

2021年1月6日



北海道大学

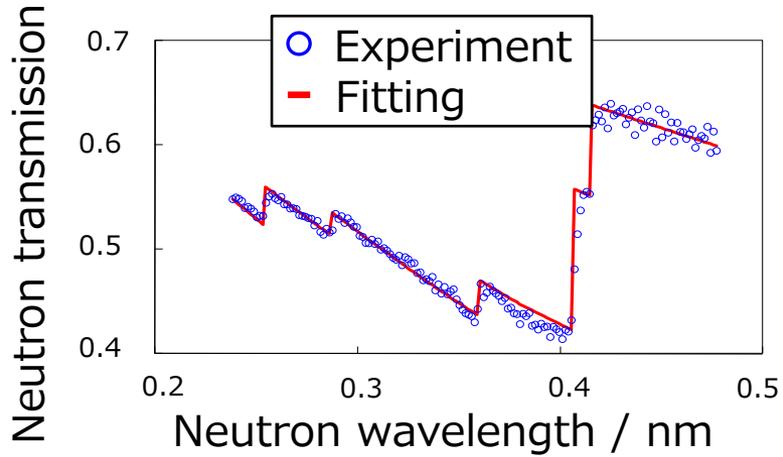
令和2年度 中性子イメージング研究会 於 オンライン(京大 複合原科研)

中性子透過ブラッグエッジイメージング における結晶組織構造情報の 直接推定法の開発

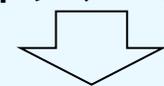
北海道大学 大学院工学院

榊原 亜子, 佐藤 博隆, 加美山 隆

中性子ブラッグエッジ透過率スペクトル



広視野かつ高位置分解能で物質の
中性子透過率スペクトルを取得

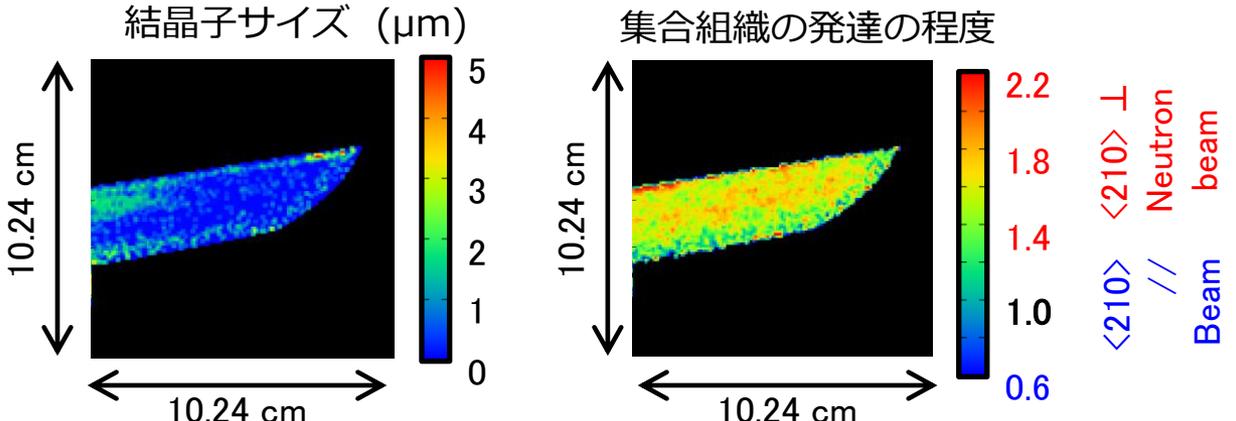


定量的な結晶組織構造情報を
位置依存で取得

フィッティング解析コード「RITS」

- ✓ 複数の計算式で透過率スペクトルを計算し、実験データに最小二乗フィッティング
- ✓ 検出器内全てのピクセルでブラッグエッジをプロファイル解析

RITSを用いた解析結果 (日本刀「則綱」) [1]



非破壊でバルク材の
結晶組織構造情報
イメージングが可能

[1] H. Sato *et al.*, MRP 15 (2020) 214.

