

2018A1737

BL46XU

単色 X 線を用いた回折コントラストイメージングのための
Feasibility Study
Feasibility Study for Diffraction Contrast Imaging by
Mono-chromatic X-ray

谷山 明^a, 村尾 玲子^a, 西原 克浩^a, 梶原 堅太郎^b
Akira Taniyama^a, Reiko Murao^a, Katsuhiko Nishihara^a, Kentaro Kajiwara^b

^a 日本製鉄株式会社, ^b 高輝度光科学研究センター

^a Nippon Steel Corporation, ^b Japan Synchrotron Radiation Research Institute

SPring-8 の共用ビームラインにおいて回折コントラストトモグラフィー (Diffraction Contrast Tomography, DCT) 測定を実現することを目的に、DCT 測定に必要な試料条件や測定条件を把握するための Feasibility Study を実施した。試料には極低碳素鋼とステンレス鋼を用いた。測定試料をゴニオメーター上に配置し、回転軸を中心に 0.1°ステップで試料を回転させながら 37 keV の X 線を用いて回折斑点を取得した。試料回転角度に対応した回折斑点の測定に成功し、10 μm 程度の大きさの結晶粒から結晶粒の形状を反映した回折斑点が得られることを確認した。

キーワード : Diffraction Contrast Tomography, 3D grain and orientation mapping, Crystal structure analysis

背景と研究目的 :

鉄鋼材料は社会基盤を支える基幹構造材料として用いられている。鉄鋼材料の高性能化、特に、機械的特性向上に直接関与する「内部組織」の設計・制御に対する要求は益々高まり、同時に内部組織の評価手法についても高度化が求められている。鉄鋼材料の内部組織の評価では、金属結晶の結晶粒形状、サイズ、結晶方位や、同じ結晶構造を有する結晶粒が集まった結晶相の形状を取得する必要がある。これらの情報を取得する方法として、顕微鏡観察や後方散乱電子回折(EBSD)を用いた方位解析による 2 次元情報の取得が従来から行われてきており、最近ではそれらの連続断面像の 3 次元再構成や X 線トモグラフィーを用いた 3 次元情報取得技術の開発が行われている[1]。特に、材料中の結晶粒成長挙動や加工時の変形挙動を把握するためには、熱処理前後、加工前後での 3 次元的な内部組織変化の比較が必要であり、試料を破壊することなく非破壊で観察・解析することが必要となる。

高輝度かつ透過性に優れた X 線を用いることができる放射光 X 線トモグラフィーは、鉄鋼材料の 3 次元的な内部組織変化の非破壊解析手法として最適であると考えられる。すでに、SPring-8 においても、吸収コントラストや、位相コントラストを用いた測定が共用ビームラインにおいて行われてきており、Al 合金の加工変形に伴う結晶粒の変形挙動の解析に適用されている[2]。また、最近では、鋼材への適用も始められている[3]。吸収コントラストや、位相コントラストを用いた測定法では金属結晶の結晶粒形状や結晶相の形状を把握することは可能であるが、結晶方位の情報を得ることができないため、金属材料の結晶粒成長挙動や加工時の変形挙動の解析には不十分な点が多い。一方、海外の放射光施設である欧州放射光施設(ESRF)や米国 APS では、共用ビームラインにおいて、回折コントラストトモグラフィー(Diffraction Contrast Tomography, DCT)や Differential Aperture X-ray Microscopy (DAXM)を用いて、結晶粒形状のみならず結晶方位についても 3 次元情報を取得できる状況にある[4, 5]。SPring-8 においても、BL46XU において DCT を用いた金属結晶粒の 3 次元可視化が行われ、加工に伴う結晶粒形状の変化の測定が行われている[6, 7]。しかしながら、各結晶粒に対する結晶方位情報の解析は行われていない。また、BL33XU (豊田ビームライン) において、3D-XRD を用いた 3D 結晶方位が行われているが[8, 9]、専用ビームラインでの実施であるため、共用ビームラインを利用した課題への適用は難しい。

