

X線回折コントラスト像 を用いた結晶3Dマッピング法 の検討

神戸大学大学院工学研究科
塩澤 大輝

結晶マッピング法

放射光CTイメージング

内部介在物, き裂形状の観察

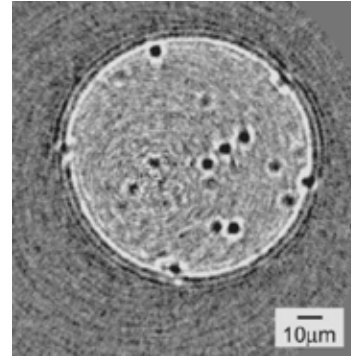


Fig. 快削鋼内の介在物

結晶方位情報

3D-XRD

(Three Dimensional X-ray Diffraction microscope)

DCT*1

(Diffraction contrast tomography)

再結晶, 結晶粒成長, 変形時の格子回転などの観察へ適用

CTイメージングと組み合わせることで, 多結晶内部の変形挙動の解析が大きく進展.

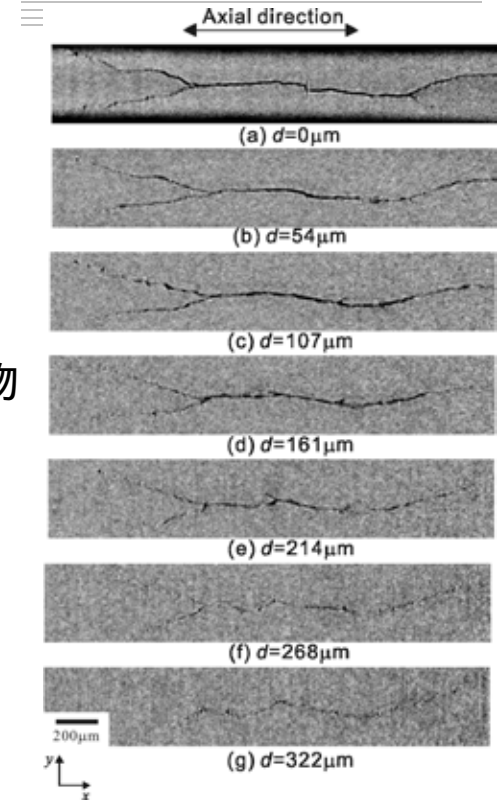


Fig. ねじり疲労き裂

*1) W. Ludwig, S. Schmidt, E. M. Lauridsen and H. F. Poulsen : X-ray Diffraction Contrast Tomography: A Novel Technique for Three-Dimensional Grain Mapping of Polycrystals. I. Direct Beam Case, Journal of Applied Crystallography, Vol. 41, pp.302-309, (2008).

DCT (Diffraction contrast tomography) の原理

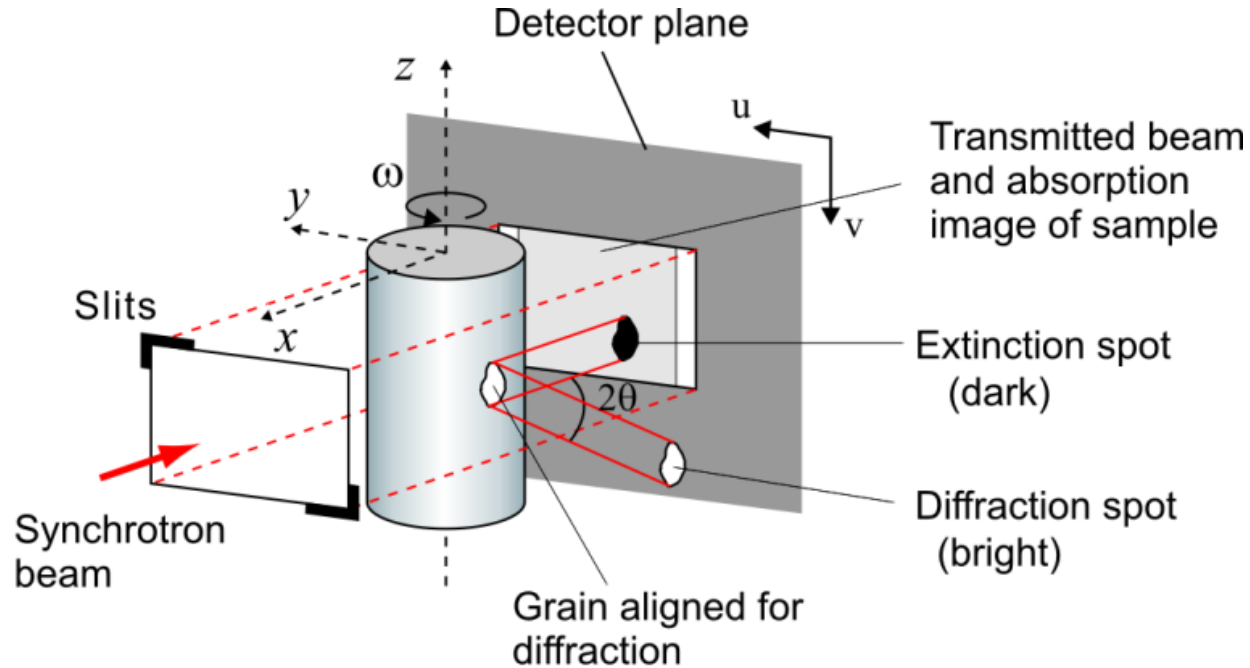
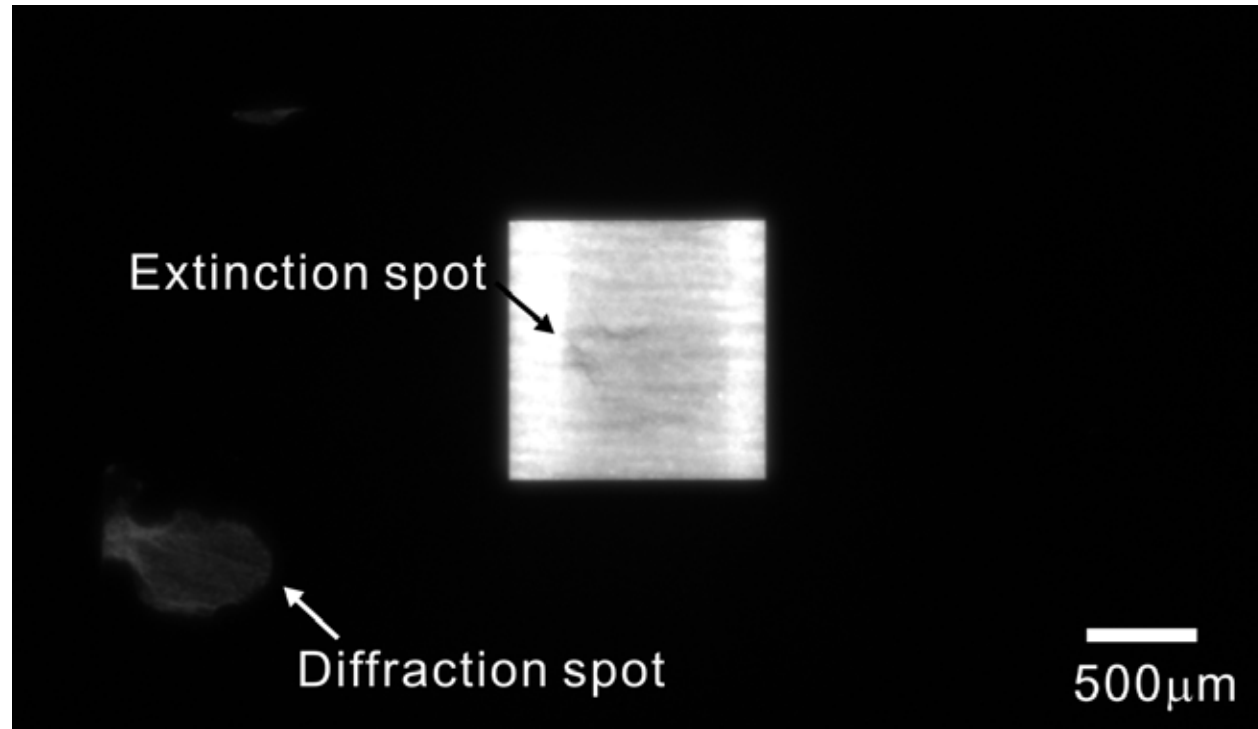


Fig. Schematic image of setup.

Braggの回折条件 ($2d\sin\theta = n\lambda$) を満たした結晶の像を抽出。
回折コントラストイメージから三次元像を再構成する。
非破壊で結晶方位解析が可能になる。

回折コントラスト像



Sample: Al1050

X-ray energy: 27keV

Sample-Detector distance: 10mm

画像処理の流れ (DCT)

