



先端研究基盤共用・プラットフォーム形成事業 フォトンファクトリーの産業利用促進 利用報告書

課題番号： 2014I009

研究責任者： 高山 透 新日鐵住金(株) 技術開発本部 先端技術研究所 解析科学研究所

利用施設： 高エネルギー加速器研究機構 放射光科学研究施設 BL-14B、BL-14C

利用期間： 2014年 10月～2015年 3月

鉄鋼プロセス原料の三次元組織の CT 観察 Three-dimensional observation of raw materials of ironmaking process using synchrotron radiation CT

高山 透¹、林崎 秀幸²、村尾 玲子¹、西原 克浩¹
Toru Takayama¹, Hideyuki Hayashizaki², Reiko Murao², Katsuhiko Nishihara²

¹新日鐵住金(株)技術開発本部 先端技術研究所

²新日鐵住金(株)技術開発本部 プロセス研究所

¹Advanced Technology Research Laboratories, Nippon Steel & Sumitomo Metal Corporation

²Process Research Laboratories, Nippon Steel & Sumitomo Metal Corporation,

アブストラクト： 放射光 CT を用いて、製鉄プロセスに用いられる焼結鉱およびコークスの 3 次元組織観察を実施し、空間分解能、濃度コントラスト、測定時間について実験室線源 CT との比較を実施した。焼結鉱の測定によって空間分解能について検討した結果、今回の測定条件では、空間分解能は放射光 CT と実験室線源 CT で同程度(20 μ m 前後)であった。焼結鉱サンプルの撮影によって、濃度コントラストについて比較検討した結果、アーチファクトの影響などにより、実験室線源 CT と放射光 CT に大きな差は見られなかった。Dual-Energy CT の撮影条件および光学系の最適化ができれば、コントラストの向上が期待される。コークスサンプルの撮影によって、測定時間について検討した結果、実験室線源 CT に比べて短時間で同等の画質が撮影可能であることが示された。

Abstract: Aiming at high-resolution three-dimensional observation of raw materials of ironmaking process, observation using synchrotron radiation computed tomography (CT) was performed. And spatial resolution, contrast and measuring time were compared synchrotron radiation CT with laboratory X-ray CT. In this study, spatial resolution and contrast of synchrotron radiation CT were similar to those of laboratory X-ray CT. The measuring time of synchrotron is shorter than that of laboratory X-ray CT.

キーワード： 製鉄、焼結鉱、コークス、気孔構造、CT

1. はじめに：

鉄鋼材料は社会インフラのための構造材料として重要である。その原料となる天然の鉄鉱石と石炭から鉄を製造する製鉄プロセスは、鉄鋼製造プロセスの最前段の重要なプロセスのひとつである。主要な製鉄プロセス原料である焼結鉱は、天然の鉄鉱石と微量の石灰石にコークスを混合した造粒物を 1200～1300℃で液相焼結したもので、鉄鉱石核粒子、カルシウムフェライトなどの融着層、数 100 μ m～数 mm の気孔網から構成される。これを高炉で還元して鉄を製造するが、その還元挙動には、焼結鉱中の三次元の気孔網や鉱物相が影響することが知られている^[1]。

製鉄プロセスに用いられるもうひとつのキーマテリアルが、石炭を乾留して製造するコークスであり、上記焼結鉱を還元する際の還元材、熱源お

よび高炉内での通気・通液性を担保するスペーサーとして機能する。このコークスは、気孔を含む多孔質材料であり、その三次元での気孔構造が、コークス全体の特性に大きな影響を及ぼすことが知られている^[2]。

これまで、焼結鉱およびコークスの気孔構造や鉱物相を観察するためには、断面組織観察(破壊)^[1,2]や実験室線源 CT^[3,4]を用いた 3D 観察等が行われてきた。しかしながら、非破壊で短時間、高分解能、高コントラストで観察する手法がなかった。

そこで本報では上記課題の克服を目的として、焼結鉱、コークスに対し放射光 CT による測定を実施し、空間分解能、濃度コントラスト、測定時間について、従来の実験室線源との比較を行った。

2. 焼結鈇の放射光CT

2.1 実験(使用ビームライン: BL14C)

本試験条件を以下に示す。焼結鈇は5mm粒と2mm粒の試料を用いた。5mm粒については、X線エネルギー37keVで吸収コントラストCT(図1a)にて評価した後、内部気孔の識別最小値を算出した。また、2mmについては、X線エネルギー25~60keVの範囲で吸収コントラストCTを撮像し、最適なエネルギーを検証した。また、その後、Dual-Energy CT(図1b)で撮像した画像との比較を実施した。検出器はCCD(XFDI 1:1)を使用した(ピクセルサイズは $6.45 \times 6.45 \mu\text{m}^2$)。撮影条件は0.2deg毎に10s露光して得られた900枚の画像を撮影し、CT画像を再構築した。