本研究では、鉄鋼材料の強度発現機構や加工特性の解釈に資する内部組織の 3 次元的変化を把握できる測定手法の開発と実用鋼材への適用を目的とし、SPring-8 の共用ビームラインにおいて DCT 測定を実現するために必要な試料条件や測定条件の取得のための Feasibility Study を実施した。

実験：

試料には 850°C で 10 分加熱後に徐冷された極低炭素鋼 (bcc 構造) と、80% 圧延後 1100°C で 30 分加熱後に水冷されたステンレス鋼 (fcc 構造) を用いた。DCT 測定は BL46XU で行った。入射 X 線のエネルギーは 37 keV とした。約 0.3 mm 直径に成形された針状の測定試料を試料ステージ上に配置し、4 象限スリットを用いて成形された 0.4 mm 幅×0.4 mm 高さの X 線ビームを照射した。回転軸を中心に 0.1° ステップで試料を回転させながら 0° から 360° の回転角範囲で、試料中の結晶粒による回折 X 線 (回折斑点) を記録した。透過像と回折スポットの記録には、試料の後方に配置された X 線カメラ (ビームラインに常設されている X 線イメージング用 CMOS カメラ: Hamamatsu Photonics ORCA-Flash4.0 とイメージングユニット AA50 を組み合わせたもの) を用いた。X 線カメラの実効的なピクセルサイズは約 1 μm であった。試料と X 線カメラの間の距離は 2 mm ~ 3 mm の間で調整した。

結果および考察：

極低炭素鋼の試料を用いて得られた全ての回折斑点について、回折像面内での各回折斑点の回折角度 (Diffraction angle) と、回折図形の中心を通る水平軸からの回転角度 (Azimuth angle) の関係を整理した結果を Fig. 1(a) に示す。Azimuth angle は Fig. 1(b) のように水平軸から時計回りに正の値、反時計回りに負の値とした。試料と検出器の間の距離とカメラ倍率を適切に設定することにより、Azimuth angle の全範囲で 110 から 222 までの回折指数に相当する回折斑点を取得することができ、それらの回折斑点に対して面指数を決定することができた。また、検出器の大きさの制限により一部の Azimuth angle 範囲でデータが欠落しているが、321 回折斑点も取得できている。Fig. 2 に示されているように、取得される回折斑点の形状は異方性を有しており、試料内の結晶粒の形状を反映していた。測定された回折像の画素サイズは 1 ピクセル当たり約 1 μm であり、10 μm から 100 μm 程度の大きさの結晶粒からの回折斑点であれば、十分に結晶粒の形状を反映する回折斑点像を取得できることがわかった。

