

中性子位相イメージング法による 金属積層造形物の観察

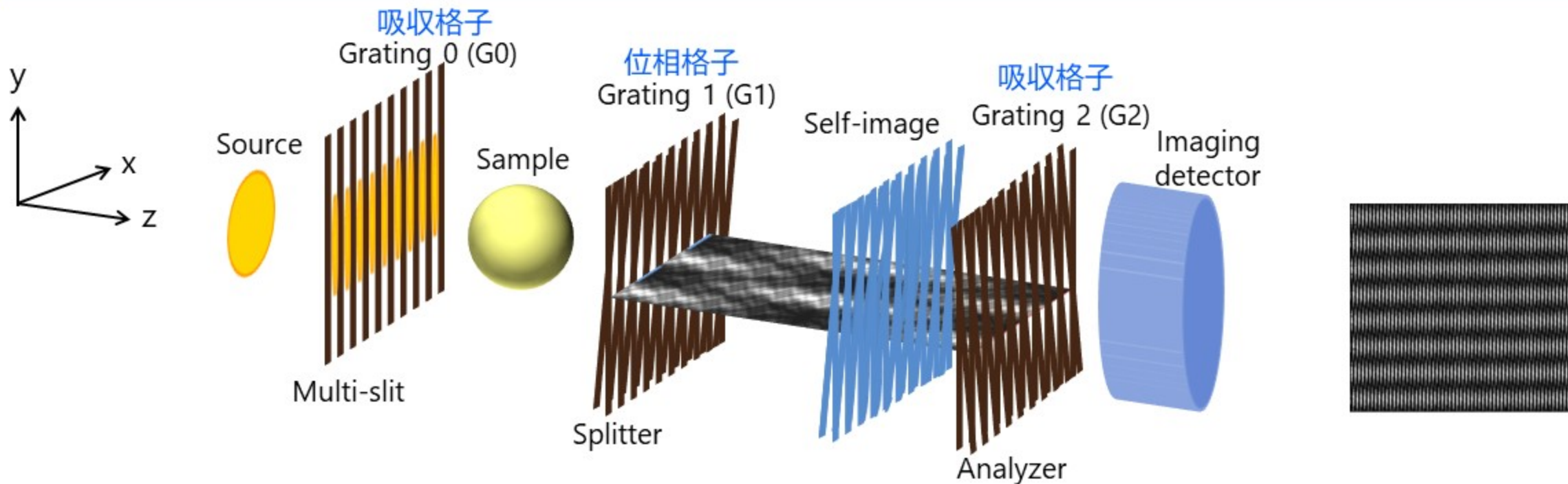
東北大 関 義親

金属積層造形（レーザー粉末床溶融法）

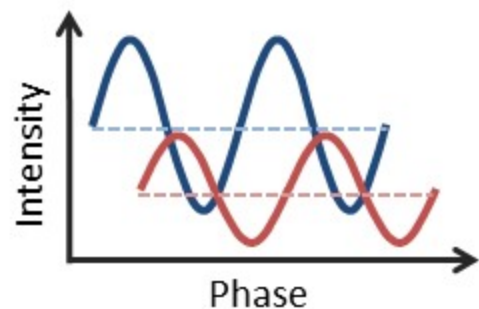
- 金属粉末をレーザーで溶融・凝固させ、レイヤーを積み重ねながら立体形状を作成。
- 他方式、電子ビーム粉末床溶融法と比較して、寸法精度（ ± 0.05 mm）、表面粗さ（ $R_a \sim 5-10$ μm ）が優れる。
→ 宇宙・航空用部品への適用
- レーザー条件によっては、欠陥（数 μm -数百 μm の微小空隙）が生じやすい。
→ 疲労強度の低下
- 欠陥評価手法
間接手法：表面粗さからの推定、アルキメデス法による密度評価
破壊：光学・電子顕微鏡観察（狭視野）
非破壊：高エネルギーX線CT（厚さ 1 cm程度まで）