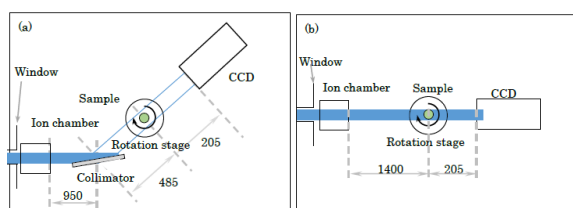


図1 (a)吸収コントラストCTの光学系
(b) Dual-Energy CTの光学系

2.2 結果および考察

図2に吸収コントラストCTによる焼結鈇(5mm)の3次元CT画像とz方向の断面図を示す。焼結鈇中の鈇物相、気孔の判別は可能であったが、鈇物相の種類判別は出来なかった。

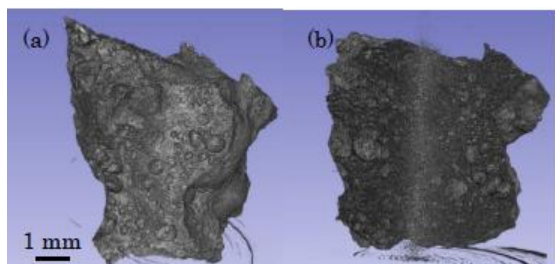


図2 (a) 焼結鈇の3次元CT像
(b) 焼結鈇のxz方向断面図

図3は5mm粒の3D再構成断面図の一部を拡大した画像である。図3から、気孔の識別最小値を評価した結果、直径20 μm 前後の気孔まで判別可能であることが分かった。

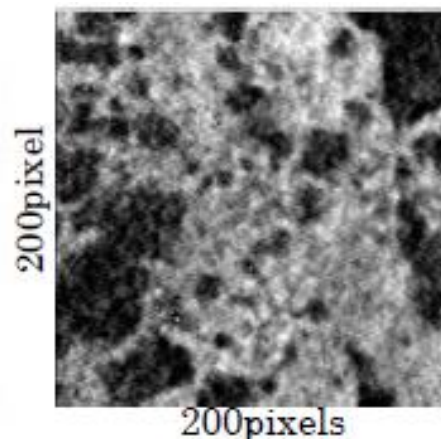


図3 焼結鈇のXY断面図(局所)

図4に実験室線源CT装置(東芝IT製TOSCANER-32250 μhd)を用いて、5mm粒試料を撮像した3次元CT画像の例を示す。この装置では、20 μm 前後の気孔を判別可能であり、コントラストの差より、鈇物相内の識別が可能であった。

実験室線源CTでは、高分解能時のためにはX線源とサンプルの距離を近づける必要があり、サンプルの加熱や引張ユニットを設置することができないが、放射光CTでは線源とサンプルの距離を確保することができ、各種ユニットの設置が可能である。

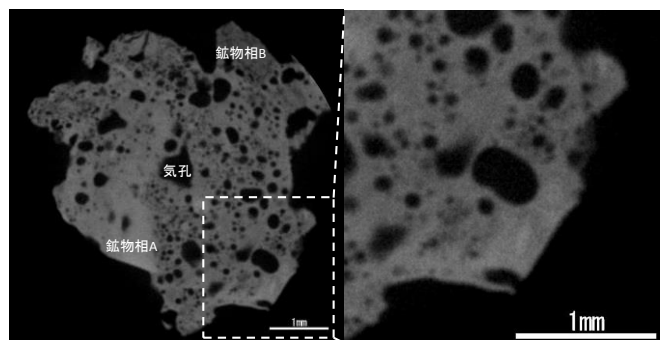


図4 実験室線源X線CT装置による焼結鈇の断面図

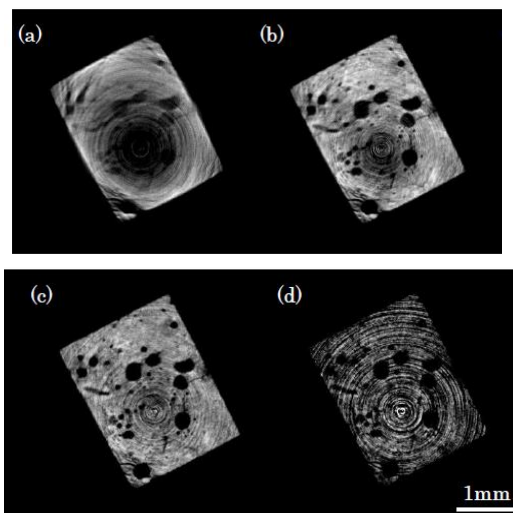


図5 焼結鋳(2mm)のXY断面図
(a) 25keV, (b) 30keV, (c) 40keV, (d) 60keV

図5に、X線エネルギーを25~60keVの範囲で変化させた2mm試料の吸収コントラストCT画像を示す。XY断面図では高エネルギーにてアーチファクトが強く観察された。また、30keVのCT像ではコントラストが明瞭であった。本結果から、高分解能の焼結鋳CT像を撮影するためのX線エネルギーは30keVが最も適していると推察できた。