RITS

透過率スペクトルの形状から初期値を推定

専門知識を要する

フィッティング解析

成功

失敗

初期値が期待値と離れている場合

定量的な結晶組織構造情報

✓ 解析は煩雑
→ 産業利用の課題

直接推定法

透過率スペクトルの数値データ

✓ 専門知識を要さない

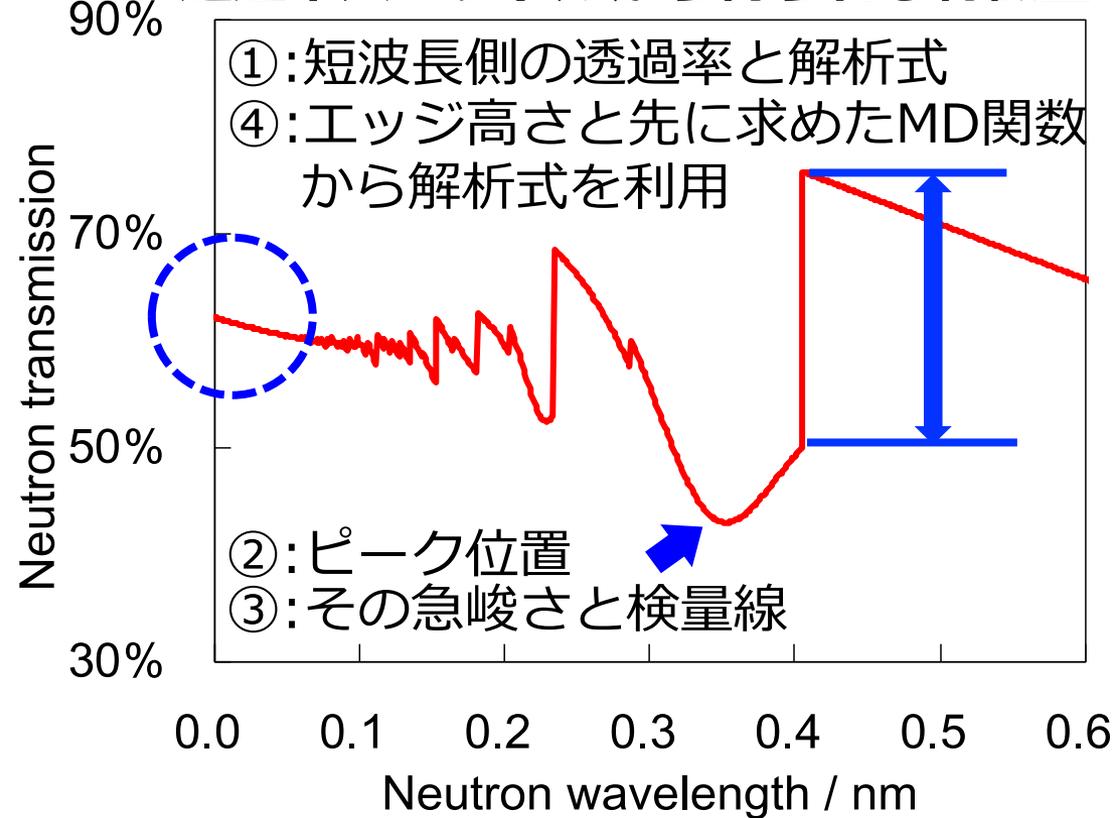
直接推定法のアルゴリズム

推定パラメータ

- ① 試料の厚み
(投影原子数密度)
- ② 結晶配向ベクトル
- ③ 集合組織の発達程度
(MD係数)
- ④ 結晶子サイズ

※MD関数：選択配向ベクトルとMD係数を因子に持つ関数

透過率スペクトルから得られる特徴量

