

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 新日鐵住金株式会社, ^b (公財)高輝度光科学研究センター
^a Nippon Steel & Sumitomo Metal Corporation, ^b JASRI

SPring-8 の共用ビームラインにおいて 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。試料には極低炭素の IF 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 線を用いて回折スポットを取得した。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 3 次元再構成に十分な強度と形状を有する回折斑点が得られることを確認した。

キーワード: 回折コントラスト, トモグラフィー

背景と研究目的:

高輝度かつ透過性に優れて 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[1]。また, 最近では, 鋼材への適用も始められている[2]。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(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[3], [4]。本課題では, SPring-8 の共用ビームラインにおいて DCT 測定を実現することを目的に, 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。

実験:

試料には極低炭素の IF 鋼とステンレス鋼を用いた。IF 鋼は 850°C で 10 分加熱後に徐冷したもの, ステンレス鋼は 80%圧延後 1100°C で 30 分加熱後に水冷したものを用意した。測定は BL46XU で行った。入射 X 線のエネルギーは 37 keV とした。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, 4 象限スリットを用いて 0.30 mm 幅×0.25 mm 高さに成形された X 線ビームを照射した。試料を透過した X 線(透過像)と試料中で回折された X 線(回折スポット)は, 試料後方に配置された X 線カメラ(ビームラインに常設されている X 線イメージング用カメラ)を用いて記録された。

結果および考察:

IF 鋼を用いて得られた回折スポットの一例を Fig.1 に, ステンレス鋼を用いて得られた回折スポットの一例を Fig.2 に示す。測定された回折図形上での画素サイズは 1 ピクセル当たり 1 μm に相当し, 結晶粒の 3 次元再構成に十分な強度と形状を有する回折斑点が 10 μm 程度の大きさの結晶粒から得られていることを確認した。また, 試料の回転に伴う回折斑点の位置や形状の変化が詳細に観察された。IF 鋼では 0.2°の試料回転に伴って回折斑点の位置が変化し, わずかな試料回

転で試料内の結晶粒の回折条件が変化しているのに対し、ステンレス鋼では 0.2° の試料回転を行っても回折斑点の位置や形状があまり変化せず、わずかな試料回転に対して試料内の結晶粒の回折条件が変化しにくいことが示唆された。現在、試料を 360° 回転させて取得された回折スポットを用いて、試料内に含まれる結晶粒形状の3次元再構成を行っている。

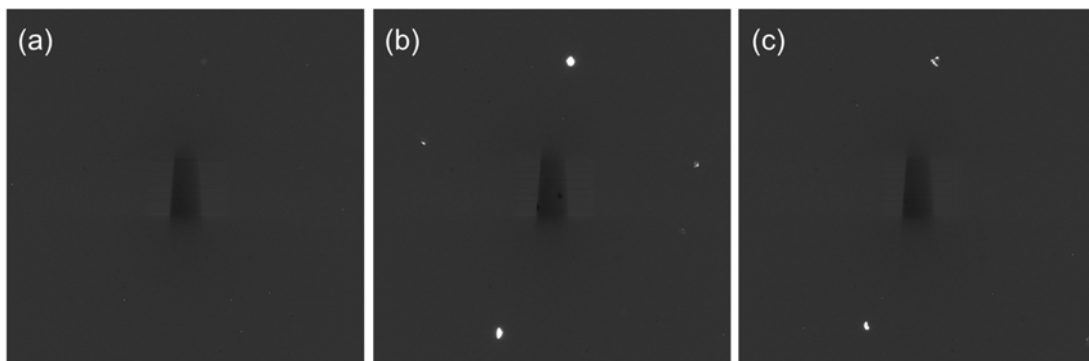


Fig.1 IF鋼を用いて得られた回折斑点 (a)- 0.2° , (b) 0° , (c)+ 0.2°

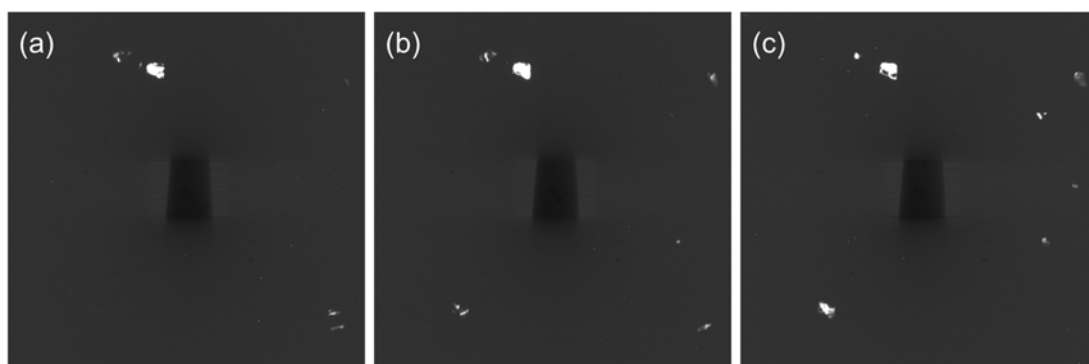


Fig.2 ステンレス鋼を用いて得られた回折斑点 (a)- 0.2° , (b) 0° , (c)+ 0.2°

参考文献：

- [1] 戸田 裕之 他, SPring-8 利用課題実験報告書(2005B), 2005B0019.
- [2] 戸田 裕之 他, SPring-8 利用課題実験報告書(2017B), 2017B1078.
- [3] W. Ludwig, S. Schmidt, E.M. Lauridsen, H.F. Poulsen, *J. Appl. Cryst.*, **41**, 302 (2008).
- [4] W. Liu, P. Zschack, J. Tischler, G. Ice, and B. Larson, *AIP Conference Proceedings*, **1365**, 108 (2011).