

## 回折コントラストイメージを用いた結晶 3D マッピング法の開発 Development of crystal structure three-dimensional mapping by Diffraction Contrast Image

中井 善一<sup>a</sup>, 塩澤 大輝<sup>a</sup>  
Yoshikazu Nakai<sup>a</sup>, Daiki Shiozawa<sup>a</sup>

<sup>a</sup>神戸大学大学院工学研究科  
<sup>a</sup>Kobe University.

本研究は、回折コントラストを用いた結晶 3D マッピング法を開発することを目的とした。本手法では、Bragg の回折条件を満たした場合に、回折像と回折によって減衰した透過像が現れ、これらを用いて結晶粒形状および結晶方位を評価することが可能となる。これまでに Al および Fe について、回折コントラストを得るための測定装置構成、エネルギーなどの条件を検討し、BL19B2 のイメージング用の測定装置で回折コントラストの測定が可能であることを明らかにした。本課題実験では、画像解析スキームを構築することともに、解析結果をもとに回折コントラスト撮影法の改善について検討を行った。その結果、結晶粒の回折コントラスト像を詳細に取得でき、さらに効率的に回折コントラストを抽出および分類することが可能となった。また再構成結果から本解析スキームにより結晶粒の位置および寸法を評価できることが明らかとなった。

キーワード： Diffraction contrast image, 3D grain mapping, Steel, Crystal structure analysis

### 背景と研究目的：

老朽化が進む火力発電プラント等の高温機器においてクリープ損傷を精度良く評価・解析する手法が必要とされている。クリープ損傷を評価する手法としては、実機から採取したサンプルの金属組織観察や電子顕微鏡、透過型電子顕微鏡によるボイドの空孔率や転位密度、結晶方位差を用いた組織観察法が提案されている。近年、回折コントラストを用いて結晶粒の形状および方位を解析する手法が研究・開発されている[1]。高い平行性を有する放射光では回折条件を満たした結晶において X 線の回折が生じることにより、透過 X 線イメージ中に回折スポット像が現れる。この回折スポットの形状から結晶粒の形状を、回折方向から結晶の方位を同定する。本手法によれば結晶粒の形状および方位を非破壊的かつ三次元的に解析することが可能となる。本研究では、回折コントラストを用いた結晶 3D マッピング法を開発し、クリープ損傷や疲労損傷へ適用することを試みる。2009B 期課題実験では結晶 3D マッピング法を開発するにあたって回折コントラストを得るための測定装置構成、X 線エネルギーなどの基礎的条件について検討を行い、SPring-8 のビームラインにおいて回折コントラストイメージを得ることが可能であり、結晶組織に関する種々の情報を得られることが分かった。本課題実験では、回折コントラストイメージを取得する撮影手法の改善および結晶 3D マッピング法の解析スキームの構築に関する検討を行った。

### 実験：

測定材料の受入材は厚さ 1.0mm のアルミニウム合金 A1050 の板材および厚さ 0.3mm のオーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 の板材である。SUS304 鋼では測定部断面が 0.3mm×0.3mm、A1050 では断面形状が 1.0mm×1.0mm となるように測定サンプルをそれぞれ切り出した。この測定サンプルについて残留ひずみの除去と結晶粒の粗大化を目的として SUS304 鋼では 1050℃で 30 分保持後炉冷を行う熱処理を行った。また A1050 では 450℃1 時間保持後炉冷を行う焼き鈍し処理を行った。熱処理後の平均結晶粒径は、SUS304 鋼で 85μm、A1050 で 600μm であった。