回折コントラストイメージの測定

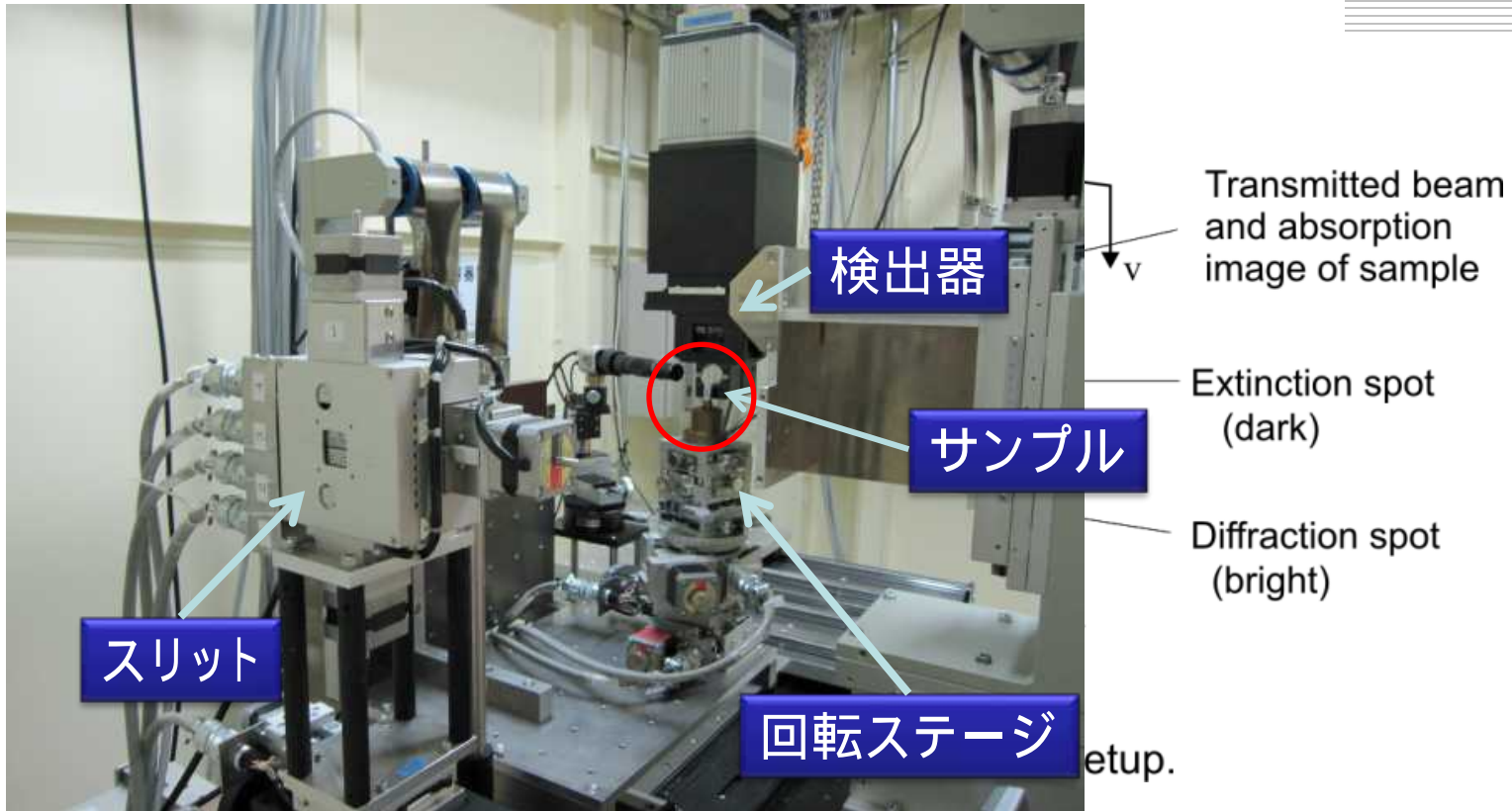
回折スポットの画像処理

- 回折スポットの抽出, 統合, 分類
- 結晶の透過像, 結晶方位

三次元結晶形状の再構成

結晶3Dマッピングの可視化

1.測定装置



装置構成は透過イメージングと同じ。

1.測定試料および測定条件



測定試料: 工業用純鉄AI1050 (線材)

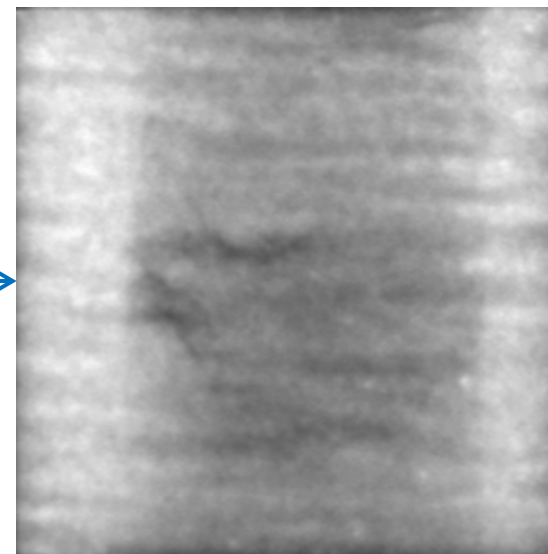
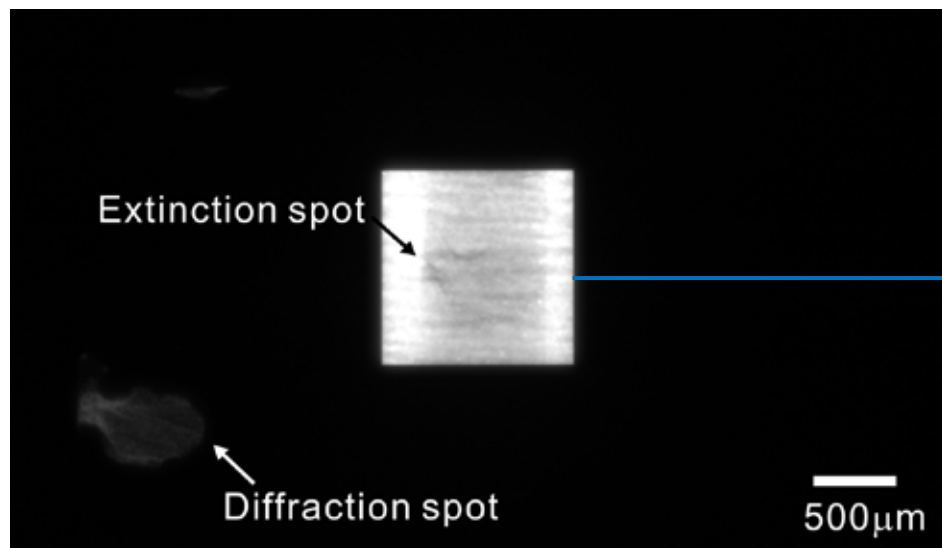
試料寸法: ϕ 0.8mm

熱処理条件: 焼きなまし... 550°C (1hr)

(平均結晶粒径... 600nm)

測定場所	SPring-8 BL19B2
X線エネルギー	27keV
検出器	ビームモニター(BM2($f=50$)) + CCDカメラ(C4880-41S)
有効ピクセルサイズ	2.8mm
サンプル-検出器間距離	$L=10$ mm
ステップ角度	0.032° (6000枚撮影)
露光時間	0.5 sec

2. 回折スポットの抽出



$$I(u, v) = I_0(u, v) \exp \left[- \int \mu_{\text{eff}}(r) dx \right]$$

$$\mu_{\text{eff}}(r) = \mu_{\text{abs}}(r) + \mu_{\text{diffr}}(r)$$

有効減衰係数

吸収減衰係数

回折減衰係数

$I(u, v)$: 透過X線強度

$I_0(u, v)$: 入射X線強度

$r=(x, y, z)$: サンプル内の座標

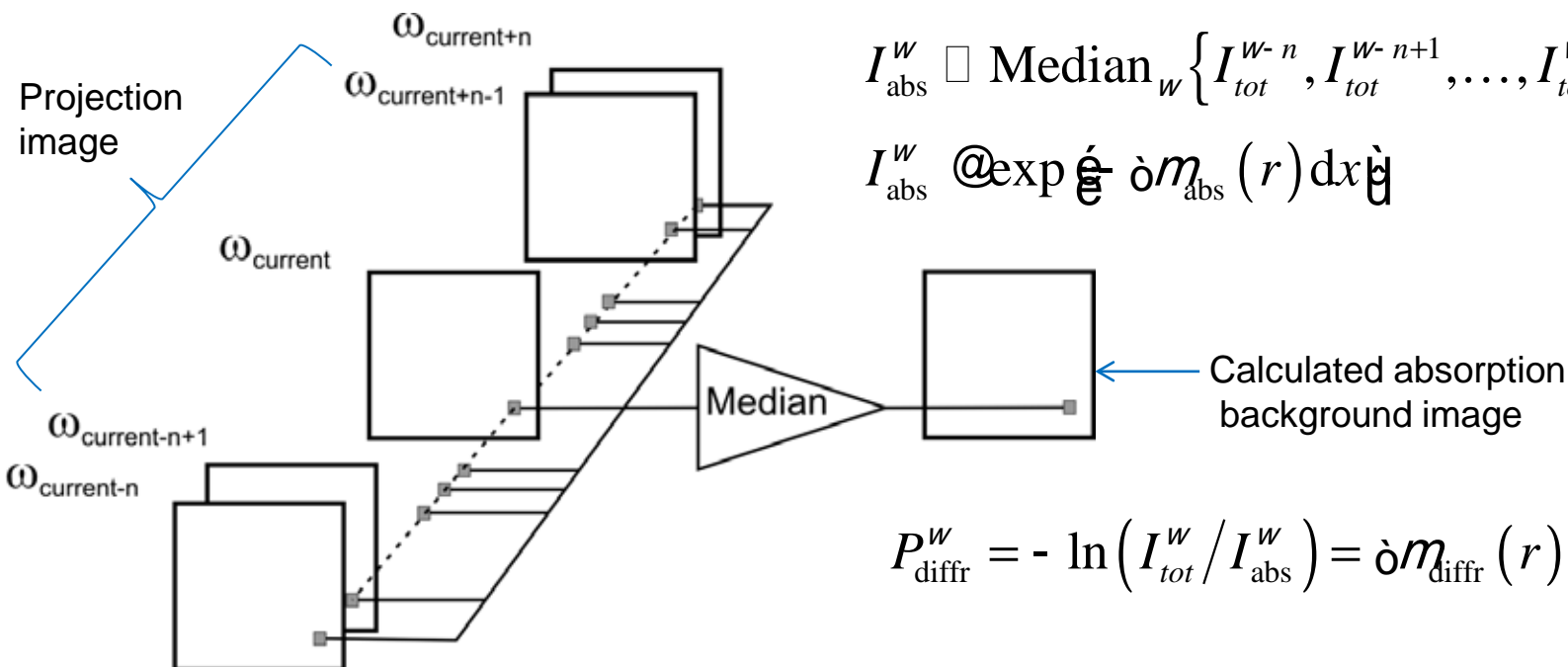
2. 回折スポットの抽出

$$I_{tot}^w = \frac{\text{image}^w - \text{dark}}{\text{flat} - \text{dark}}$$

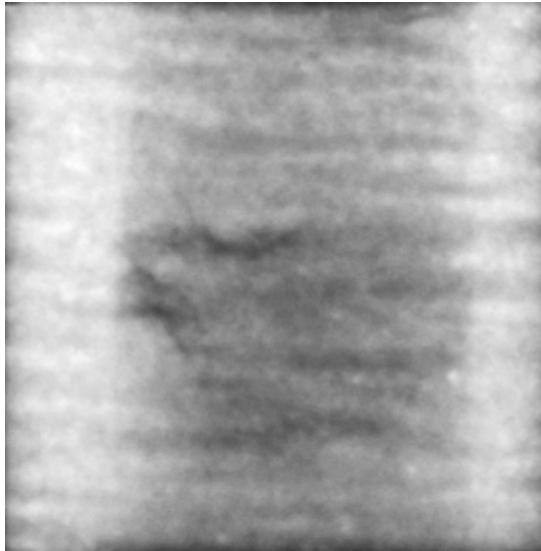
$$I_{tot}^w = \exp \left[- \int \mu_{\text{abs}}(r) + \mu_{\text{diffr}}(r) dx \right]$$

flat : サンプルを透過せずに直接撮影 (= 入射X線強度 I_0)
 dark : X線を入射せずに撮影 (= カメラのノイズ)