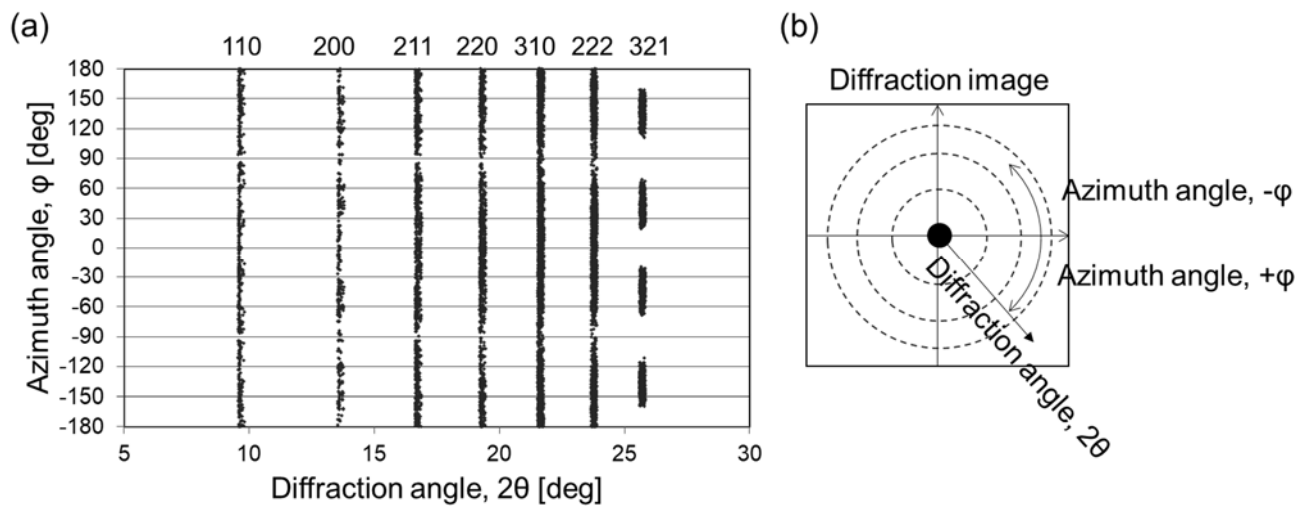


Fig. 1 DCT 測定により得られた回折斑点を回折角度と回折中心からの回転角度で整理した結果

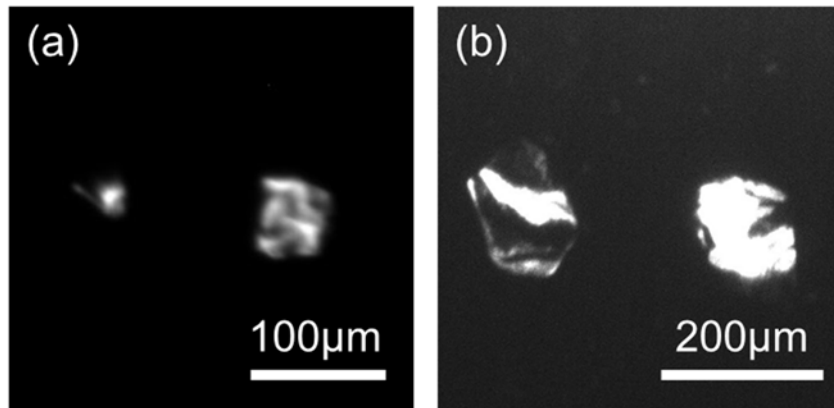


Fig. 2 DCT 測定により得られた回折斑点の拡大図

(a) 極低炭素鋼、110 回折斑点、 (b) ステンレス鋼、111 回折斑点

図面の縦方向は試料の回転軸方向、横方向は回転軸に垂直な方向

極低炭素鋼試料では、Fig. 3 に示されるように、 $\pm 0.2^\circ$ の試料回転に伴って回折斑点の出現と消滅が観察され、わずかな試料回転で試料内の結晶粒の回折条件が変化することを示した。一方、ステンレス鋼では、Fig. 4 に示されるように、 $\pm 0.2^\circ$ の試料回転を行っても回折斑点は出現したままで、わずかな試料回転では結晶粒内の回折条件があまり変化しないことを示唆している。このような試料回転に伴う回折斑点の出現・消滅挙動の違いには、極低炭素鋼試料を構成する結晶粒は全領域で同一の結晶方位となっているのに対し、ステンレス鋼試料を構成する結晶粒では、結晶内で部分的に結晶方位がわずかに異なっている領域が存在していることが影響していると考えられる。すなわち、極低炭素鋼試料が熱処理後徐冷されており、結晶粒内の塑性歪みや弾性歪みが少ないのに対し、ステンレス鋼試料は熱処理後水冷されているため、結晶粒内に僅かな塑性歪みや弾性歪みが存在していることが影響していると考えられる。