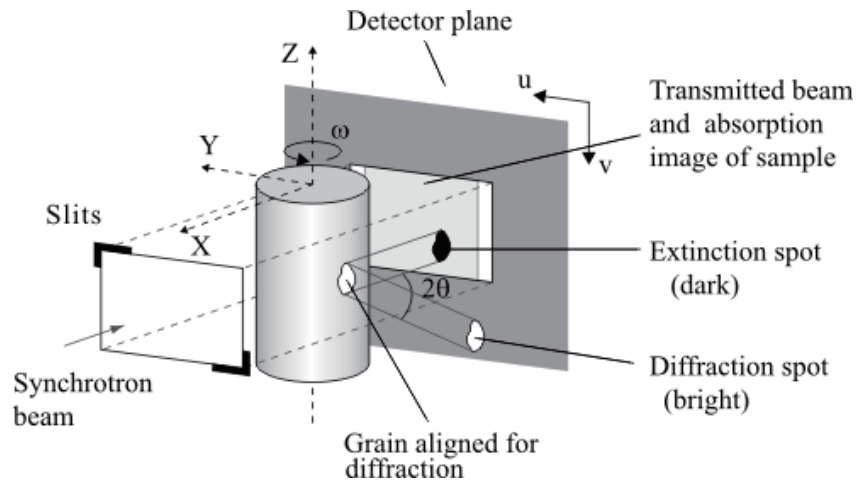


図 1. 回折コントラストの原理

回折コントラストの測定システムの概要を図 1 に示す. Bragg の回折条件を満たす結晶粒の場合, 回折角の方向に結晶粒の投影像が現れ, 結晶の後ろの検出面における透過像には結晶粒の投影形状をした暗い領域 (減衰スポット) が観察される. 試料に対して種々の方向から X 線を入射すると, 各結晶粒に対して回折条件を満たす場合が多数存在する. 回折条件を満たした場合の像を抽出して, 三次元像を再構成すると, 結晶粒の形状を三次元的に同定することができる. これらの回折像と減衰した透過像から結晶形状を 3D イメージングから得るとともに, X 線の回折条件から結晶方位も同定する. この回折コントラストは通常の CT イメージングを行う装置構成で測定することができる. 回折コントラストの測定は BL19B2 ビームラインで行った. 検出器にはビームモニター BM2 と CCD カメラ C4880-41S の組み合わせを用いた. この検出器における有効ピクセルサイズは  $2.8\mu\text{m}$  である. 回折コントラストを得る装置構成としては, サンプルの前に幅  $1.2\text{mm}$ , 高さ  $1.2\text{mm}$  のスリットを設置した. スリットの外側の X 線を遮断することで, スリット外側に現れる回折像を検出しやすくする.

測定条件としては, サンプル-カメラ間の距離  $L$  を  $10\text{mm}$  および  $20\text{mm}$ , X 線のエネルギー  $E$  を Al1050 に対しては  $28\text{keV}$ , SUS304 に対しては  $37\text{keV}$  とした. 撮影方法としては, サンプルを  $0^\circ$  から  $180^\circ$  まで  $0.032^\circ$  刻みの回転と撮影を交互に繰り返すステップ撮影と,  $0.032^\circ$  回転させながら露光する連続撮影の 2 種類の撮影方法を適用し比較を試みた.

### 結果および考察:

サンプル材料を SUS304 鋼, サンプル-カメラ間距離  $L=10\text{mm}$ , エネルギー  $E=28\text{keV}$  とした場合の測定結果の一例を図 2 に示す. 図 2 は透過像から背景像を除去することにより減衰スポットを抽出した結果である. 図中では撮影時の明暗度が反転しており, 暗く現れる減衰スポットは明るく現れている.