図6にXY・XZ・YZ断面の30keVの吸収コントラストおよび30,50keVで作成したDual-Energy CTを示す。Dual-Energy CTは吸収コントラストCTに比べ僅かにコントラストが改善した。アーチファクトの低減、Dual-Energy CTの撮影条件および光学系の最適化ができれば、コントラストの向上が期待される。

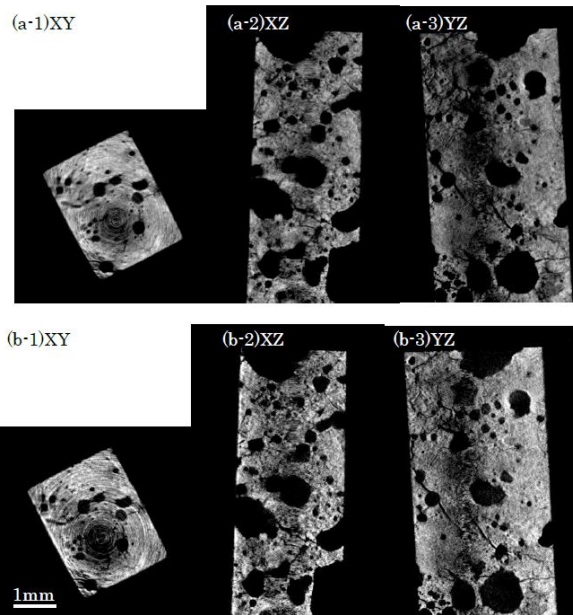


図6 焼結鋳(2mm)の断面図
(a) 吸収コントラスト, (b) Dual-Energy CT

3. コークスの放射光CT

3.1 実験(使用ビームライン: BL14B)

本試験条件を以下に示す。コークスはΦ20mm×H30mmの円柱状試料を用いた。X線エネルギー20.6keVで吸収コントラストCTを撮影した。検出器はCCD(XFDI 40mm)を使用した(ピクセルサイズは23×23μm²)。撮影条件は0.7deg毎に1s露光して得られた900枚の画像を撮影し、CT画像を再構成した。

3.2 結果および考察

図7に、吸収コントラストCTによるコークス(Φ20mm×H30mm)の3次元CT画像とyz方向の断面図を示す。コークス中の気孔壁、気孔および灰分の判別が可能であった。

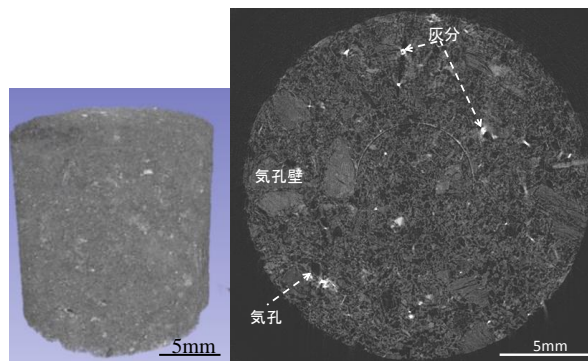


図7 (左)コークスの3次元CT像
(右)コークスのyz方向断面図
白色: 灰分、灰色: 気孔壁、黒色: 気孔

また、図 8 に実験室線源 CT の画像を示す。放射光 CT 同様、コークス中の気孔壁、気孔および灰分の判別が可能であった。

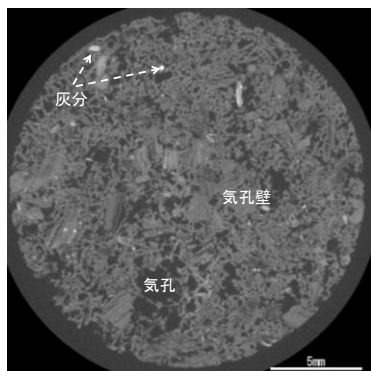


図 8 実験室線源 X 線 CT 装置によるコークスの断面図
白色：灰分、灰色：気孔壁、黒色：気孔

次に、撮影時間の比較を行うために、900 枚撮影した画像から 90, 180, 450, 900 枚で画像の再構成を行った結果を図 9 に示す。

再構成に使用した枚数が 90 枚では、コントラストに大きな差が付いている部分が少なく形状もぼんやりとしている。使用枚数が 180 枚では、コントラストの差や形状もはっきりとしてきているが、画素値の小さい(黒色の)域では鮮明さに欠ける。450 枚、900 枚になるとコントラストの差とその領域の形状もはっきりとしており、気孔壁、気孔および灰分の識別が可能であった。

