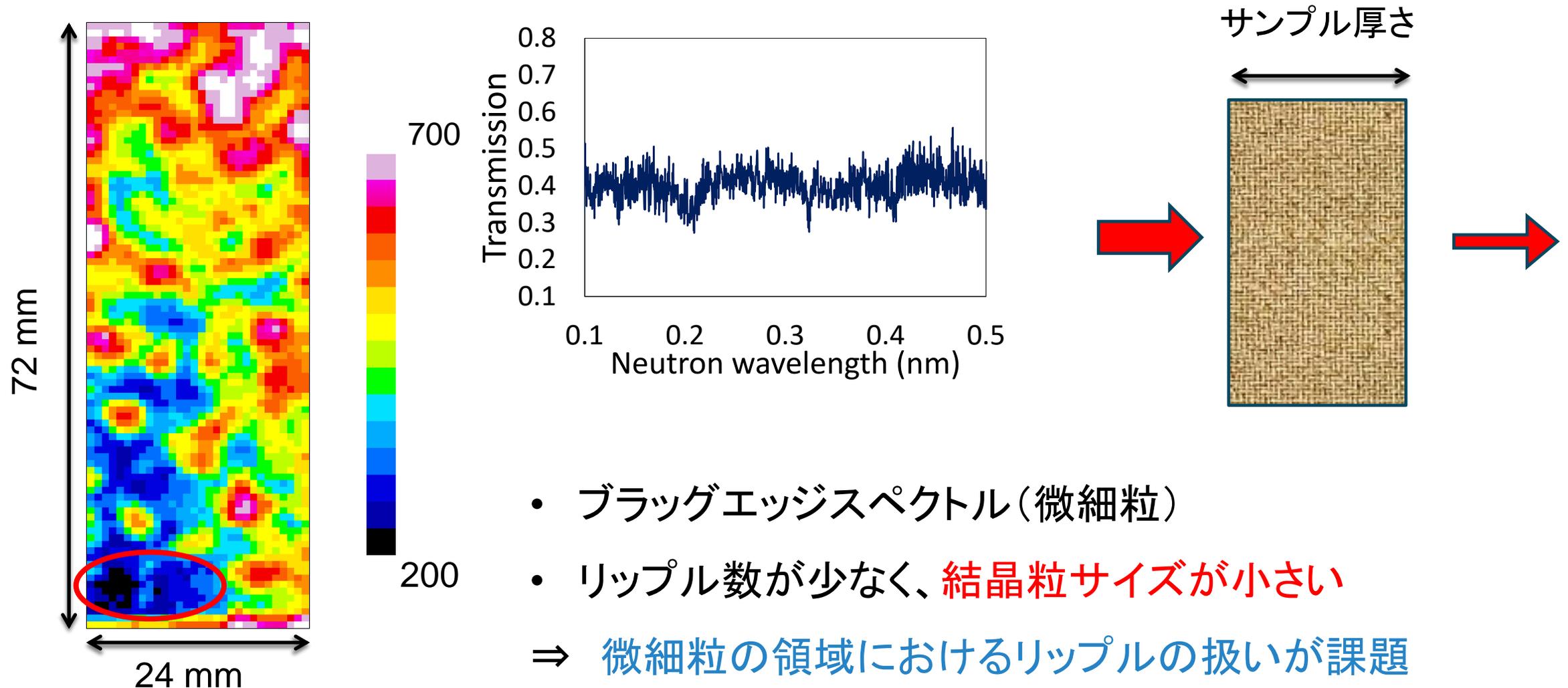


- 粗大結晶粒のスペクトルが確認
- リップル数が多い(結晶粒サイズ小)