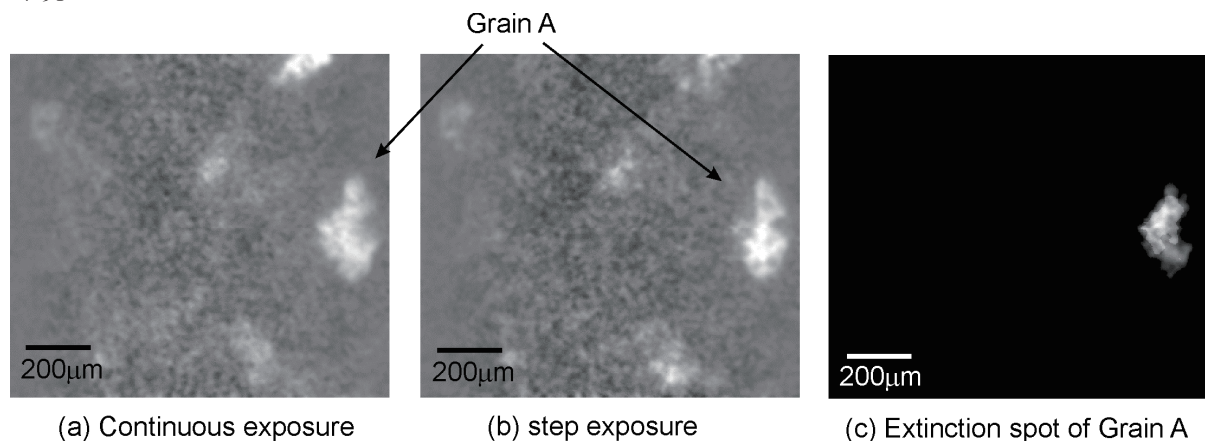


図 2. 連続撮影とステップ撮影の比較および回折スポットの抽出

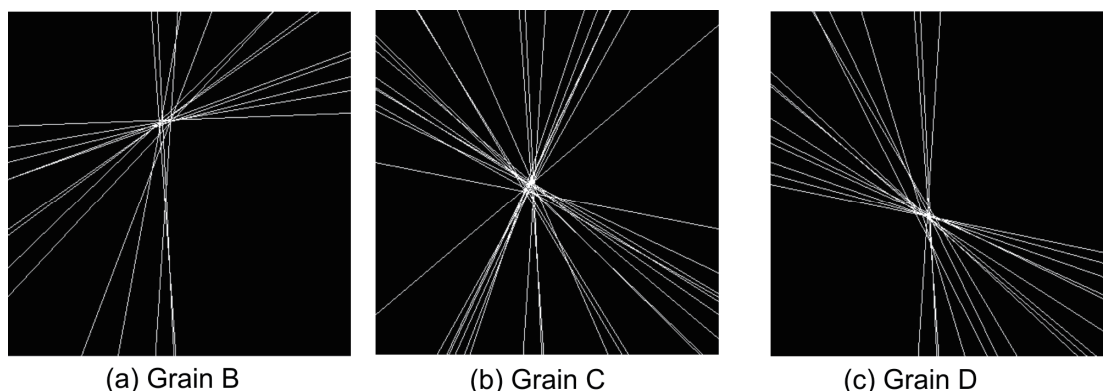


図 3. Back projection による回折スポットの分類

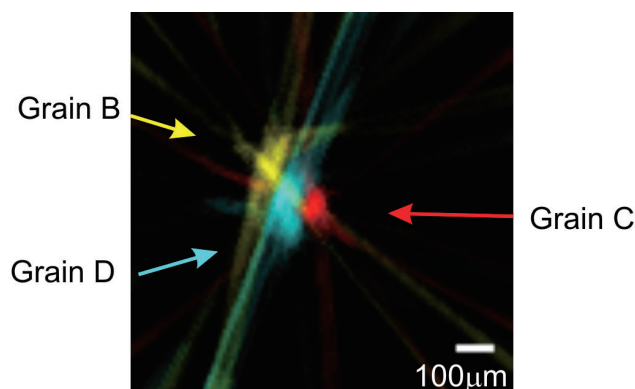


図 4. SUS304 鋼の結晶分布の断面図

図 2(a)では連続撮影で得られた画像を、図 2(b)ではステップ撮影で得られたものをそれぞれ示している。図 2 より連続撮影で得られた減衰スポット像(a)はステップ撮影で得られた(b)よりも面積が大きいことが分かる。これは、回折が生じる角度に拡がりが見られるため、連続撮影では回転角の間に現れる減衰スポットも回転中の露光により得られていることが考えられる。一方で減衰スポットの強度はステップ撮影の方が高く得られているところもあった。これは、ステップ撮影では回折が強く生じている入射角において回折の影響をより長時間取り込むことができているものと考えられる。次に減衰スポット像からモルフォロジー再構成によりある一定の面積を有する粒子を抽出し、この領域をマスクとして元の透過像から減衰スポットのみを得た。結晶の減衰スポットを抽出した結果の一例を図 2(c)に示している。図 2(c)より、同時に多数の回折コントラストが生じている画像から特定の結晶粒に起因する回折コントラストのみを得られることが分かる。