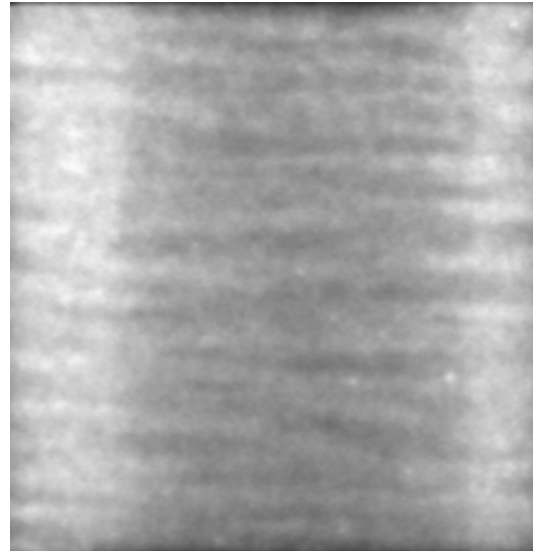
吸収コントラストの計算



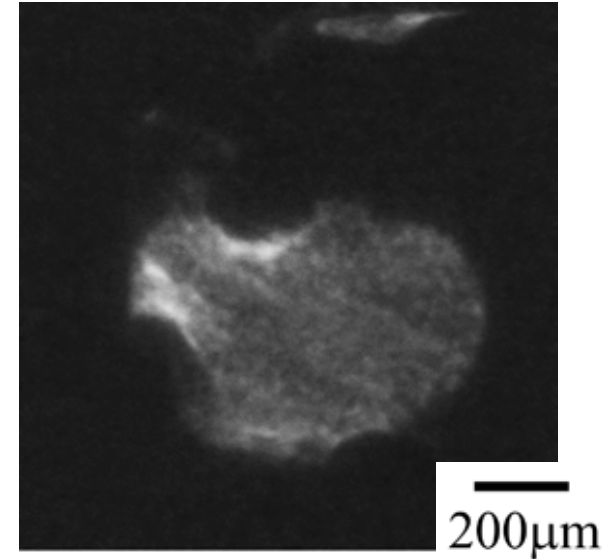
2.回折スポットの抽出



(a) Projection image



(b) Calculated absorption background



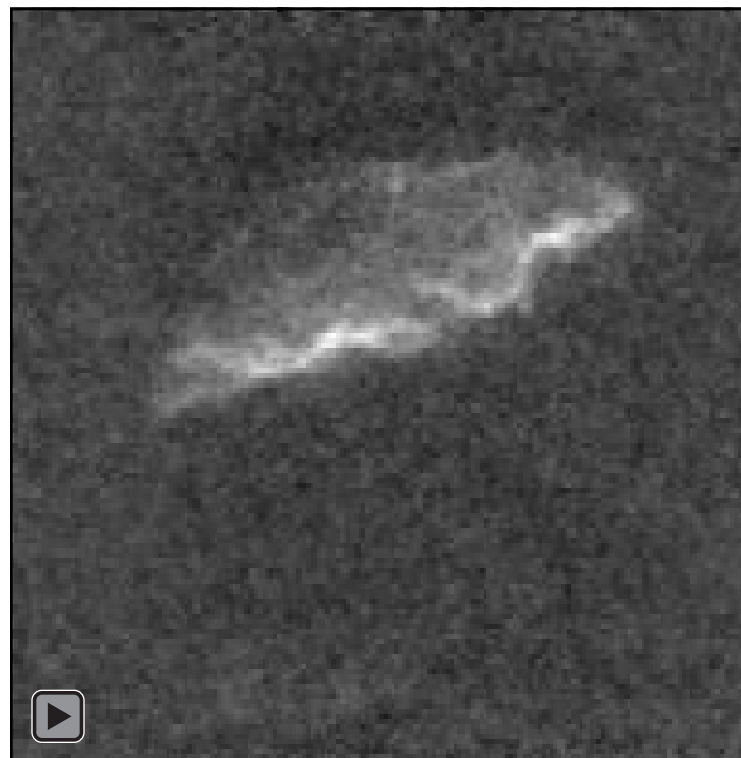
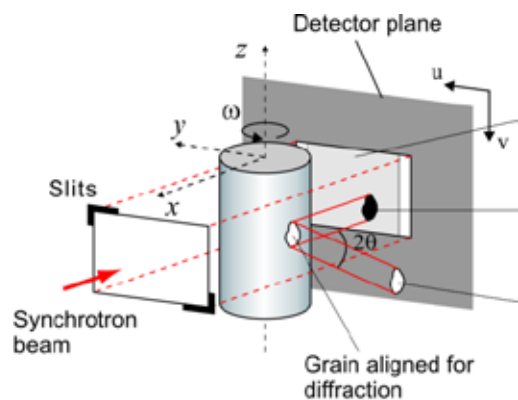
(c) Extinction spot obtained by logarithmic subtraction of the images to the left image

$$I_{tot}^w = \frac{\text{image}^w - \text{dark}}{\text{flat} - \text{dark}}$$

$$I_{tot}^w = \exp \left[\int \left(\mu_{abs}(r) + \mu_{diff}(r) \right) dx \right]$$

$$P_{diff}^w = - \ln \left(I_{tot}^w / I_{abs}^w \right) = \int \mu_{diff}(r) dx$$

3.回折スポットの統合

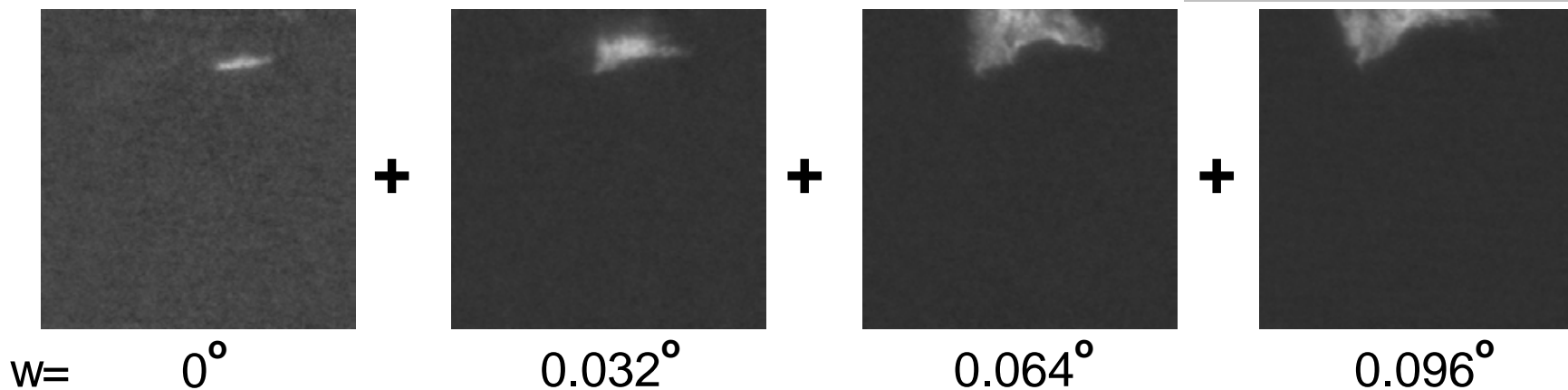


W

透過像上の回折スポット

$$Dw = 0 \sim 0.096^\circ$$

3.回折スポットの統合

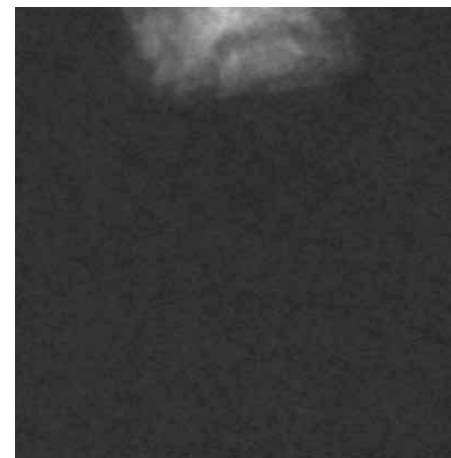


減衰スポット

- | 近い角度で現れる
- | ほぼ同じ位置に現れる

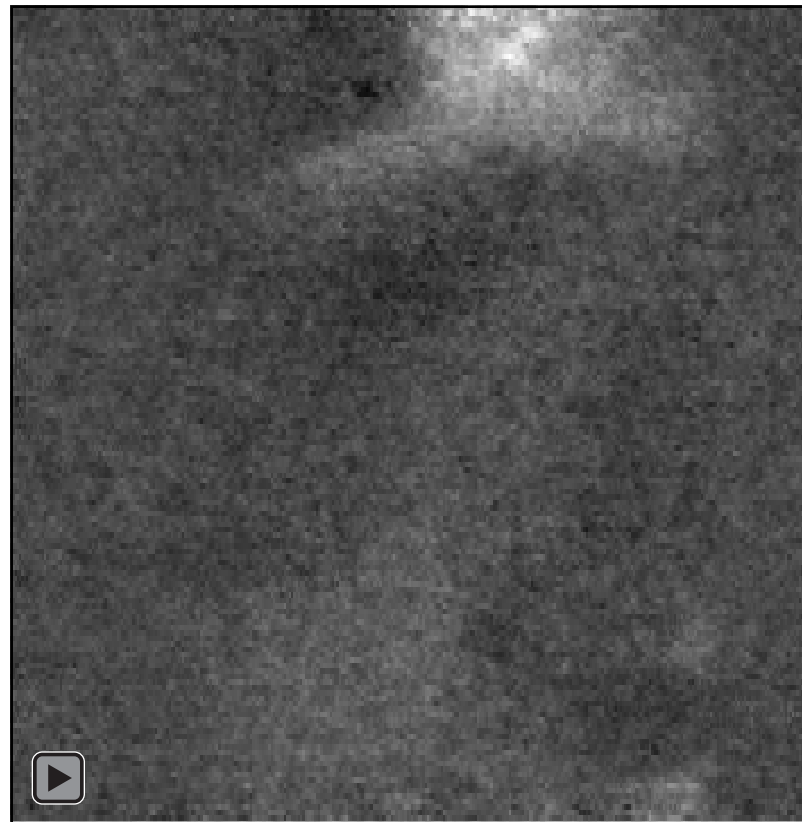
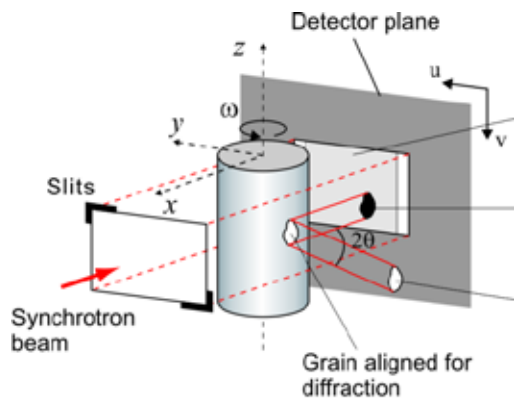
同じ結晶による減衰スポット