微小空隙を非破壊的に大視野で測定・評価する手法が必要。

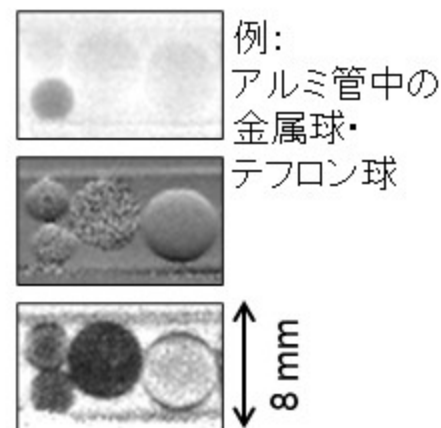
Talbot-Lau 干渉計による中性子位相イメージング



Fresnel 回折場 → G2位置にG1と同じ周期の強度分布：自己像
 試料による自己像の歪みをG2とのモアレ縞で検出

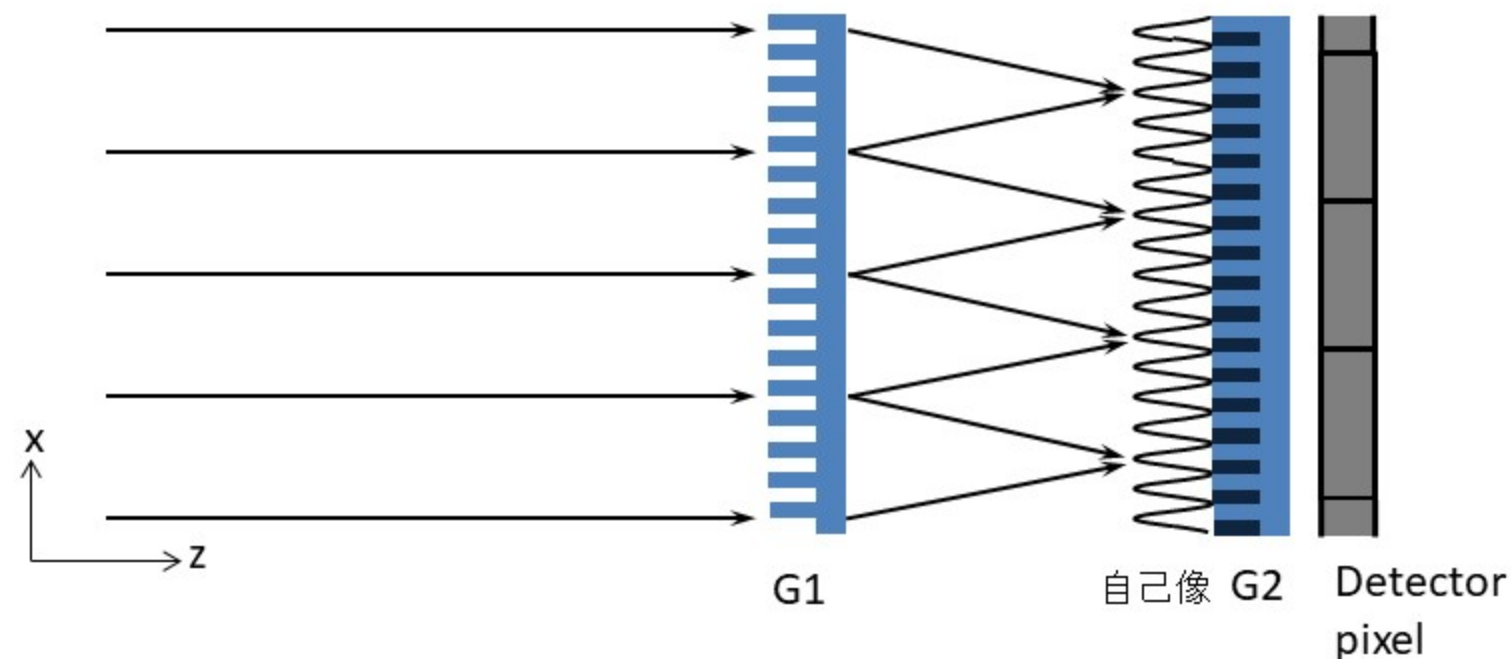


- 吸収像
- 微分位相像 (屈折) $\partial\Phi/\partial x$
- ビジビリティ像 (小角散乱) $\overline{\Phi(x)\Phi(x + \Delta x)}$