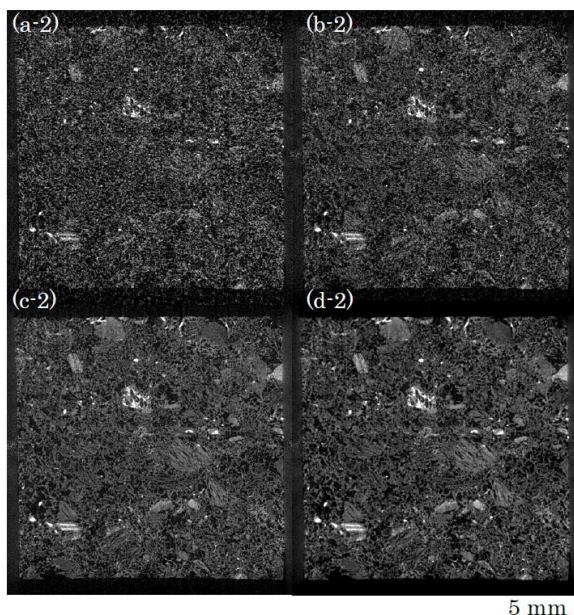


図 9 コークスの yz 断面図
再構成枚数(a)90 枚, (b)180 枚,
(c)450 枚, (d)900 枚

BL-14B の現状の CCD カメラでは、データ通信などに時間を要し、短時間撮影が実施できなかったが、180 枚で測定した場合、計算上 900 枚測定(約 45 分)の 1/5 程度の時間(9 分程度)で測定が可能だと考えられる。短時間撮影のためには、データ通信速度の向上などの装置構成の改造が必要である。実験室線源 X 線 CT で、同程度の解像度を得るためには、20~30 分を要しており、放射光 CT はデータ通信などを改善すれば実験室線源に比べ、短時間で撮影が可能であると考えられる。

4. まとめ：

製鉄プロセスの原料である焼結鉱およびコークスを対象に放射光による CT 観察を実施し、空間分解能、濃度コントラスト、測定時間について放射光 CT と実験室線源 CT の比較を行った。

焼結鉱(5mm 粒)試料において吸収コントラスト CT で 3 次元 CT 像を撮像して解析した結果、直径 20 μm 前後の内部気孔を判別可能であることが分かった。この分解能は一般的な実験室線源 CT 装置の分解能と同程度であった。実験室線源 CT では、高分解能時のためには X 線源とサンプルの距離を近づける必要があり、サンプルの加熱や引張ユニットを設置することができないが、放射光 CT では線源とサンプルの距離を確保することができ、各種ユニットの設置が可能である。

また、吸収コントラスト CT と Dual-Energy CT の 3 次元 CT 像との比較では、僅かにコントラストが改善した。Dual-Energy CT の撮影条件および光学系の最適化ができれば、コントラストの向上が期待される。

コークスサンプルの撮影における測定時間について検討した結果、実験室線源 CT に比べて短時間で同等の画質が撮影可能であることが示された。

今後の課題

焼結鉱およびコークス中には、20 μm 以下の鉱物相や気孔が存在し、それらが材料特性に影響を及ぼす可能性がある。これまで以上に放射光 CT が高空間分解能化することができれば、今以上に利用価値の高い分析方法に成りうると期待している。

謝辞

本課題は、KEK・PF の高橋由美子博士および山下良樹博士をはじめ PF のスタッフの方々の支援のもと実施されました。ここに深く謝意を表します。

参考文献

- [1] T. Kawaguchi, K. Kuriyama, S. Sato, K. Takata,
Tetsu-to-Hagané, 73 (1987), 1924.
- [2] T. Arima: *Tetsu-to-Hagané*, 87 (2001), 274
- [3] S. Kawachi, S. Kasama: *CAMP-ISIJ*, 22 (2009),
829
- [4] Y. Yamamoto, Y. Kashiwaya, M. Nishimura, M.
Kubota , *Tetsu-to-Hagané*, 95 (2009), 103.

成果発表状況

なし

* takayama.9fy.toru@jp.nssmc.com