=



結晶の回折コントラストイメージ

4. 回折コントラストの分類と並び替え (Spot sorting)



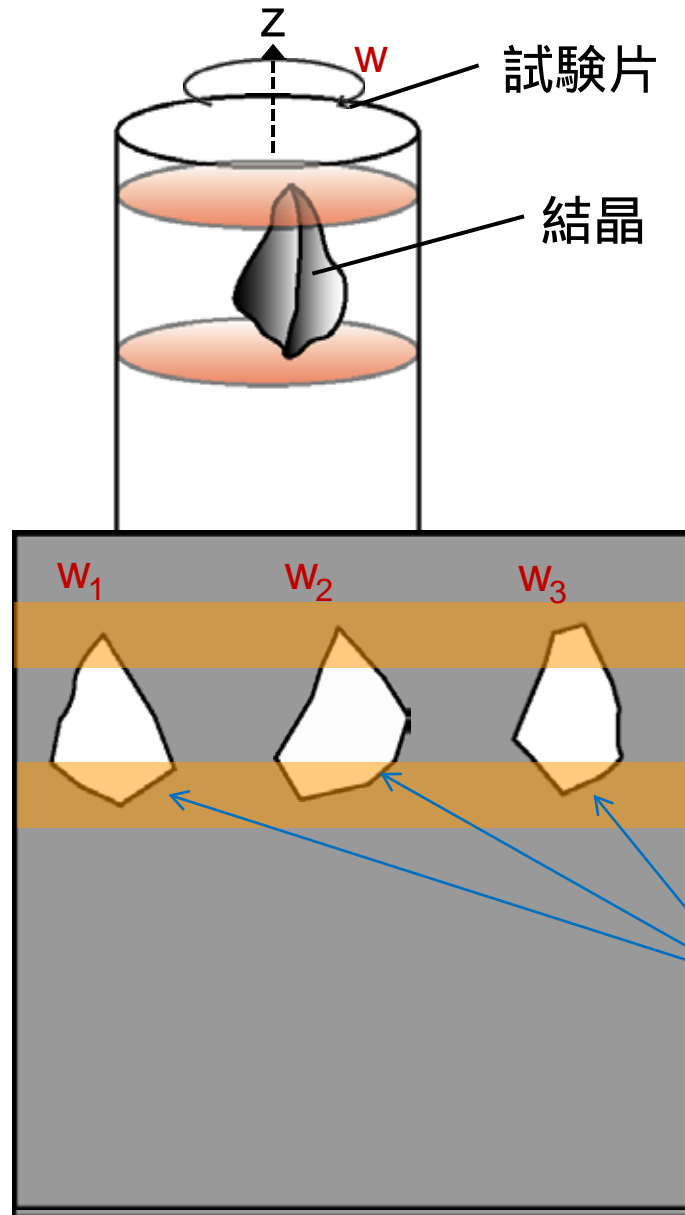
$(0^\circ < \omega < 180^\circ)$

様々な結晶の回折コントラストイメージが交互に現れる。



結晶形状をCTにより再構成するために、
結晶ごとに回折コントラストイメージを分類する。

4. 回折コントラストの分類と並び替え (Spot sorting)



同じ結晶の回折コントラスト像
はほぼ同じ高さを有する

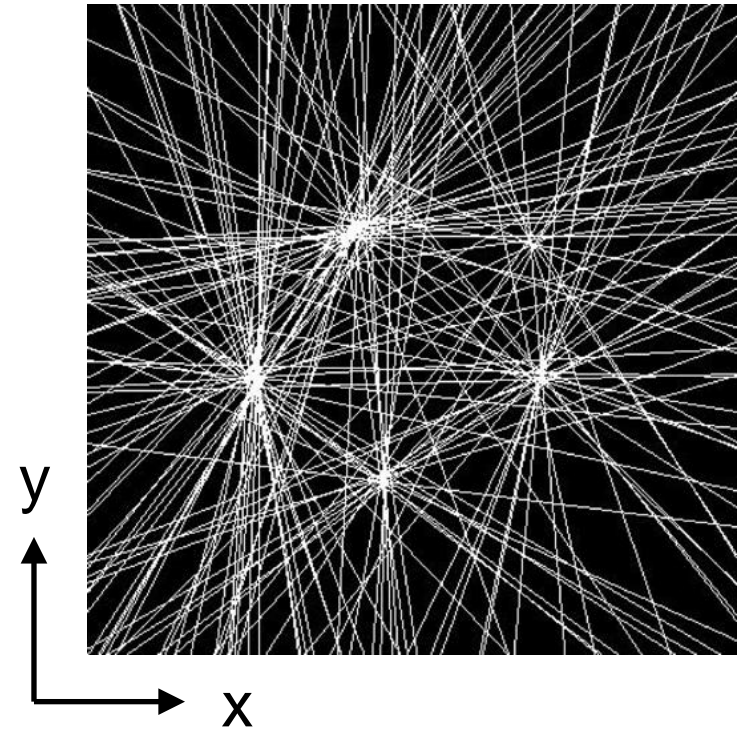
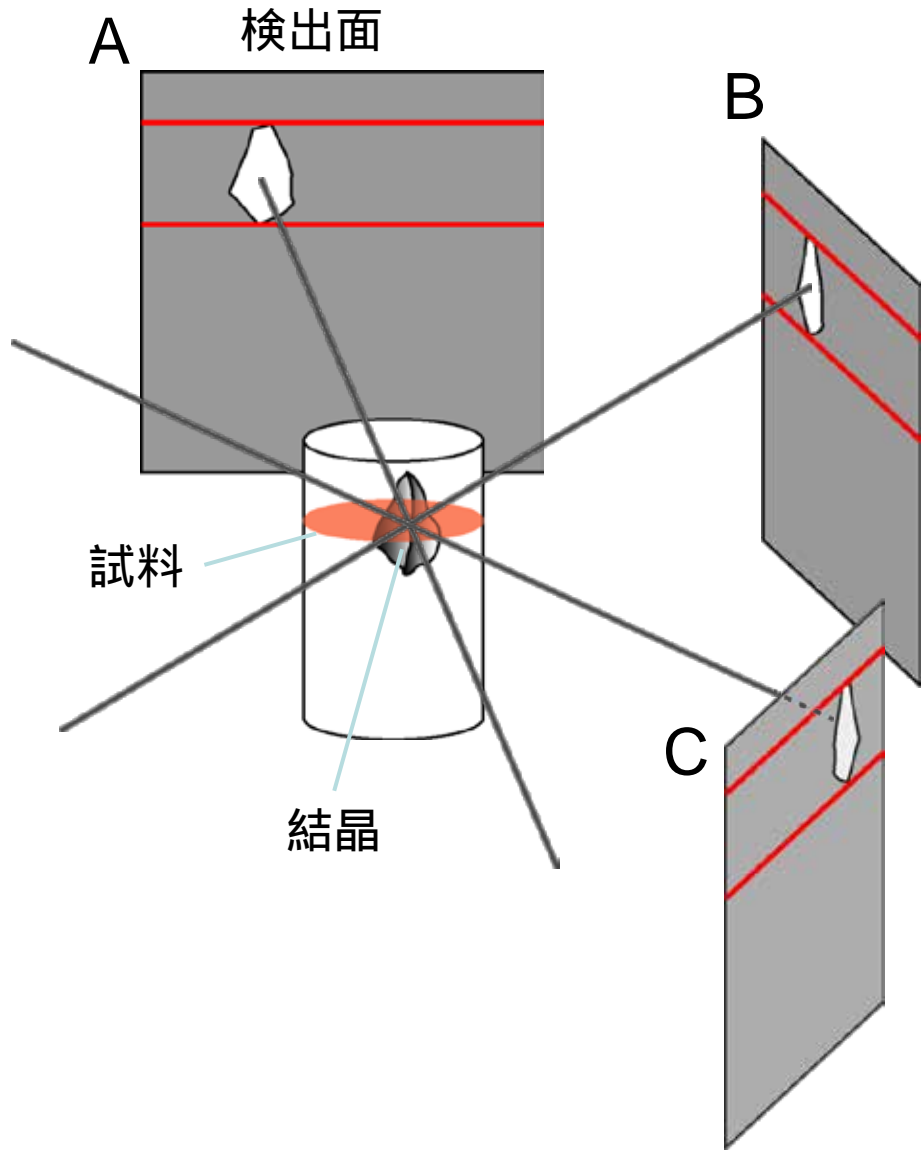


結晶が存在すると考えられる
上端・下端を選択して
フィルタ処理

回折コントラスト像

検出面

4. 回折コントラストの分類と並び替え (Spot sorting)



逆投影図

4.回折コントラストの区分と並び替え (Spot sorting)