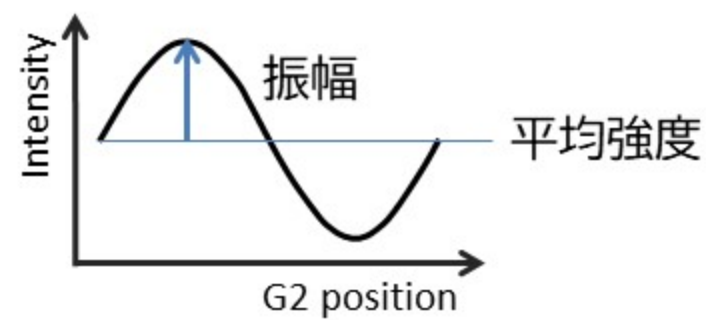


回折格子による“自己像”の形成

- ±1次回折光どうしの干渉によって形成される。



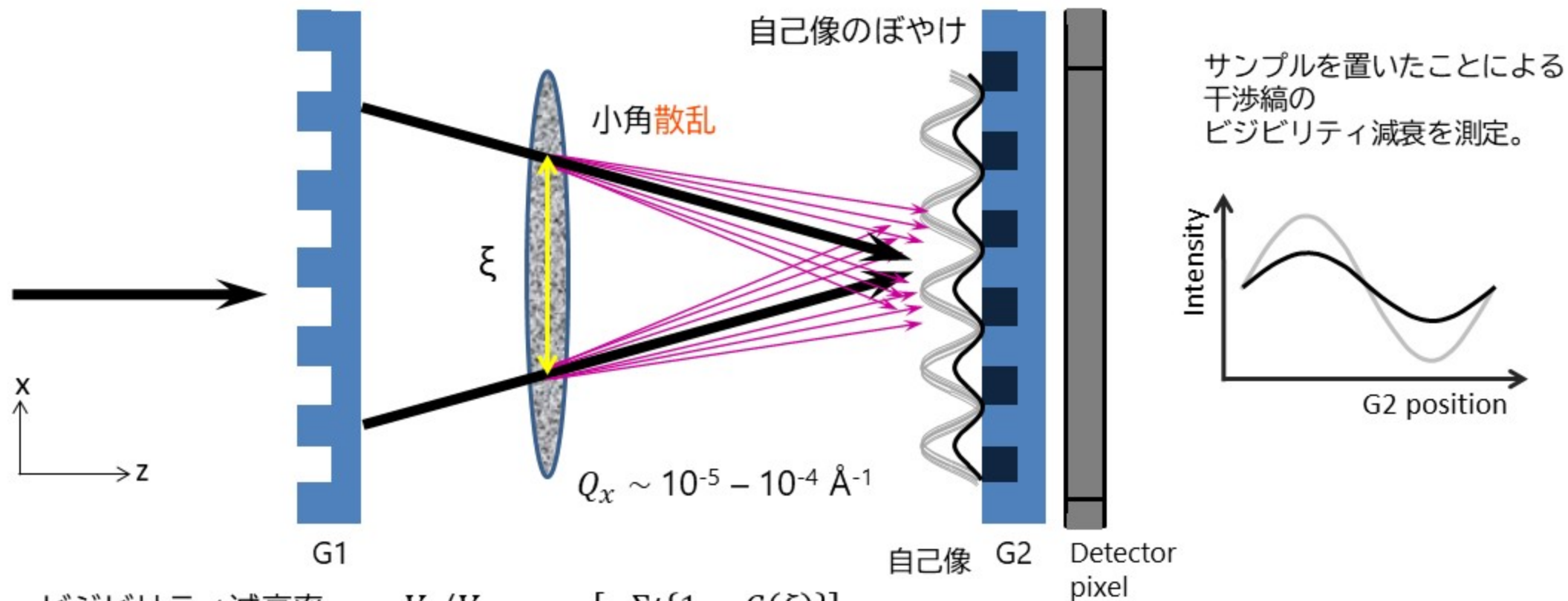
干渉縞の
ビジビリティ (鮮明度)
= 振幅 / 平均強度



自己像と同周期の吸収格子G2（アナライザ）をスキャンして
検出器ピクセルごとに強度変化（干渉縞）を得る。

小角散乱とビジビリティ像

ビジビリティイメージングは微小構造に起因する小角散乱を測定する。



ビジビリティ減衰率

$$V_S/V_0 \approx \exp[-\Sigma t\{1 - G(\xi)\}]$$

微小構造体の存在率 (巨視的) 断面積

Σ

微小構造体の形状 自己相関関数

$G(\xi)$

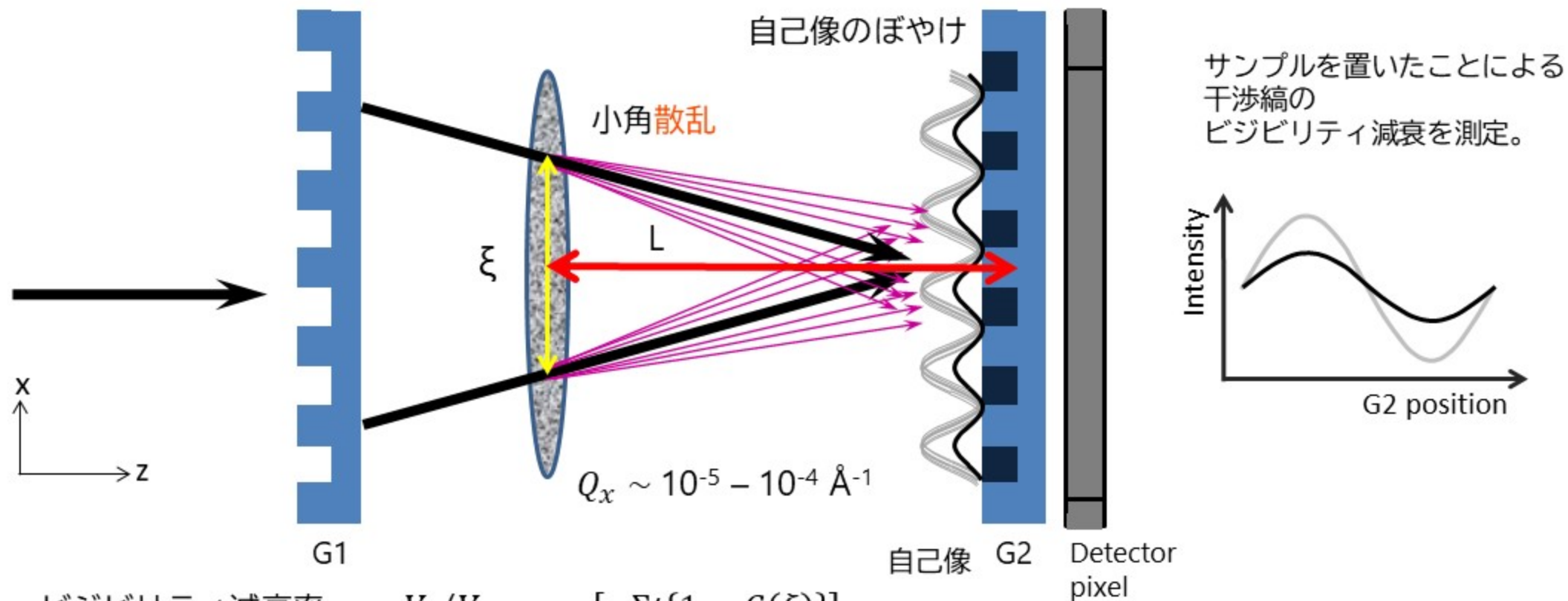
自己相関長

ξ

t: 試料厚さ
I(q): 小角散乱強度

小角散乱とビジビリティ像

ビジビリティイメージングは微小構造に起因する小角散乱を測定する。



ビジビリティ減衰率

$$V_S/V_0 \approx \exp[-\Sigma t\{1 - G(\xi)\}]$$

微小構造体の存在率 (巨視的) 断面積

Σ

微小構造体の形状 自己相関関数

$G(\xi)$ (= Hankel transformation of $I(q)$)

微小構造体のサイズ 自己相関長

$$\xi = \frac{\lambda L}{d_2}$$

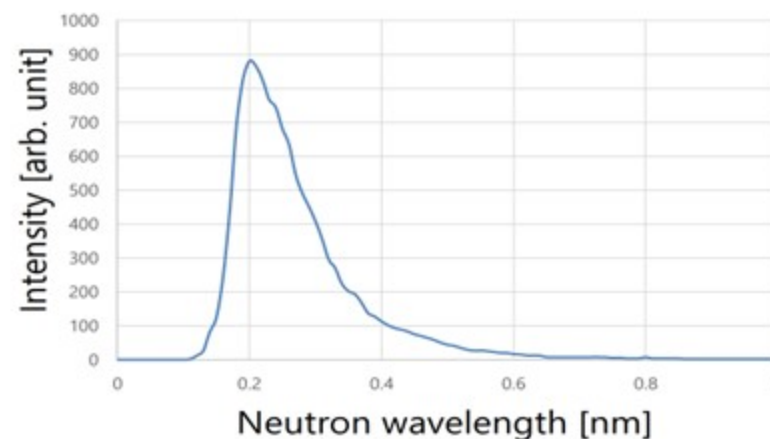
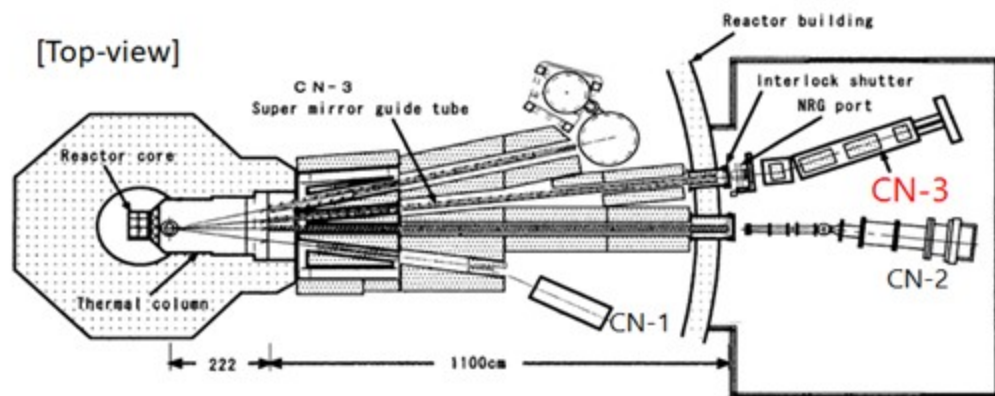
→ 試料位置によって異なるスケールを探索できる。