SUS316L ブラッグリップル数のイメージング②



SUS316L ブラッグリップル数のイメージング③



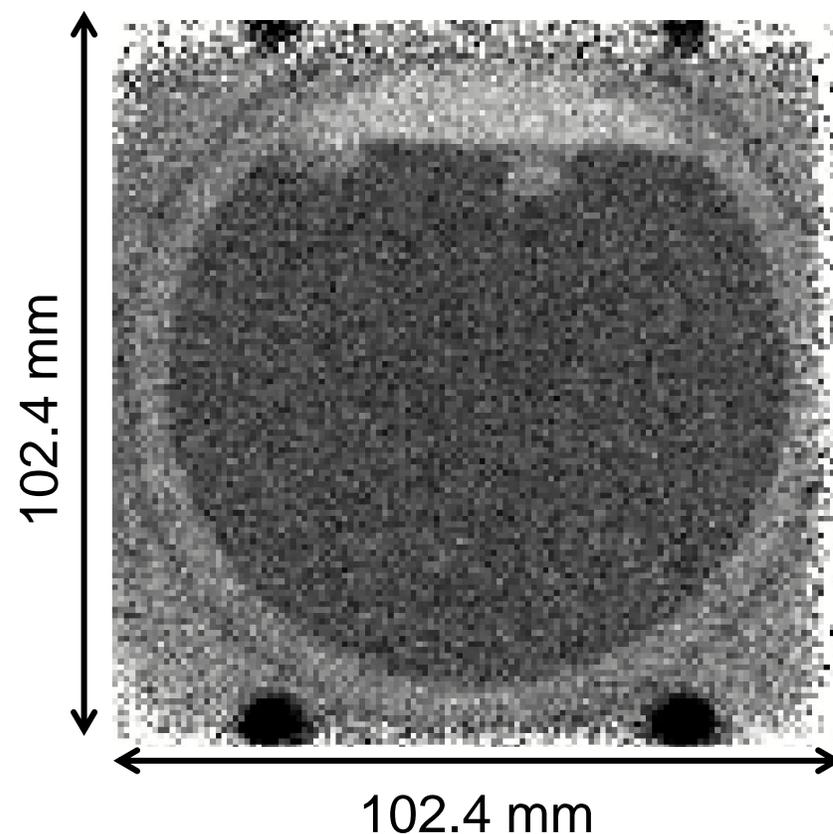


2.粗大結晶粒スペクトル解析法のLBE凝固試料への適用

冷却速度の異なるLBE試料

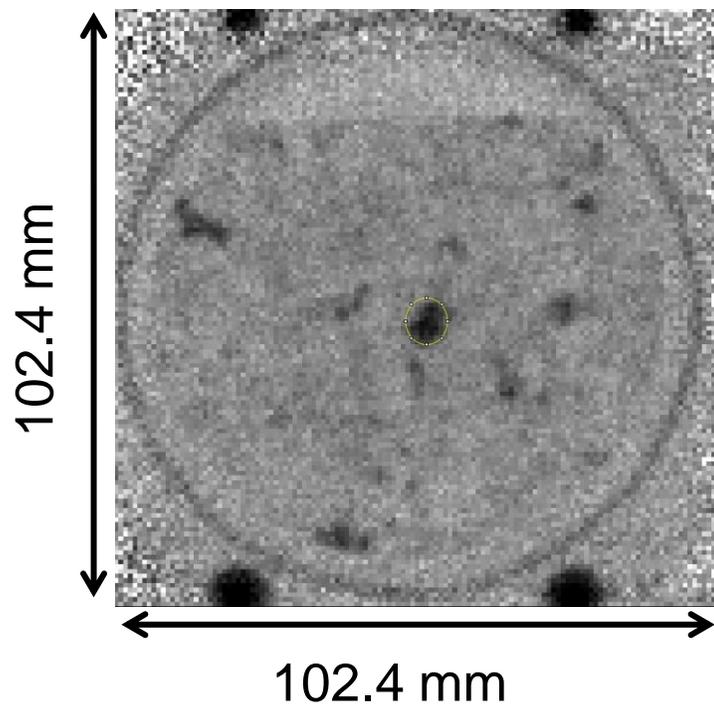
実験装置	J-PARC MLF BL22 螺鈿
検出器	nGEM(画素 0.8 mm/pixel)
試料厚さ	10 mm
冷却速度	急冷 (100 K/sec) 室温徐冷 炉内冷却 (0.01 K/sec)
測定時刻	100, 1200, 4500 時間後
波長範囲	0.4 ~ 0.6 nm bin幅 100 μ s