Grain Aのみの回折コントラストイメージ

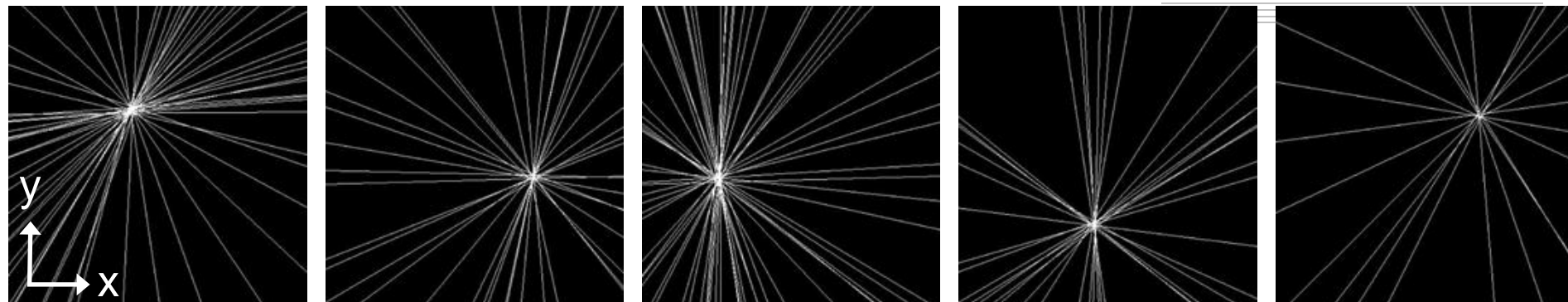
逐次近似画像再構成法

Algebraic reconstruction techniques (ARTs)

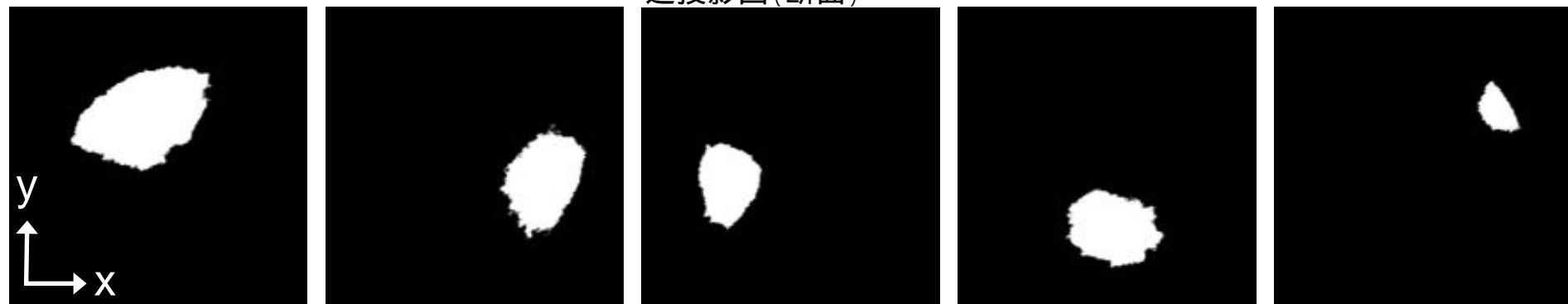


三次元形状の再構成

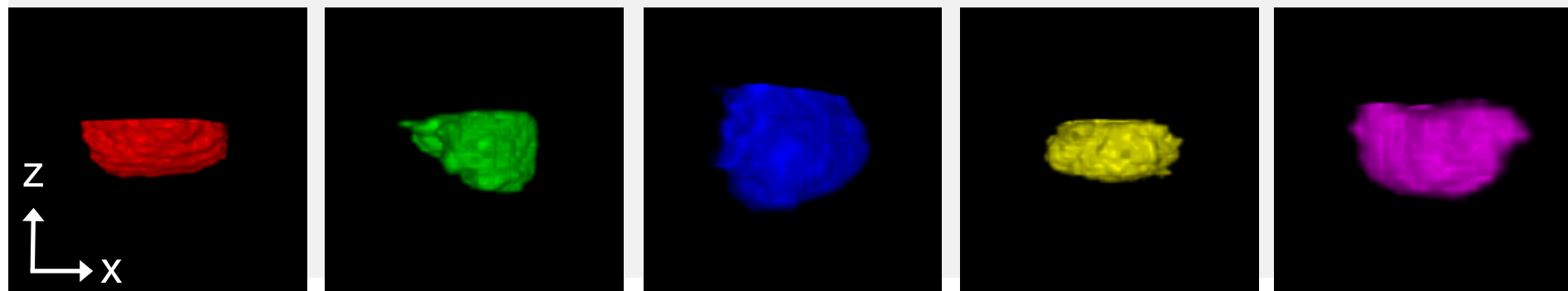
5.再構成形状の再構成



逆投影図(断面)

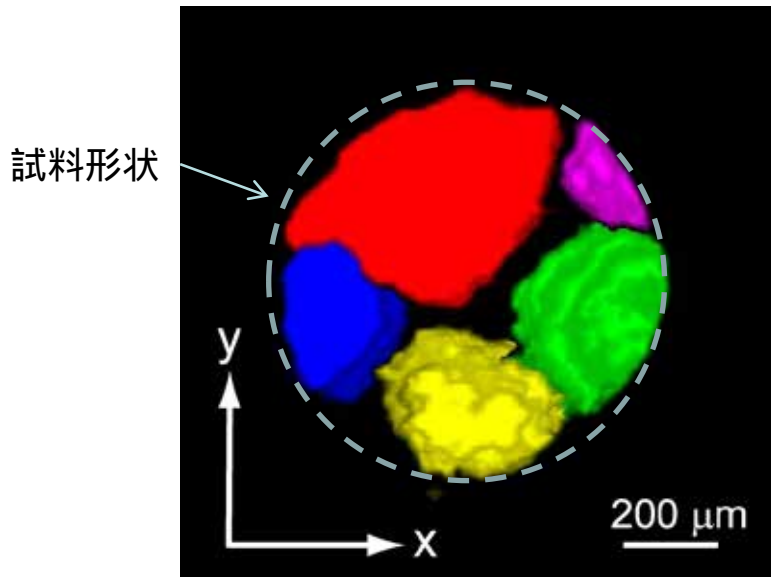


再構成像(断面)

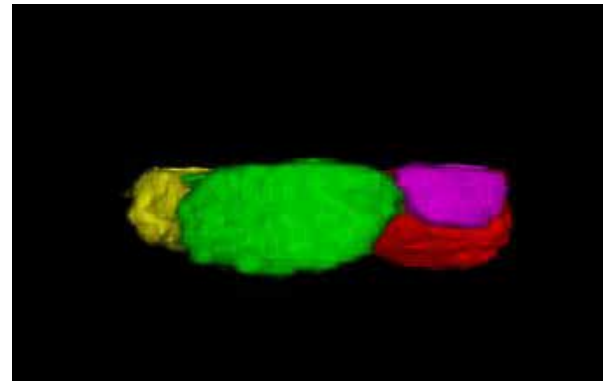
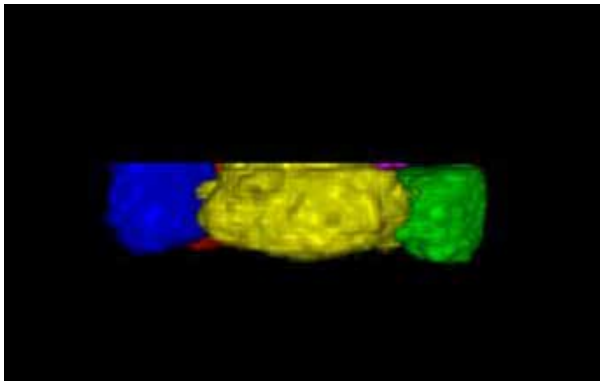


三次元再構成像

結晶マッピング結果



材料: 工業用純アルミニウム
直径0.8mmの線材

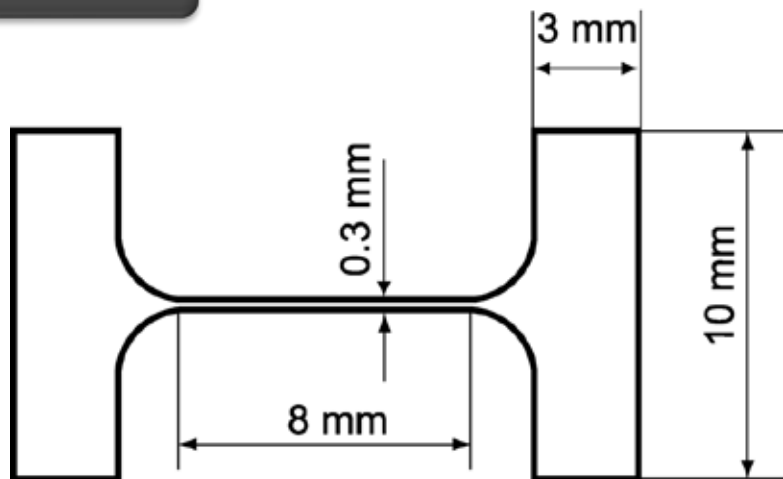




塑性ひずみ評価への検討

試験片及び測定条件

試験片



オーステナイト系ステンレス鋼(SUS304)
厚み: 0.3mm
平均結晶粒径: 85 μ m
0.2%耐力: 255MPa

測定条件

ビームライン	BL19B2
ステップ角	0.05 °
サンプル検出器間距離	20 mm
X線強度	37 keV
露光時間	1.5 s

引張試験装置

引張負荷

$s = 0, 100, 270, 380$ [MPa]