t: 試料厚さ
 $I(q)$: 小角散乱強度
L: 試料-G2距離
 d_2 : G2 周期

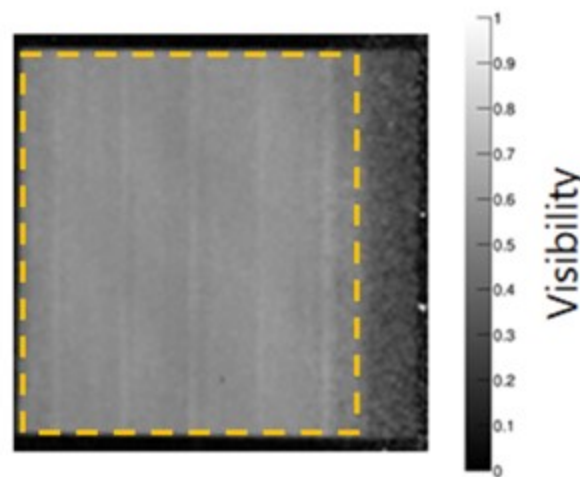
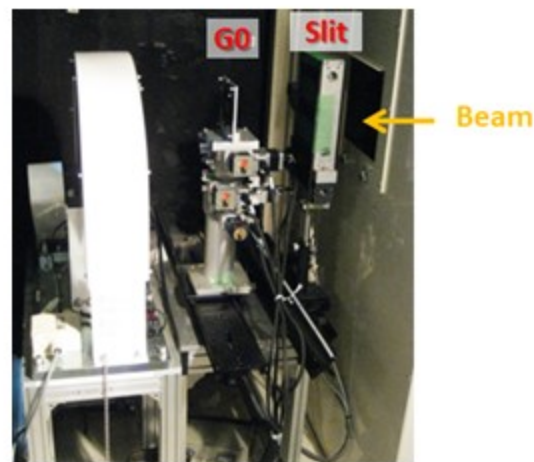
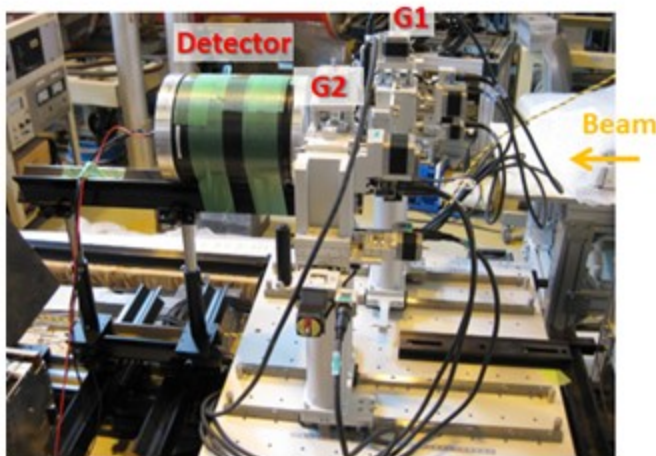
KUR CN-3 中性子位相イメージングシステム

- Peak wavelength 2.0 Å ($\Delta\lambda/\lambda = 60\%$ (FWHM))
- Neutron flux $\sim 10^6$ n/cm²/s @ 5 MW (試料位置)

- Detector: CMOS camera + LiF/ZnS scintillator
- 空間分解能：水平方向 ~ 300 μ m, 鉛直方向 ~ 1 mm



- Talbot-Lau干涉計システムを半定常的に設置.



- モアレ縞視野
50 mm \times 60 mm
visibility 55%
- 自己相関長レンジ
 $\xi \approx 0.2$ -4 μ m

→ 比較的広い視野で、空間分解能以下の微小構造を“ざっくり”探れる。

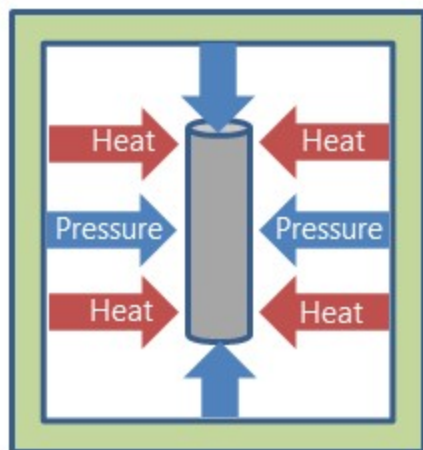
KUR CN-3 中性子位相イメージングシステム

- レーザー積層造形による Inconel 718 (Ni基 + Cr, Nb, Mo 合金) ロッド
- $\phi = 12 \text{ mm}$, $L = 70 \text{ mm}$
- Hot Isostatic Pressing (熱間等方加圧; HIP) 処理あり・なし