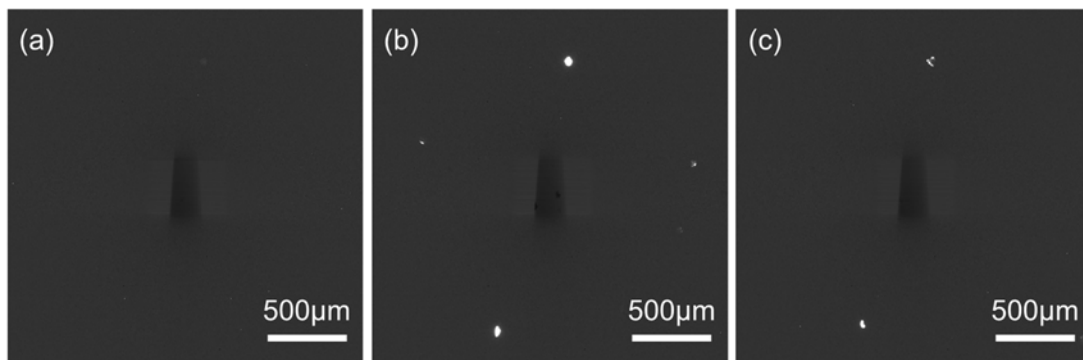


Fig. 3 極低炭素鋼を用いて得られた回折斑点の例 (110 回折斑点)

(a)-0.2°、(b)0°、(c)+0.2°

図面の縦方向は試料の回転軸方向、横方向は回転軸に垂直な方向

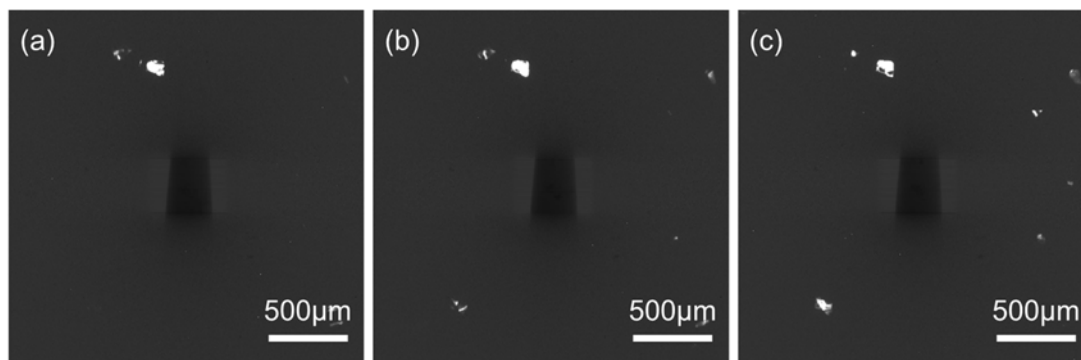


Fig. 4 ステンレス鋼を用いて得られた回折斑点の例 (111 回折斑点)

(a)-0.2°, (b)0°, (c)+0.2°

図面の縦方向は試料の回転軸方向、横方向は回転軸に垂直な方向

今後の課題：

本課題実験では共用ビームラインに準備されている試料ステージと検出器を用いて、DCT 測定が可能であることが示され、測定に必要な試料条件や測定条件を把握することができた。今後は、取得したデータを用いて結晶粒の 3D 形状の再構成と結晶方位情報の解析を進める。

参考文献：

- [1] A. Taniyama, *IOP Conference Series Materials Science and Engineering*, **580**, 012025 (2019).
- [2] 戸田 裕之 *et al.*, 利用課題実験報告書 (2005B), 2005B0019.
- [3] 戸田 裕之 *et al.*, 利用課題実験報告書 (2017B), 2017B0076.
- [4] W. Ludwig *et al.*, *J. Appl. Cryst.*, **41**, 302 (2008).
- [5] W. Liu *et al.*, *AIP Conference Proceedings*, **1365**, 108 (2011).
- [6] 中井 善一, 塩澤 大輝, *SPring-8 利用研究成果集*, **3**(2), 457 (2015).
- [7] 塩澤 大輝 *et al.*, 利用課題実験報告書 (2017A), 2017A1604.
- [8] 林 雄二郎 *et al.*, 利用課題実験報告書 (2015A), 2015A7002.
- [9] 林 雄二郎 *et al.*, 利用課題実験報告書 (2017A), 2017A7002.

(Received: July 21, 2021; Accepted: October 18, 2021; Published: December 27, 2021)