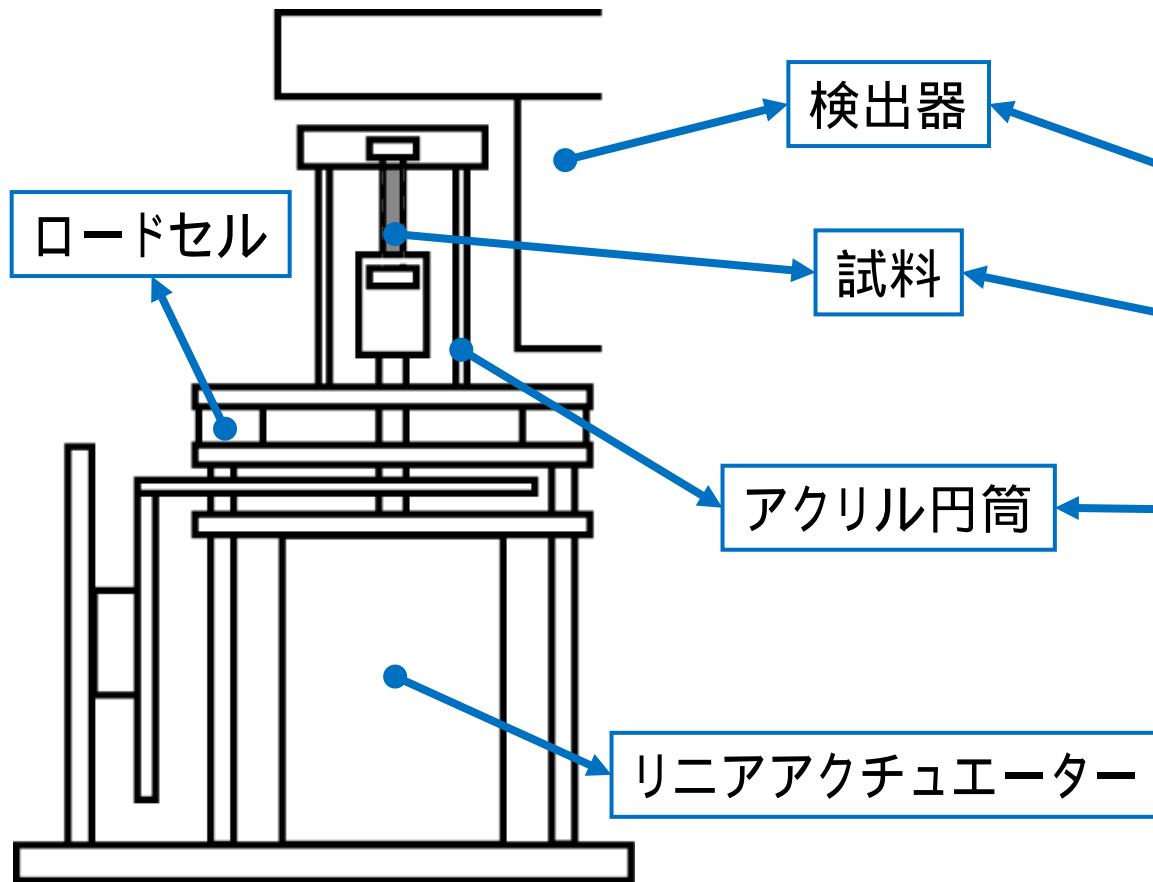


Fig. 試験機概要

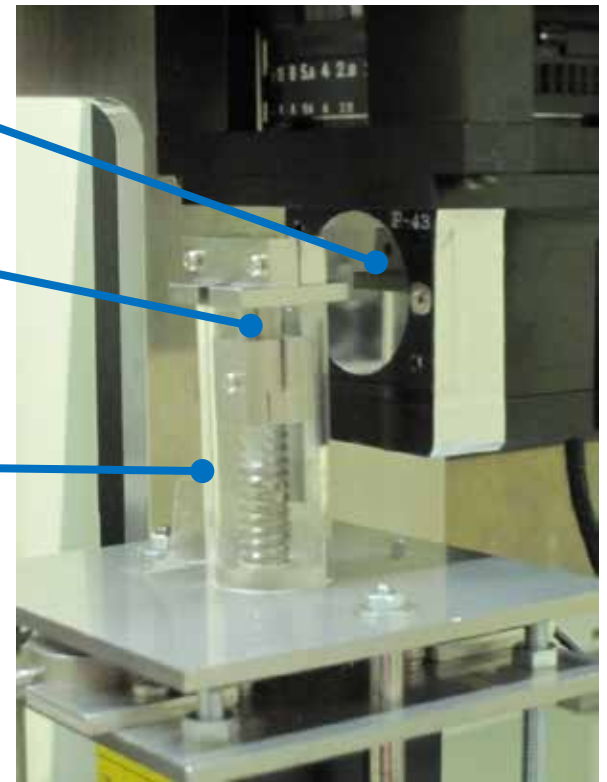
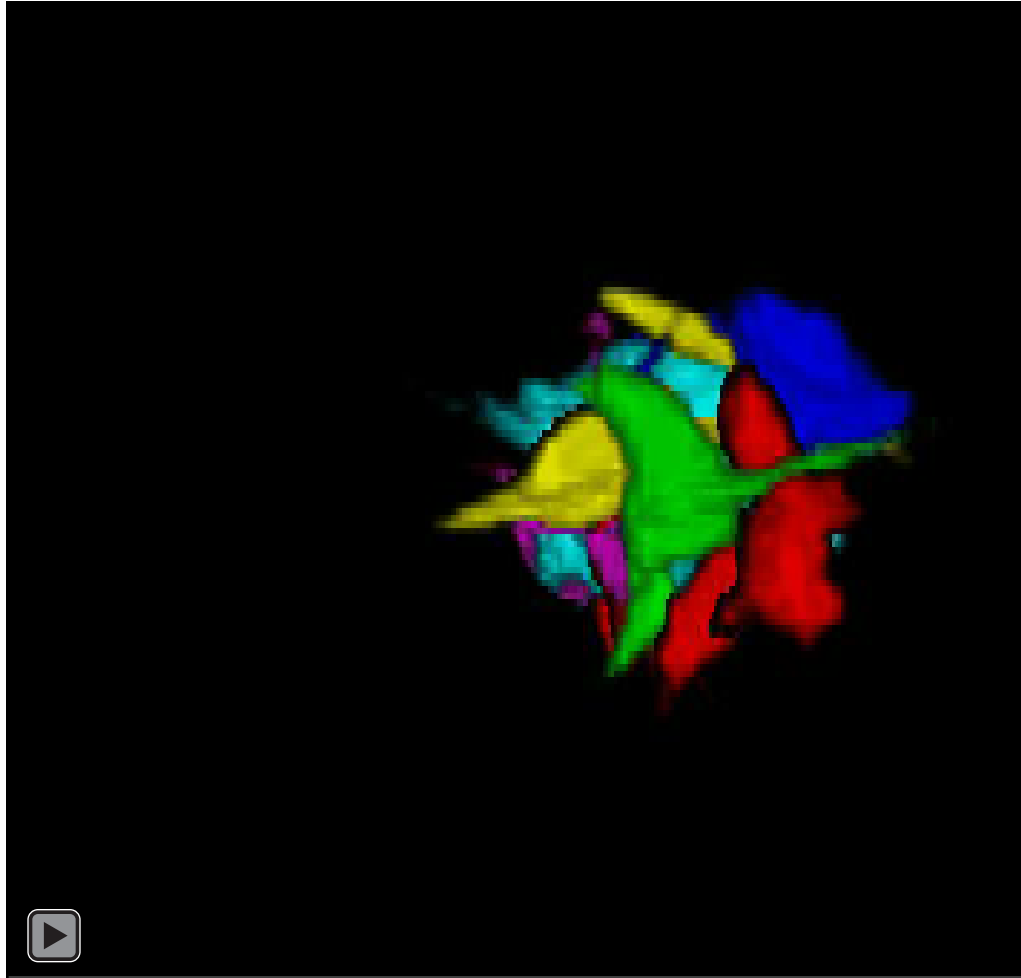


Fig. 試験機写真

三次元再構成結果

再構成結果



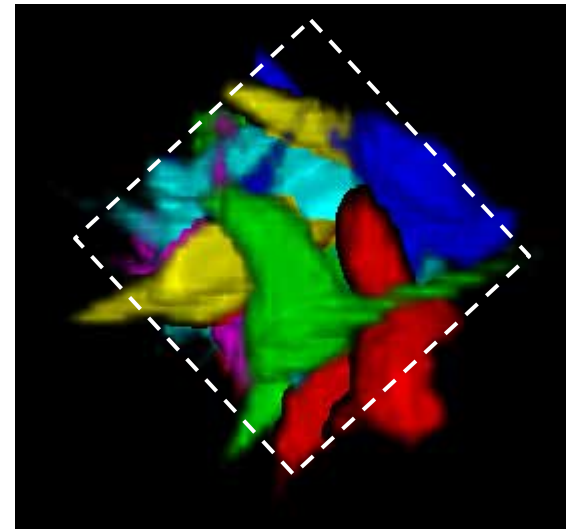
試験片

オーステナイト系ステンレス鋼
(SUS304)

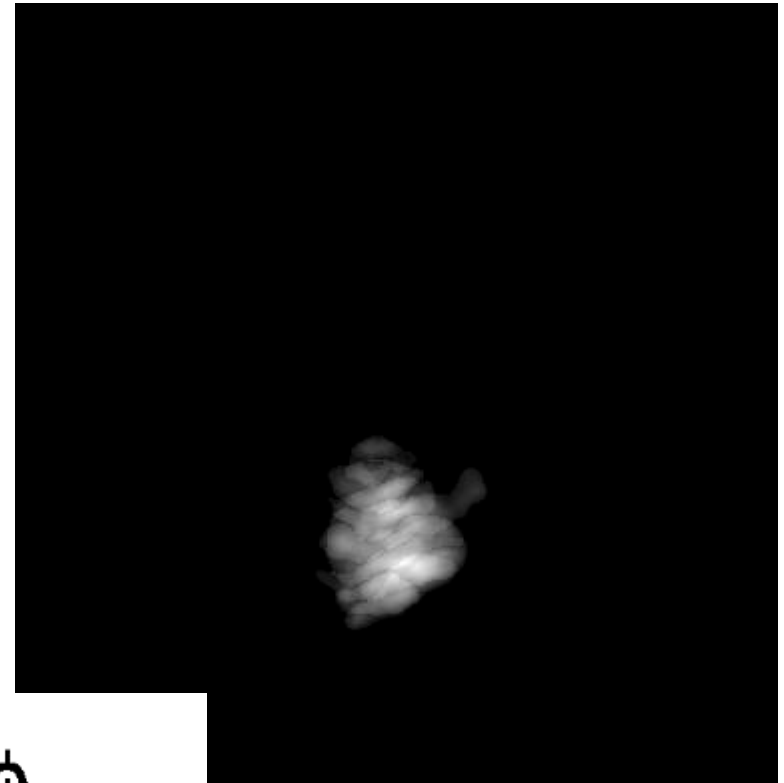
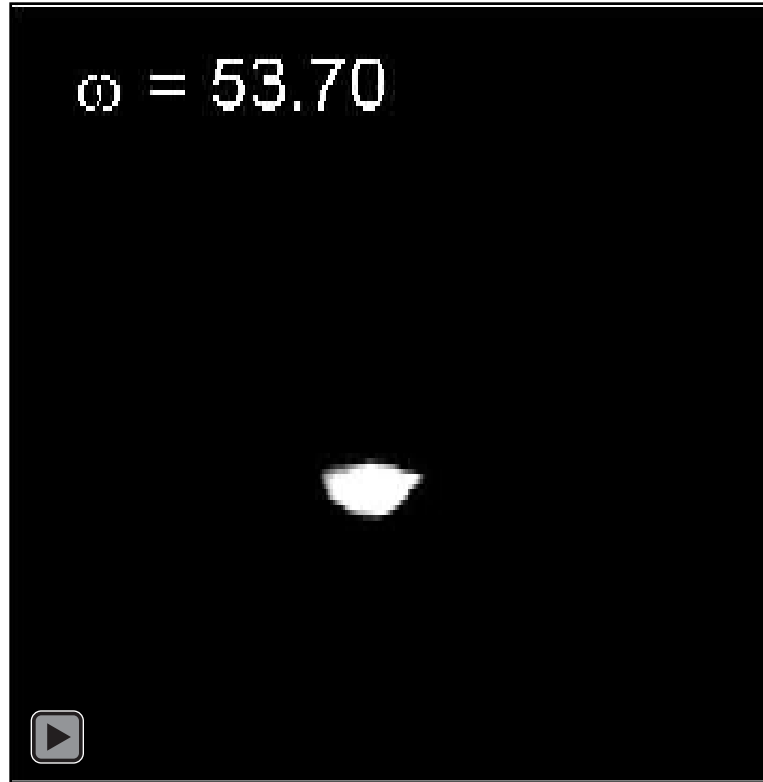
平均結晶粒径: 85 μ m