HIP処理なし



HIP処理あり

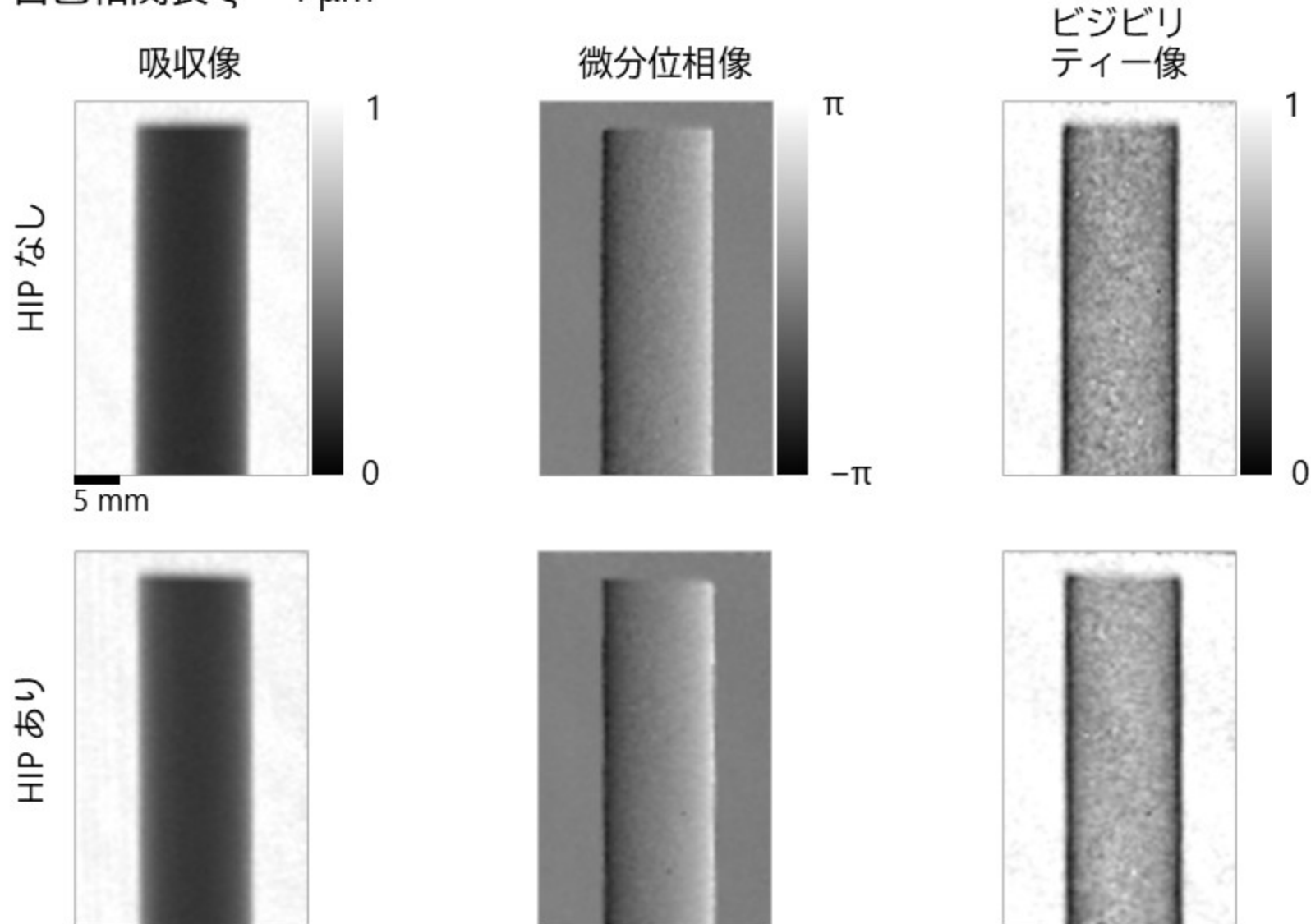


HIP処理：
微小空隙を抑制するための後処理。

- 自己相関長 $\mu = 0.3, 4 \mu\text{m}$ で測定。

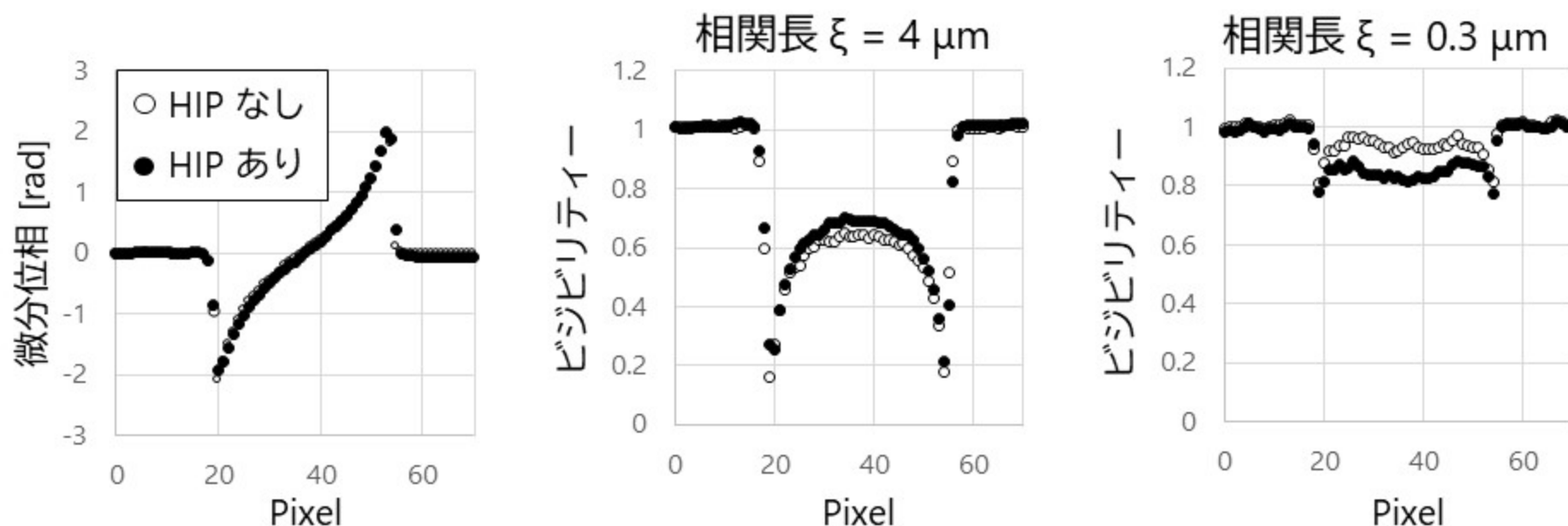
測定結果

- 照射時間 120 s × 8 phase steps @ 5 MW
- 自己相関長 $\xi = 4 \mu\text{m}$



HIP 処理あり・なしの比較

(射影プロファイル)

