

走査型 3 次元 X 線回折 (3DXRD) 顕微鏡法の開発

林雄二郎、妹尾与志木〇、吉田友幸

株式会社豊田中央研究所

＜はじめに＞：走査型 3 次元 X 線回折顕微鏡法（走査型 3DXRD 法）[1]は、SPring-8 の専用ビームラインである豊田ビームライン (BL33XU) の技術の柱の一つとして構想されたものであり、金属材料内部の結晶情報を非破壊で得ることを目的としたものである。通常の 3 次元 X 線回折顕微鏡法 (3DXRD 法) [2]では、解析できる結晶粒の数に制約があり、鋼試料では外形を 0.1～0.2mmφ程度に細くする必要がある。産業利用上非常に大きな問題となるこの制約を克服するため、我々は走査型 3DXRD 法を開発して外形 1mmφ程度までの鋼試料に適用できる道筋をつけた。現段階では世界唯一である本手法は、豊田 BL より発信されたシーズ主導型技術である。

＜方法＞：図 1(a)に走査型 3DXRD 法の実験手法を示す。50keV の高エネルギーで数μm～数十μm にまで絞った光を試料に照射し、得られる回折図形を後方の 2 次元検出器で検出する。試料に対し ω 方向の回転と X 方向の並進を行いながら回折図形を収集し、独自の解析手法[1]で試料断面の結晶方位マップを作成する。Z 方向にこの方位マップを重ねることで 3 次元マップを得る。

＜結果＞：図 1(b)に原理検証実験の結果である 20μm□のスリット光を入射光とした粗大粒子試料の 3 次元結晶方位マップを示す[1]。検討を重ねた結果、1μm□のマイクロビームを用いて空間分解能を 1.5μm 程度にまで向上させ、さらに引張試験のその場観察を行うことはほぼ可能となっており、現在、結晶粒子ごとのひずみや応力を求めマップに描くことを試みている。本手法の応用はいろいろな形が考えられるが、現在は金属加工のシミュレーションと組み、金属加工全体を捉えることを考えている。走査型 3DXRD 法は金属加工シミュレーションの全体をそのまま比較できる実験結果を与える非常に貴重な手法であり、お互いに補い合うことで全体像を把握することを目指している。

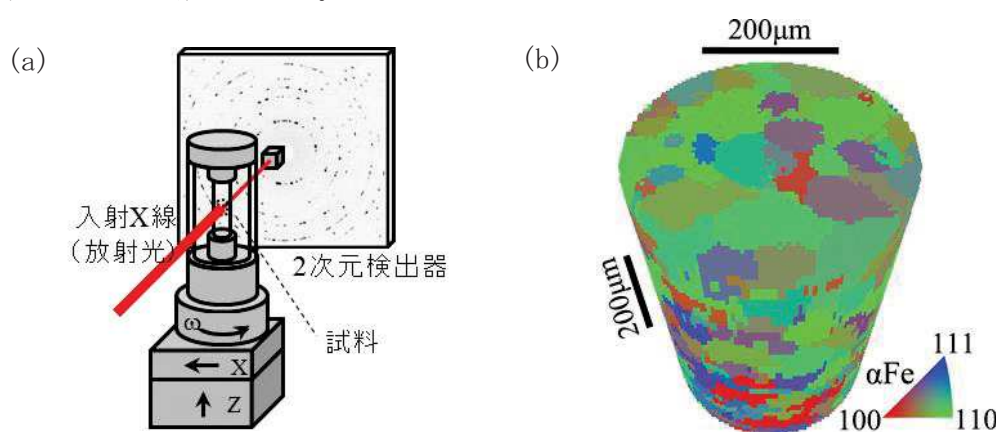


図 1: 走査型 3DXRD 法の実験手法 (a) と原理検証実験の結果 (b)。(b) の試料は粒径を 60μm 程度にまで粗大化させた外形 0.5mmφの純鉄。

[1]Y. Hayashi, Y. Hirose and Y. Seno: J. Appl. Cryst. **48** (2015) 1094.

[2]H. F. Poulsen: J. Appl. Cryst. **45** (2012) 1084.

※本研究は JSPS 科研費 (22760571、26870932) の助成を受けたものです。

走査型3次元X線回折(3DXRD) 顕微鏡法の開発

2016年8月3日

株式会社豊田中央研究所
分析部 量子ビーム解析研究室
林雄二郎 ○妹尾与志木 吉田友幸

注)
未発表論文のデータを
削除させていただきました。

TOYOTA CRDL, INC.