断面形状: 0.3 × 0.3mm

上面図



回折スポットの出現角度幅 Dw_{diff}

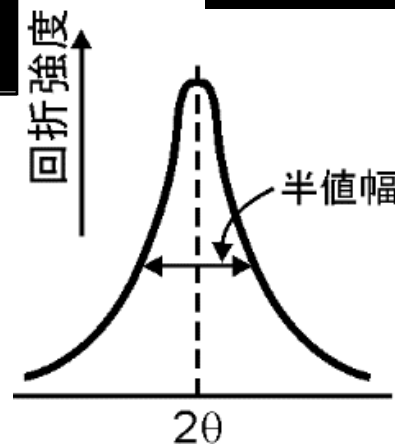


$w = 53.65 \sim 54.00$

回折スポットの出現角度幅



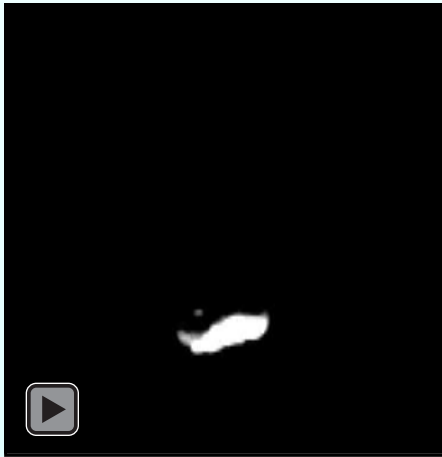
回折強度曲線の半価幅に対応



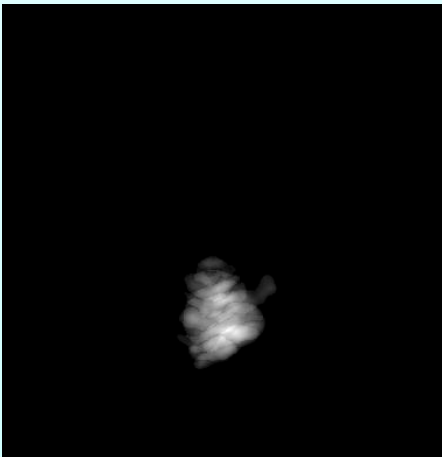
回折コントラスト像

回折スポットの出現角度幅 Dw_{diff} の変化

0MPa



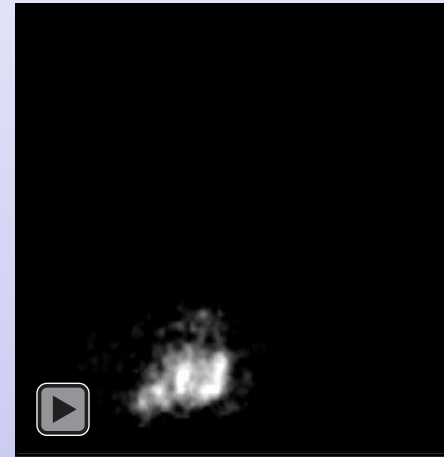
$$Dw_{diff} = 0.4^\circ$$



回折スポットの
出現角度幅 大



380MPa

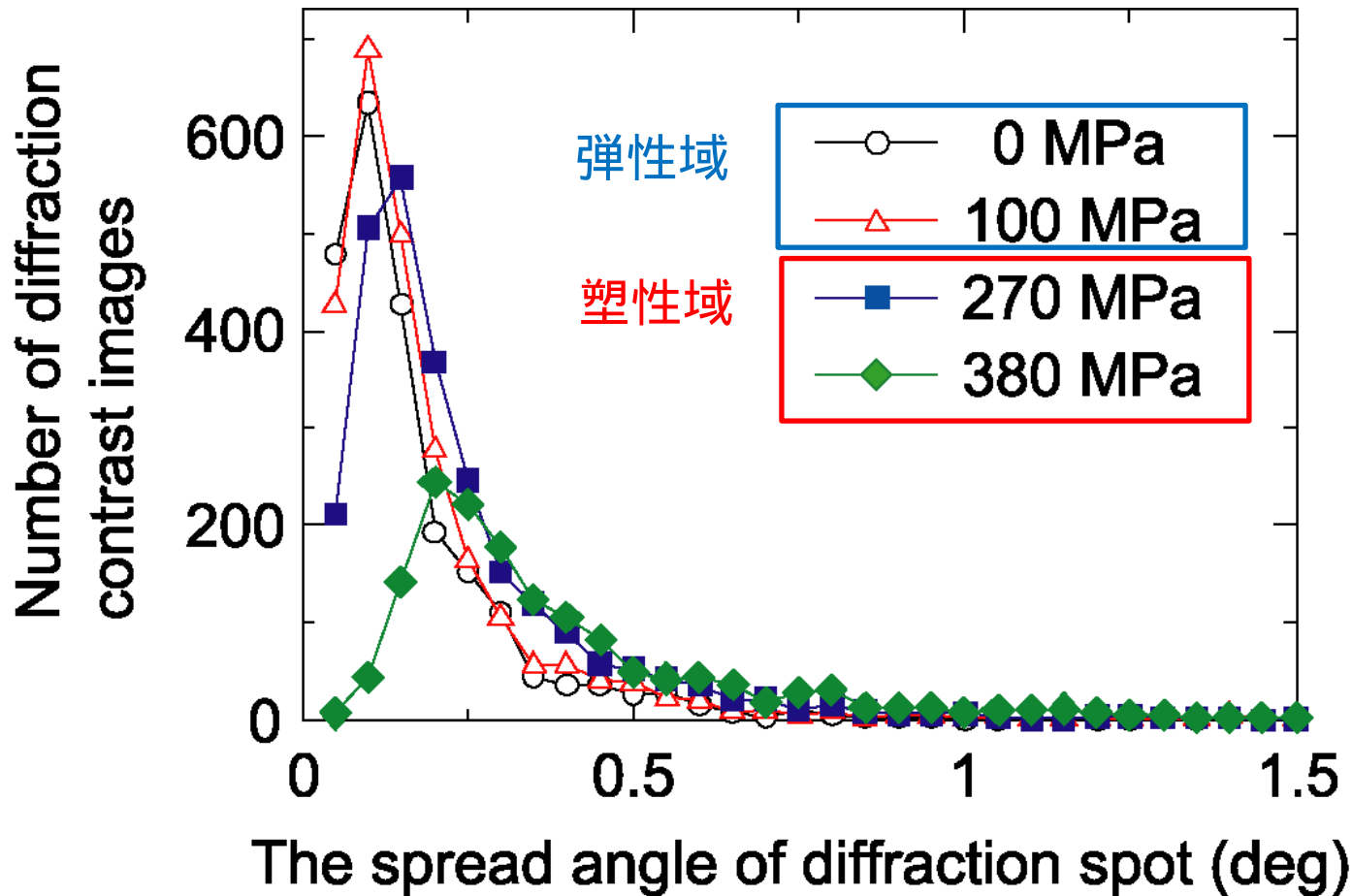


$$Dw_{diff} = 0.95^\circ$$

変化なし



回折スポットの出現角度幅のヒストグラム



0.2 % 耐力
255 MPa

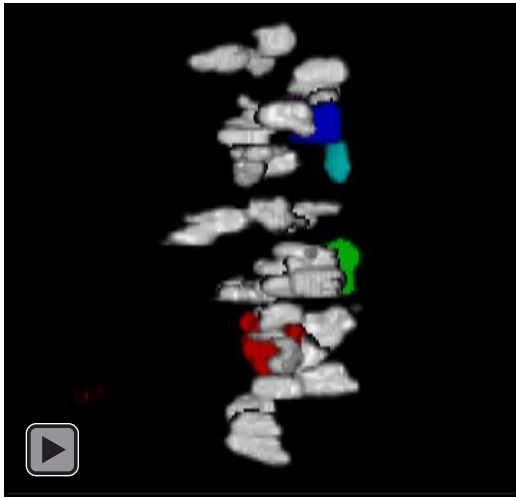
弾性変形

回折角の拡がりに変化なし

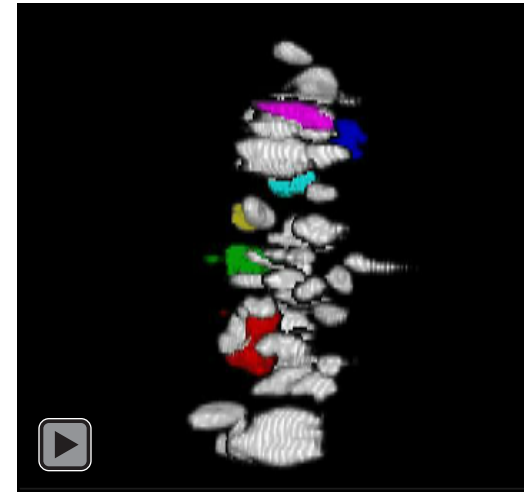
塑性変形

引張負荷が増えるにしたがって
回折角の拡がりも大きくなる

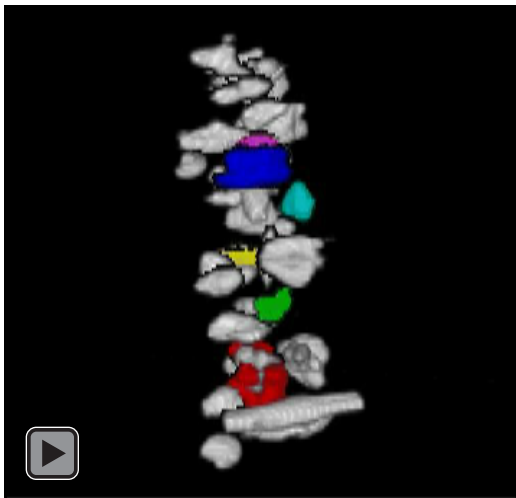
各引張応力における三次元再構成結果



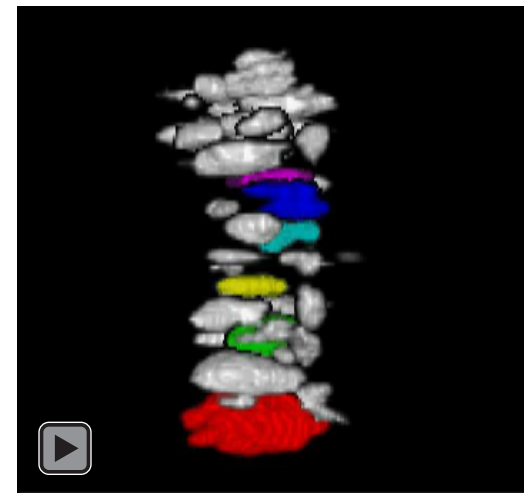