波長依存中性子透過率画像

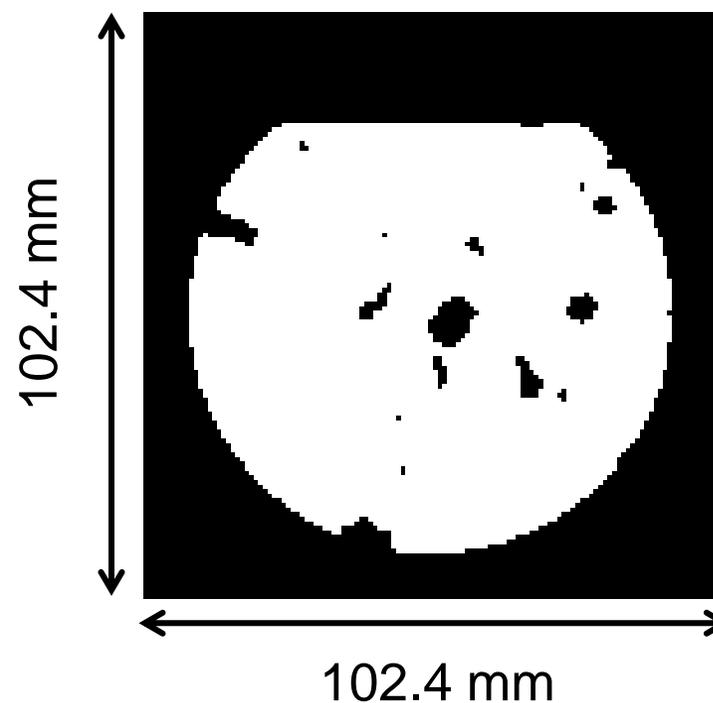


ブラッグスポットの検出

波長 0.57 nm の透過率画像 (徐冷試料)