株式会社豊田中央研究所のご紹介

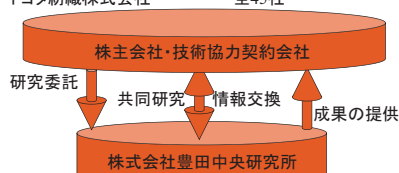
〔株主会社〕

株式会社豊田自動織機
トヨタ自動車株式会社
愛知製鋼株式会社
株式会社ジェイテクト
トヨタ車体株式会社
豊田通商株式会社
アイシン精機株式会社
株式会社デンソー
トヨタ紡織株式会社

〔技術協力契約会社〕

トヨタ自動車東日本株式会社
豊田合成株式会社
日野自動車株式会社
ダイハツ工業株式会社

全45社



・シーズ技術構築
→「研究所」として
分析領域
放射光利用技術
(～1999年より)
豊田ビームライン
(～2008年より)

TOYOTA CRDL, INC.

SPring-8豊田ビームラインのご紹介

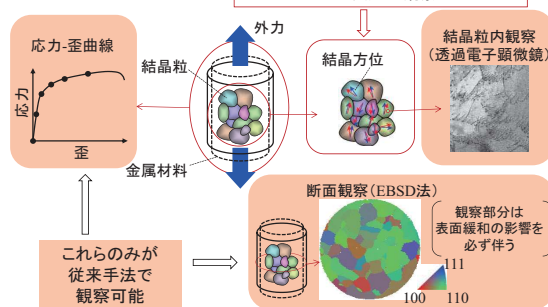
⇒サンビームと同様、民間企業が専用契約を結ぶ産業ビームラインのひとつ



TOYOTA CRDL, INC.

目的 (実現したい観察)

目的: 非破壊3次元観察
★表面緩和現象のない状態の観察
★3次元の観察



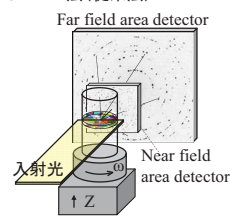
TOYOTA CRDL, INC.

3次元X線回折(3DXRD)顕微鏡法

新たな手法提案

走査型3DXRD法

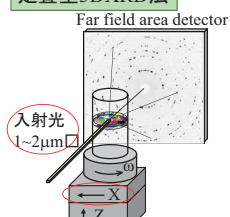
3DXRD法(従来法)



<欠点>

通常材料(粒径数μm)の場合
⇒試料の外形に厳しい制限
(鋼では0.1～0.2mmφ程度まで)

理由: 回折点の重なり



外形1mmφの鋼まで適用可能
(産業利用上大きな要因)

TOYOTA CRDL, INC.

測定・解析法 その1

1) Zを固定で回折像(データセット)取得

X走査(範囲: 数十μm) (step: 1～数μm)

ω走査(範囲: 0° → 180°)

⇒回折像取得 (step: ~0.5° step)

2) 同じ試料位置を光が通過するデータセットを選択

$$X(\omega) = (x_s^2 + y_s^2)^{1/2} \cos(\omega + \tan^{-1} y_s / x_s) \quad \text{eq.(1)}$$

eq.(1)を満たす(ω, X)の組を抽出

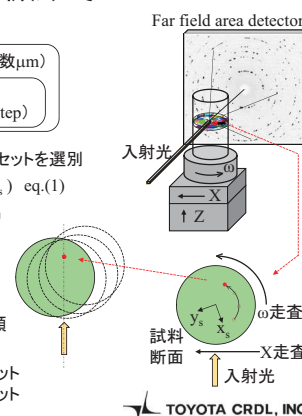
(右図・点を常に光が通過するデータセット抽出)

3) 同じ結晶からの回折点のセットに分類

"ImageD11"(by ESRF)使用

・結晶"1"の回折点のデータセット

・結晶"2"の回折点のデータセット



TOYOTA CRDL, INC.

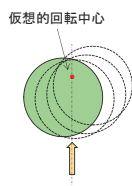
測定・解析法 その2

4) 結晶の判定

最も回折点数の多いセットを有する結晶
⇒ 点位置の結晶とする

- ・結晶"1"の回折点のデータセット: 回折点数 → N_1
- ・結晶"2"の回折点のデータセット: 回折点数 → N_2
- ・結晶"3"の回折点のデータセット: 回折点数 → N_3