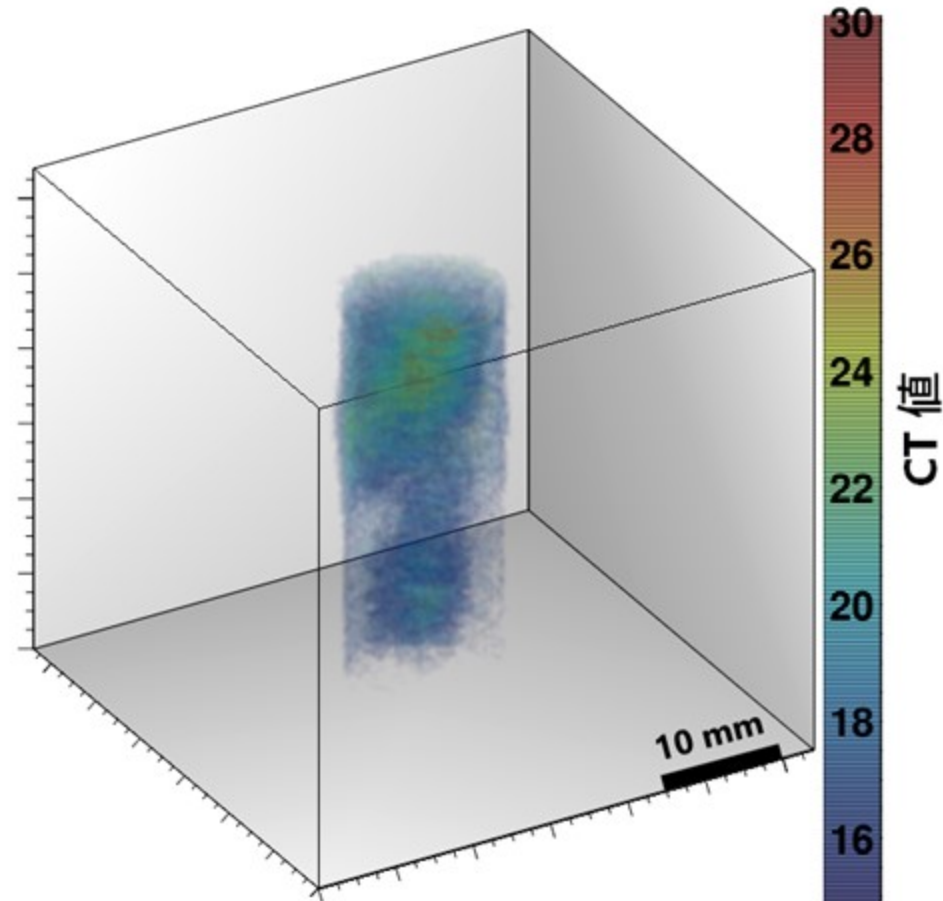


- 微分位相像は一致。
→ 巨視的な密度変化はない。
- ビジビリティー像 (自己相関長 $4 \mu\text{m}$) HIPあり > HIPなし
→ HIPなし : $4 \mu\text{m}$ 程度の微小構造による散乱大
- ビジビリティー像 (自己相関長 $0.3 \mu\text{m}$) HIPあり < HIPなし
→ HIPあり : $0.3 \mu\text{m}$ 程度の微小構造による散乱大

HIP処理により, 試料中の空隙が数 μm オーダーからサブ μm オーダーに変化していることを示唆。

残存空隙の空間分布 (CT 測定)

- HIPあり試料 自己相関長 $0.3 \mu\text{m}$ でのビジビリティー像のCT測定
- 照射時間 $120 \text{ s} \times 8 \text{ phase step} \times 180 \text{ deg. (1 deg. step)}$ @ 5 MW
- CT値が大きい部分が空隙が多いことを示す。
- X線 CT では数 μm 以下の空隙をとらえることは困難。



プロセスパラメーターの異なる立方体試料

- 材料：AlSi10Mg, Ti6Al4V, SUS316L
- 形状：10 × 10 × 10 mm³
- 造形物中の空隙率に影響を及ぼす
レーザー出力・レーザー走査速度を
パラメーターとする試料。
5 × 5 = 25 個/材料
- アルキメデス法により相対密度差が
評価されている。
- サンプル位置7点
(自己相関長 0.4-3.4μm/6分割) で
2次元像を撮影。



Power
200, 250, 300, 350, 400 W
Scan speed
950, 1050, 1150, 1250, 1350 mm/s



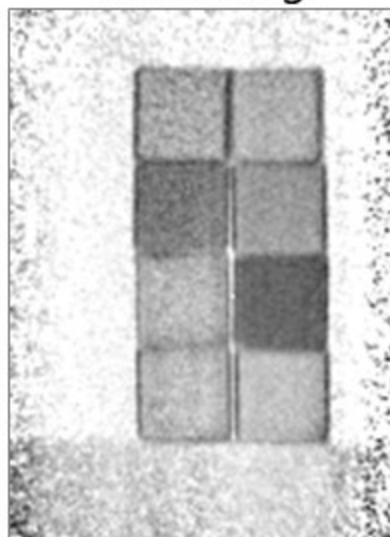
Power
175, 225, 275, 325, 375 W
Scan speed
575, 875, 1175, 1475, 1775 mm/s



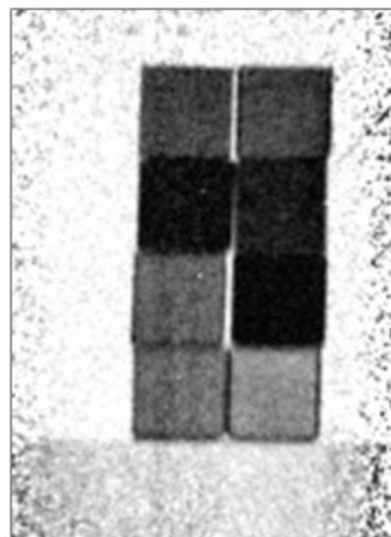
Power
150, 200, 250, 300, 350 W
Scan speed
600, 700, 800, 900, 1000 mm/s