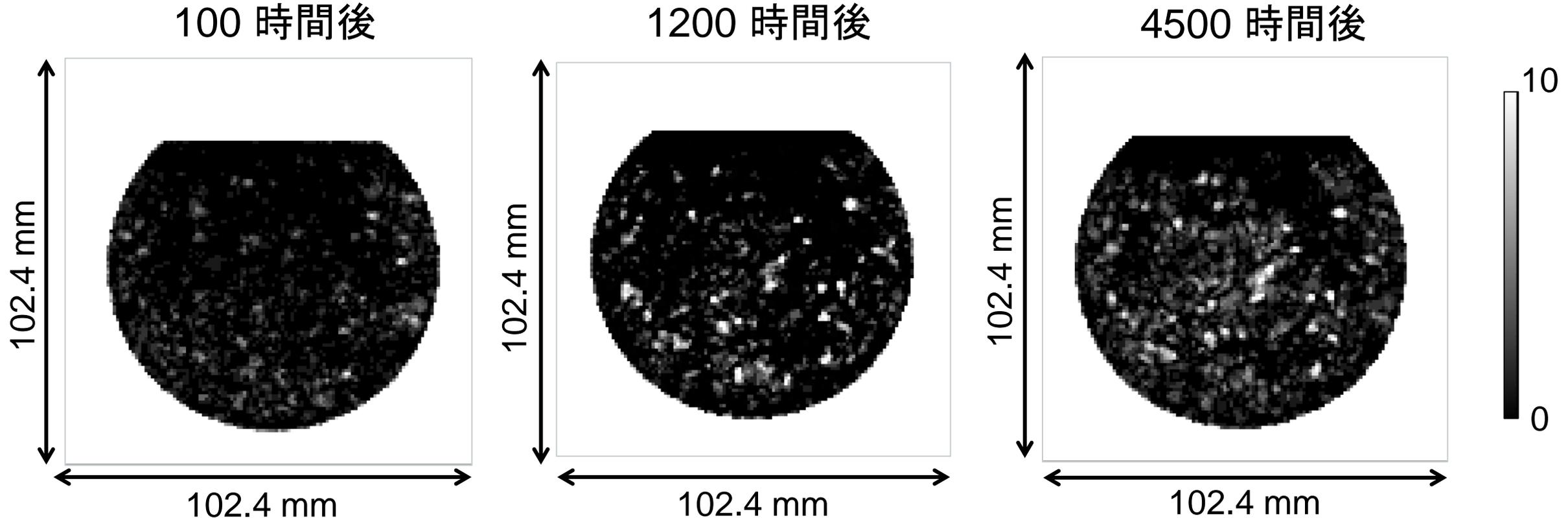


検出されたブラッグスポット



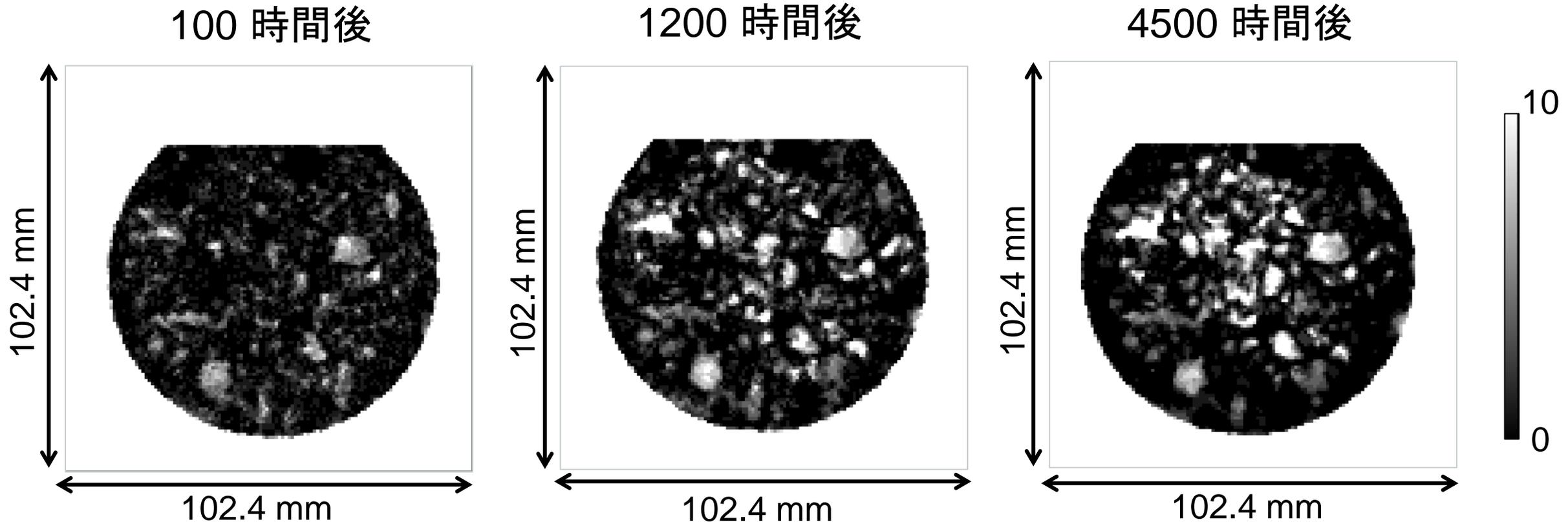
TOF画像毎にブラッグスポットを検出・計数 ⇒ スペクトルのリップル数を導出