0MPa



100MPa

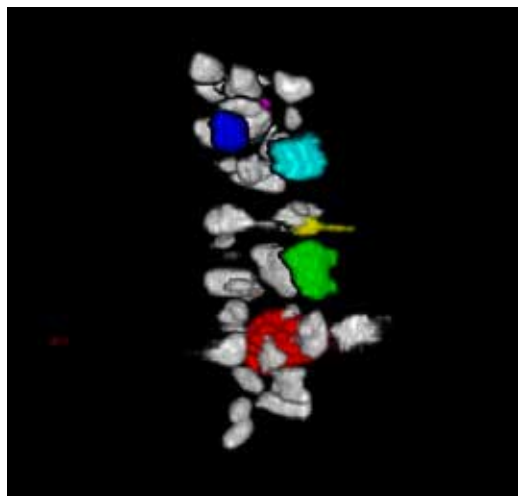


270MPa

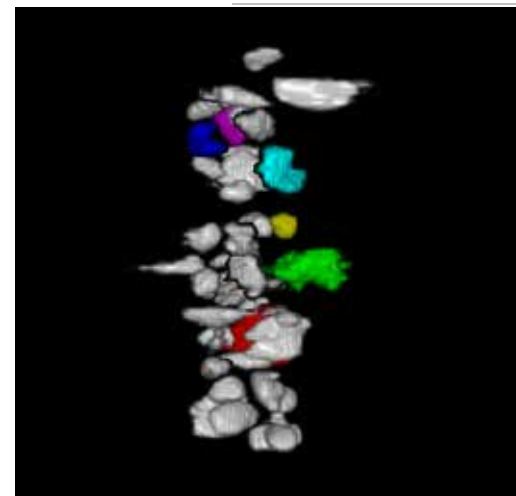


380MPa

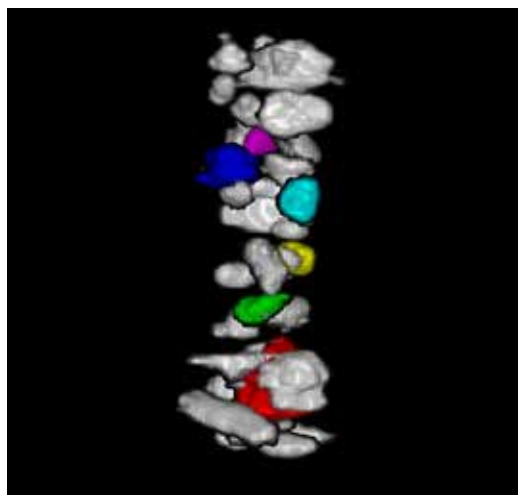
各引張応力における三次元再構成結果



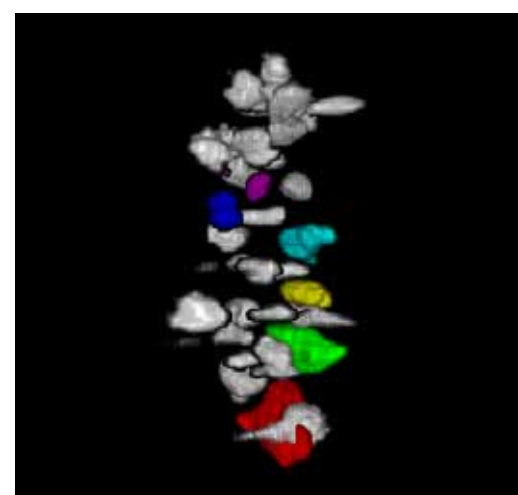
0MPa



100MPa

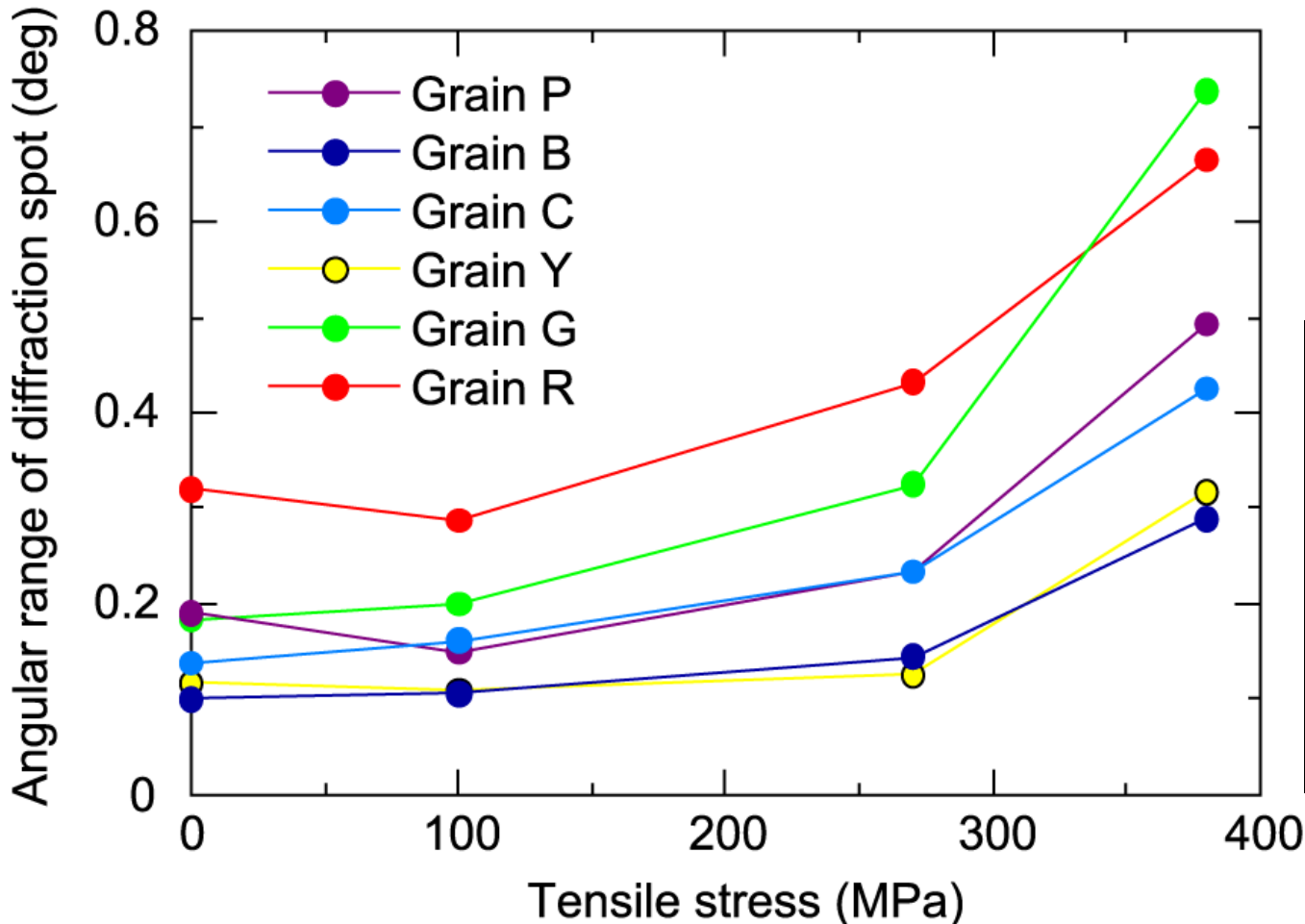


270MPa

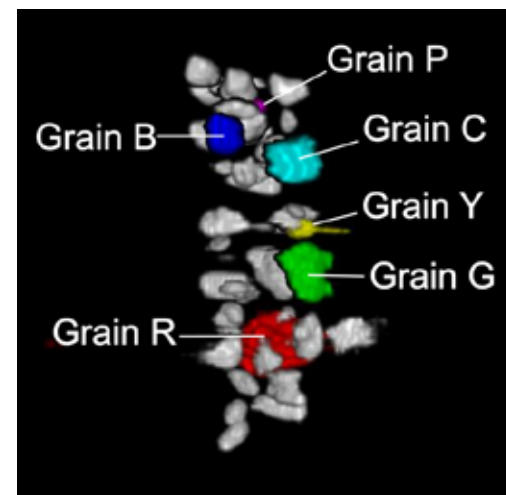


380MPa

各結晶における回折スポットの出現角度幅



0.2%耐力
255MPa



個々の結晶の回折スポットの出現角度幅の変化の解析が可能

→ 個々の結晶の転位密度や塑性ひずみを推定できる可能性

結 言

- SPring-8において回折コントラストイメージを撮影する実験を行い、回折コントラスト撮影の測定条件を調べた。
- 画像処理スキームを構築し、工業用純アルミニウムおよびSUS304鋼において結晶3Dマッピングが可能であることが分かった。
- 回折コントラストの画像処理の結果、結晶形状および格子面の湾曲などといった結晶構造に関する情報を得ることができることが明らかとなった。回折スポットの出現角度などを利用して変形や欠陥など構造評価が可能となることが期待される。
- 引張負荷を与えた場合の連続観察を行った結果、結晶ごとに組織観察および評価が可能であることが明らかとなった。