結果の例

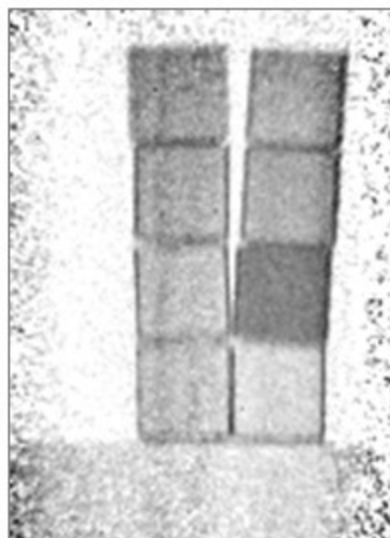
AlSi10Mg



SUS316L



Ti64



各サンプル領域でビジビリティの値を平均。

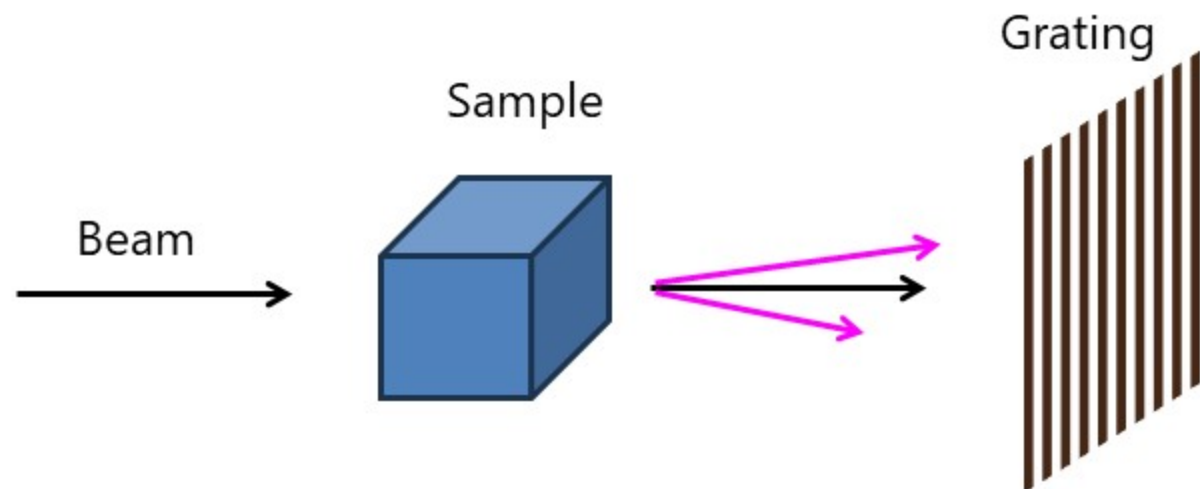
→横軸：レーザー走査速度,

縦軸：レーザー出力の

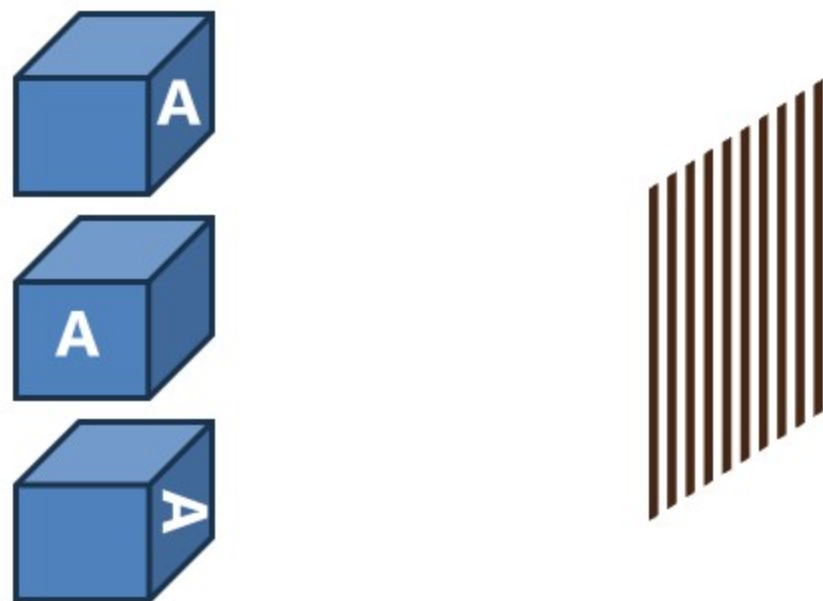
“プロセスマップ” 上にプロット

散乱の異方性と定量的解析の試み

- ビジビリティー像では、格子のラインに対して、垂直な方向の散乱を検出している。

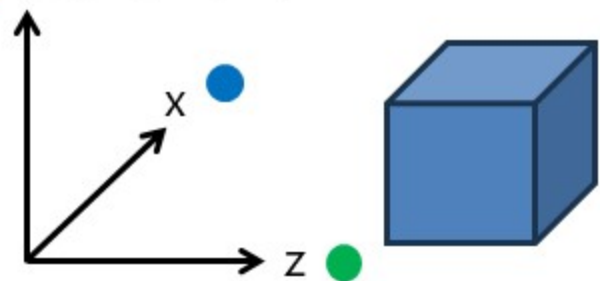


- 格子に対して試料を回転させることで、異なる方向への散乱を捉え、空隙形状を詳しく調べることができる。



散乱の異方性と定量的解析の試み

● y (積層方向)