結果① 急冷試料 リップル数イメージング



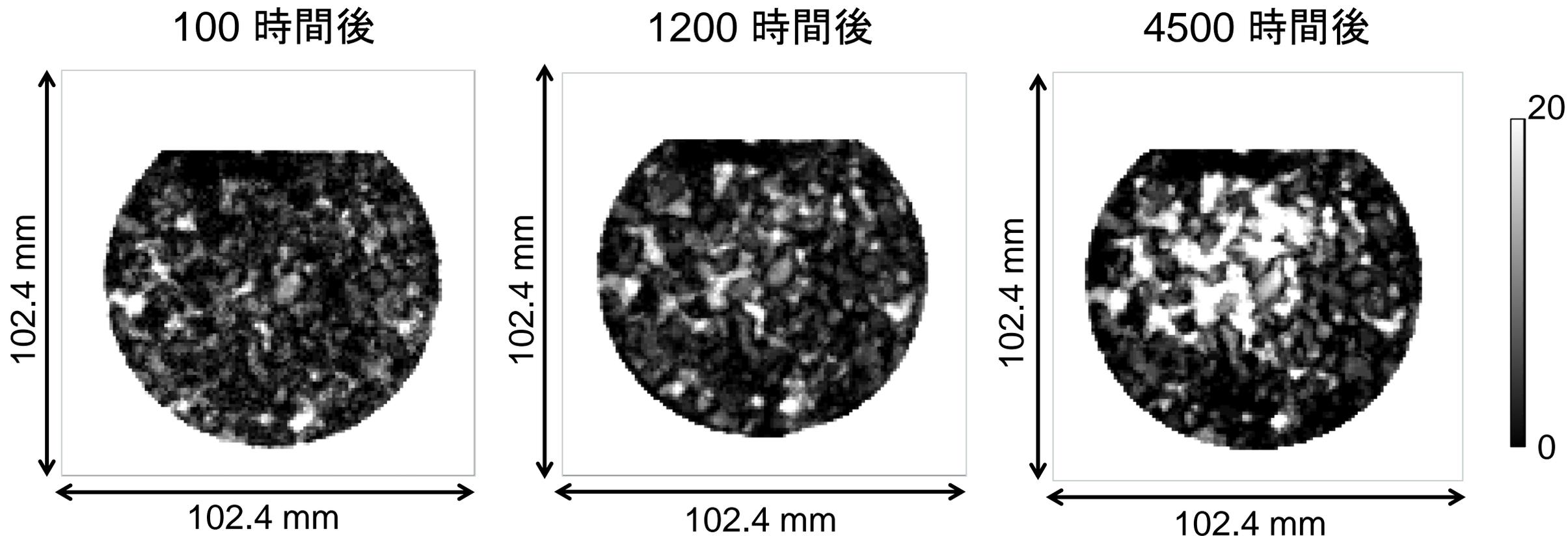
1. 時間経過とともに空間的な**ブラッグスポットの数**、スペクトルの**リップル数**が**増加**
2. 直径 2 ~ 3 mm 程度の結晶粒が試料全体にわたり存在