結晶の三次元形状を得るために、透過像群から回折に起因した結晶の減衰スポットを取り出し、これらの減衰スポットに対して画像再構成を行う。回折に起因した結晶の減衰スポットを選ぶために、断面上の X 線逆投影図を作成する手法を適用した。この手法では減衰スポット像の重心の位置からサンプル断面上に X 線経路を逆投影する。ある断面における逆投影図を得た結果を図 3 に示す。図 3 より、X 線経路が集中する箇所が存在していることが分かる。この逆投影図において X 線が集中して通過する位置に結晶が存在すると考えることができるため、図 3 に示したように特定の位置を通過する減衰スポットごとに透過像を仕分けした。この仕分けされた減衰スポット像群をもとに ART(Algebraic reconstruction techniques)法を用いて結晶断面像を再構成した。図 3 に示した、3 つの結晶に対する減衰スポット像群から得られた結晶マッピング再構成結果を図 4 に示す。図 4 より 3 つの結晶が重なることなく、逆投影図により得られた位置とほぼ近い位置において結晶粒が再構成されていることが分かる。今回の再構成結果では結晶粒界は不鮮明となっているが結晶の大きさをそれぞれ評価することが可能である。次に Al 材について得られた 3 次元結晶形状の例を図 5 に示す。図 4 に示したような断面ごとの画像再構成を高さ方向に積み重ねることによって図 5 のような 3 次元形状を得た。図 5 の結晶粒の上部は撮影画面により切り取られたための形状である。図 5 に示したように、結晶の 3 次元形状が得られた。このように回折コン

トラストイメーに画像処理解析を適用することにより，結晶粒の大きさおよび位置を推定できることが分かった。

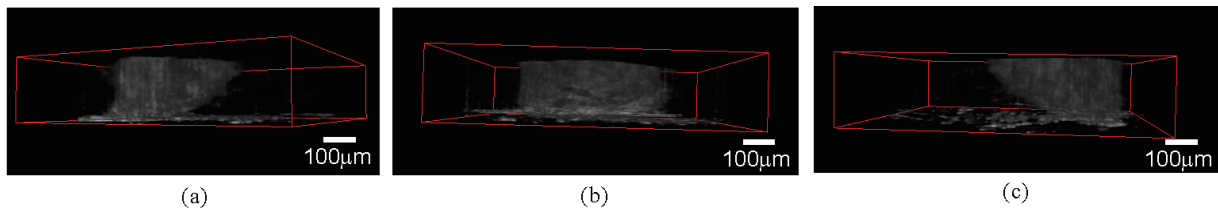


図 5. アルミニウムの結晶粒の 3 次元形状

#### 今後の課題：

本課題実験では回折コントラスト像を取得する撮影法について検討を行った。また画像解析スキームを構築し，得られた回折コントラスト像を回折に起因した結晶粒ごとに抽出・分類した。この画像解析により，結晶粒の位置および寸法を評価できることが分かった。今後，画像コントラストの向上や画像処理の適切化などを行うことにより，さらに結晶粒形状の同定精度の向上におよび結晶粒数の向上について検討する予定である。また，EBSD (Electron Back Scatter Diffraction Patterns) 法による結晶組織観察結果との比較を行う予定である。

#### 謝辞：

本実験は，財団法人関西エネルギー・リサイクル科学研究振興財団の研究助成（若手奨励研究）および科学研究費補助金（若手 B，課題番号 22760078）の支援を受けて行われた。記して謝意を表す。

#### 参考文献：

- [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).