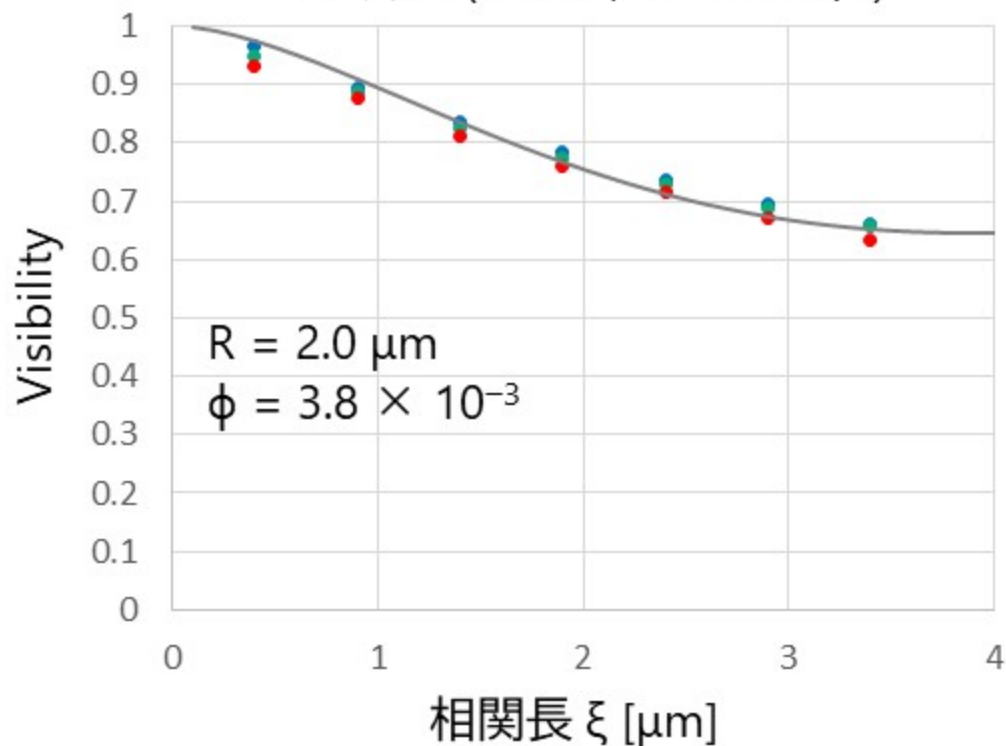
● 剛体球モデル (半径 R)

$$\ln(\text{visibility}) = \lambda^2 (\Delta\rho)^2 \phi (G(\xi - 1)) \frac{3}{2} R$$

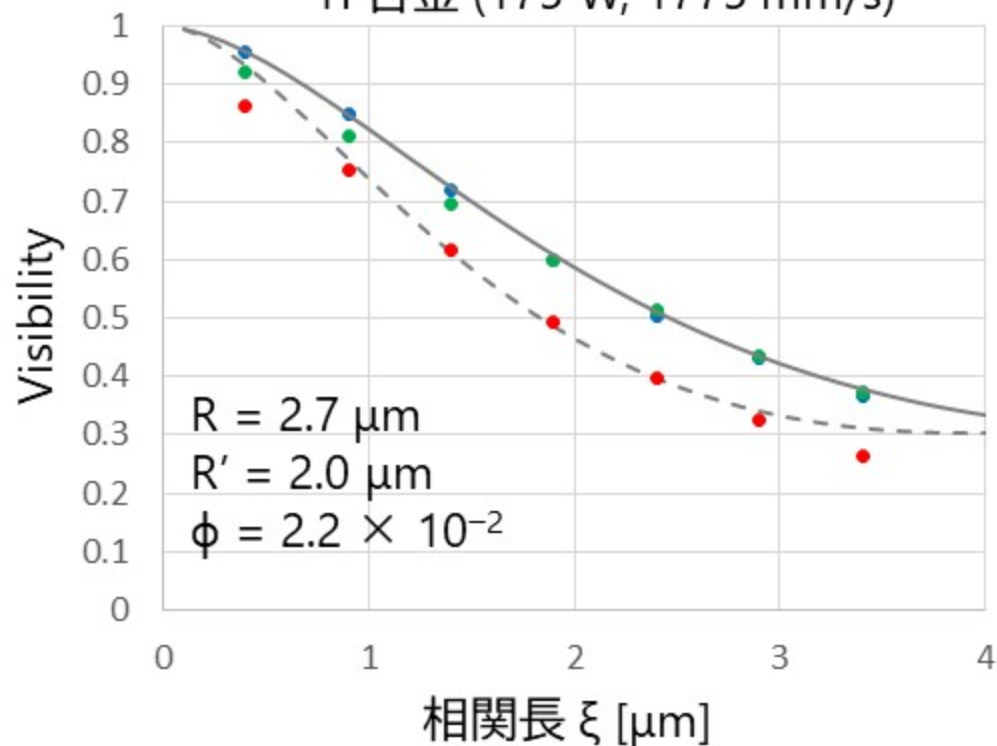
$\Delta\rho$: 散乱長密度差
 t : 試料厚さ
 ϕ : 空隙率

$$G(\xi) = \left[1 - \left(\frac{\xi}{2R} \right)^2 \right]^{1/2} \left[1 + \frac{1}{2} \left(\frac{\xi}{2R} \right)^2 \right] + 2 \left(\frac{\xi}{2R} \right)^2 \left(1 - \frac{\xi}{4R} \right)^2 \ln \left(\frac{\xi/R}{2 + [4 - (\xi/R)^2]^{1/2}} \right)$$

Al 合金 (300 W, 1350 mm/s)



Ti 合金 (175 W, 1775 mm/s)



まとめと今後の展開

- 中性子Talbot-Lau干渉計の散乱イメージングを金属積層造形試料に適用し、その空隙率の大小をビジビリティー値によって定性的に観察した。
 - INCONEL 718ロッドの測定では、造形体内部の空隙がHIP処理によって、数 μm オーダーからサブ μm オーダーのサイズに有効に抑制されていることが確認された。
 - 通常のX線吸収CTでは検出できないサブ μm オーダーの空隙の空間分布を散乱像のCT測定によって明らかにすることに成功した。
 - 異なるプロセスパラメーター（レーザー出力・走査速度）によって造形された試料の観察を行い、アルキメデス法によって評価された数%程度の相対密度差をビジビリティーによってエンハンスして検出することに成功した。
-
- 今回測定した試料の空隙率・空隙サイズをX線CT、顕微鏡観察によって評価し、散乱イメージングのビジビリティーとの定量的な関連付けを進める。
 - 引張試験用のロッド試料の観察 → 散乱像から疲労特性を評価する手法の開発