結果② 徐冷試料 リップル数イメージング



1. 時間経過とともに空間的な**ブラッグスポットの数**、スペクトルの**リップル数**が**増加**
2. 直径 7 ~ 8 mm 程度の大きな結晶粒も存在

結果③ 炉冷試料 リップル数イメージング



1. **スペクトルのリップル数**が全体的に**多い**(他試料の2倍程度)
2. 試料全体で大きな**ブラッグスポット**が出現

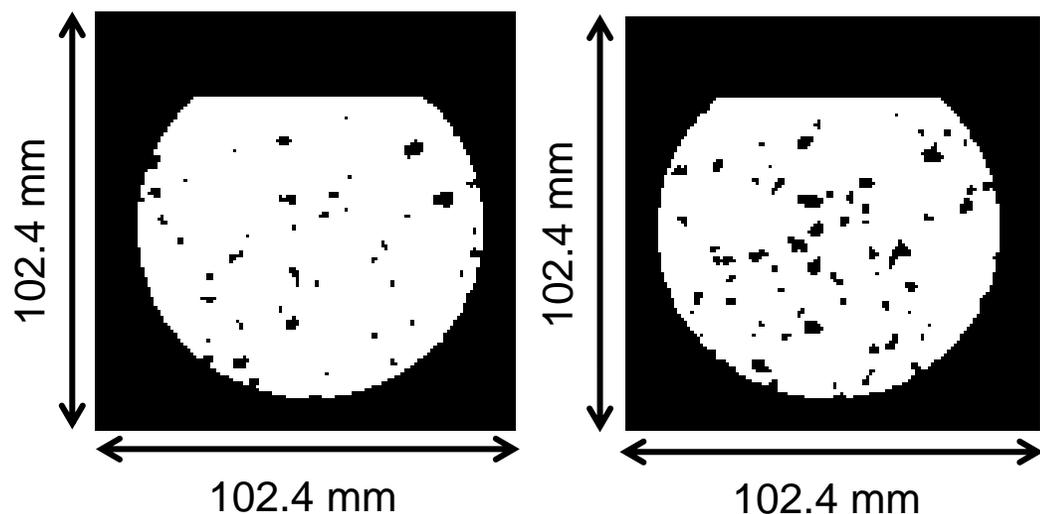
経過時間ごとの画像の比較から分かったこと

時間経過とともに①空間的なスポットの数 ②スペクトルのリップル数 が増加

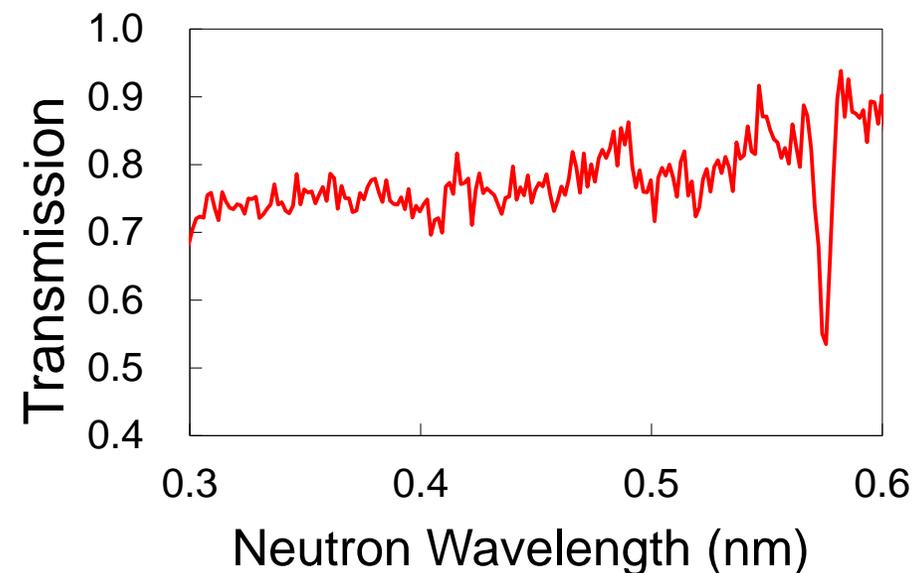
要因: 結晶粒成長によりシグナルの検出が可能になった

⇒ 結晶粒の成長の確認などに有効な手法

急冷試料 波長 0.54 nm 二値化透過画像
100時間後 4500時間後



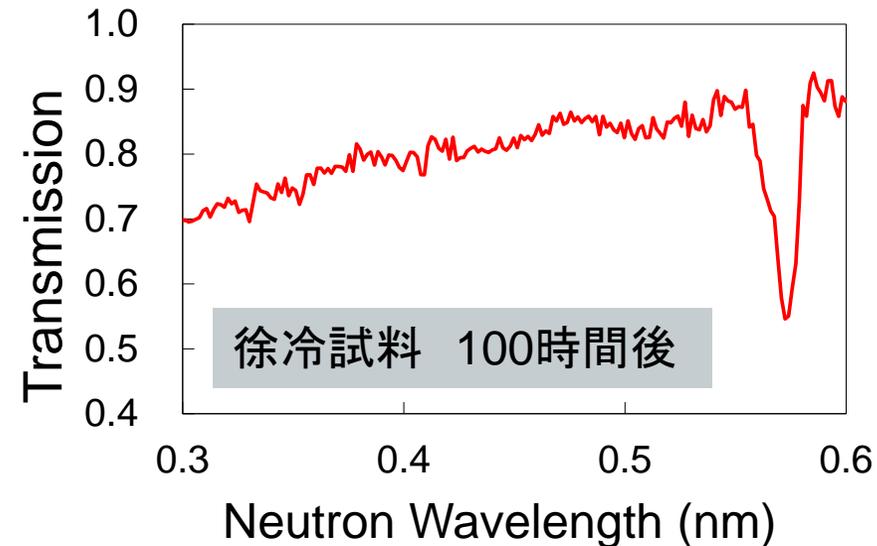