N_S が N の中で最大
⇒ 結晶"S"を点位置の結晶と判定



5) 固定したZ位置におけるすべての点について2)~4)の操作を繰り返す

↓
<特定のZ位置における2次元画像完成>

6) すべてのZの位置において1)~5)を繰り返す

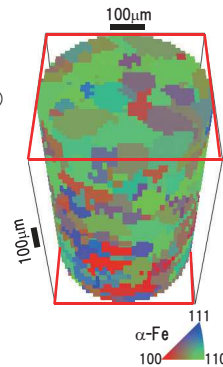
↓
<測定された全範囲の3次元画像完成>



原理検証実験

実験条件

- ・試料: pure-Fe (純度99.5%、直径500 μ m)
- ・1250 $^{\circ}$ C、5hr焼鈍⇒粒子粗大化
- ・入射光: 40keV (Si 220 チャンネルカット結晶)
- ・ビームサイズ 20 μ m $\square$ (slitにてカット)
- ・走査ステップ:
 - $\Delta\omega$ 0.5deg(0° ~ 180°)
 - ΔX 25 μ m ΔZ 25 μ m
- ・検出器: X線フラットパネル検出器 (浜松ホトニクス C9312SK-06)
- ・ピクセルサイズ 50 μ m
- ・検出面積 124.8 $\times$ 115.2mm 2
- ・検出時間 1.0sec/frame



参考文献

Y.Hayashi, Y.Hirose and Y.Seno: J.Appl.Cryst. 48(2015)1094.

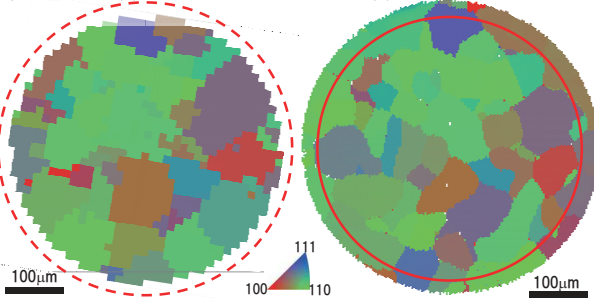


結果の検証

ほぼ同じ位置でのEBSD観察結果との比較

走査型3DXRD法

EBSD法



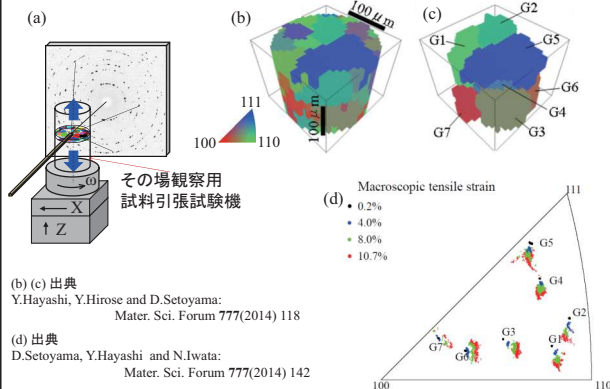
参考文献

Y.Hayashi, Y.Hirose and Y.Seno: J.Appl.Cryst. 48(2015)1094.



引張試験その場観察

試料: pure-Fe (結晶粒粗大化)



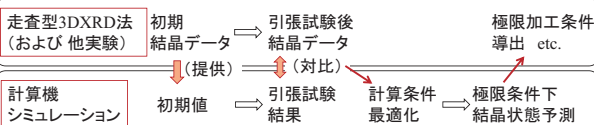
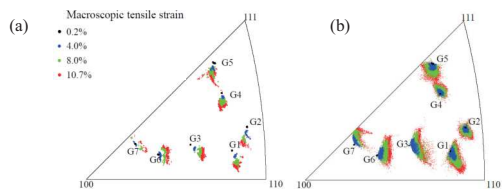
(b) (c) 出典
Y.Hayashi, Y.Hirose and D.Setoyama:
Mater. Sci. Forum 777(2014) 118

(d) 出典
D.Setoyama, Y.Hayashi and N.Iwata:
Mater. Sci. Forum 777(2014) 142

今後の展開⇒計算機シミュレーションとの連携

■ 走査型3DXRD観察結果

■ 結晶塑性有限要素解析



(a) (b) 出典

D.Setoyama, Y.Hayashi and N.Iwata: Mater. Sci. Forum 777(2014) 142



まとめ

◎走査型3次元X線回折(3DXRD)顕微鏡法を開発
(SPRING-8豊田ビームライン発のシーズ技術)

趣旨: 金属結晶観察

- ・試料サイズ: ~mm (非破壊にて)
- ・得られる情報: 結晶方位・ひずみ・応力のマップ (試料中心部、空間分解能~ μ m)

(引張試験その場観察可能)

(産業利用上重要な要件をクリア)

○応用展開

⇒ 計算機シミュレーションとの連携にもっとも大きな活路
(シーズ技術を育てるための非常に重要な要素)

★林雄二郎:「SPRUC 2016 Young Scientist Award」受賞