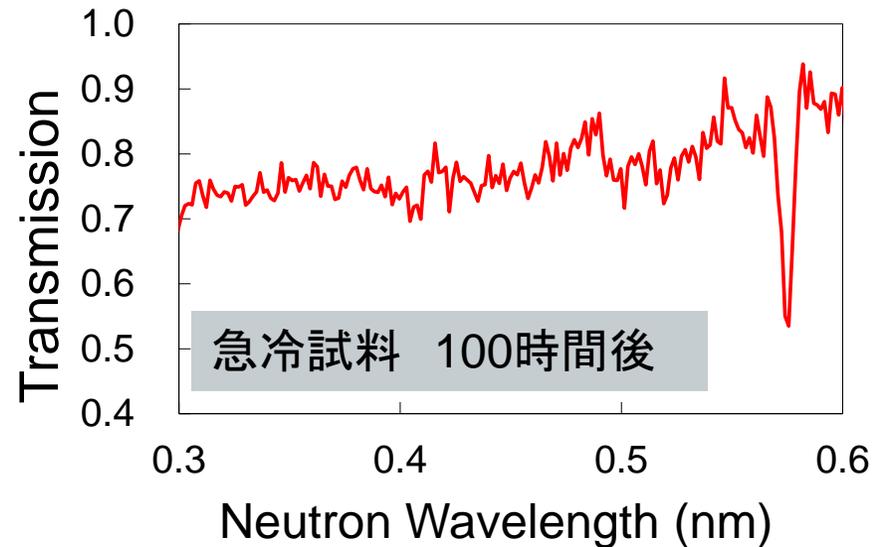
急冷試料に現れるリップル



炉冷・徐冷・急冷試料の画像の比較から分かったこと

凝固速度が遅くなるほどスポットサイズが増大・リップル数の増加

結晶粒数が増えるとリップルは減るはず



⇒ 1つのブラッグエッジからブラッグスポットとして複数の検出が行われたため

課題: ブラッグスポット数 \neq リップル数 ⇒ 集合組織との判別が困難

まとめ

波長分析型中性子イメージングにおける 粗大結晶粒材料のスペクトル解析法の開発

1. SUS316L試料を用いた粗大結晶粒スペクトル解析法の検討
 - リップル検出のため、**フィルタ処理・二値化法**を用いて**ブラッグスポット**を検出
 - スペクトルのリップル数と結晶粒数の関係を確認
2. 異なる冷却速度のLBE凝固試料に対する粗大結晶粒スペクトル解析法の適用
 - 凝固後時間の経過に伴う**結晶粒の成長**を表すことに有効
 - ブラッグエッジスペクトルでは**ブラッグスポット数≠ブラッグリップル数**

課題: ブラッグエッジスペクトルの取り扱い