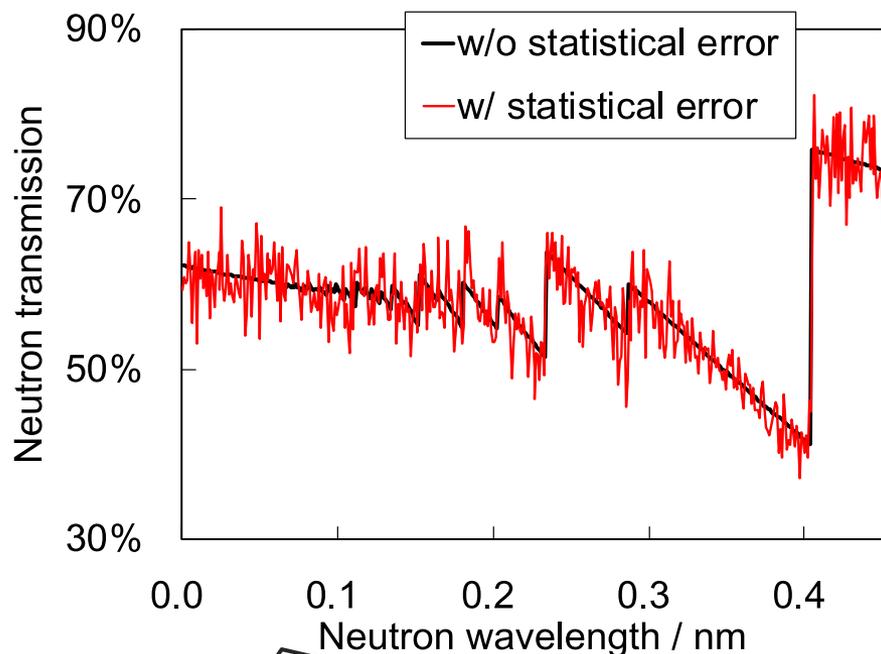


直接推定法

透過率スペクトルの形状から得られる特徴量と解析式や検量線を組み合わせ、フィッティングを介さずに結晶組織構造情報を直接推定

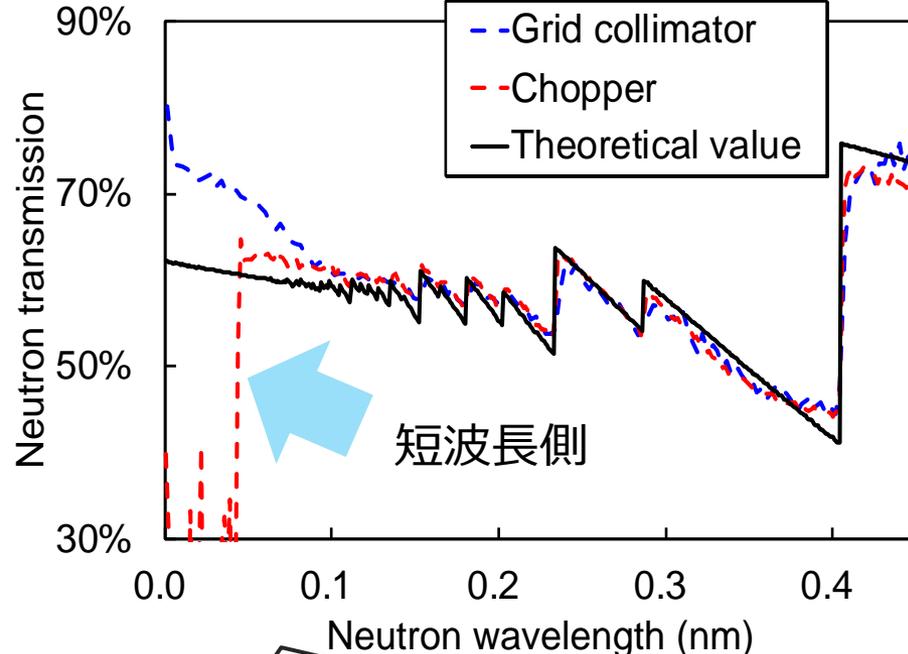
※ α -Fe単相の理想的なスペクトルに関しては検証済

統計誤差の透過率スペクトルへの影響



統計誤差により
スペクトルは擾乱を受ける

ビームラインデバイスの影響



短波長側のスペクトルの
測定は困難

これらの影響を考慮した**直接推定法の改善**の必要

目的

実際に実験で測定された透過率スペクトルから結晶組織構造情報を直接推定する解析法の開発

内容

✓ 実験データ解析に向けた直接推定法の改善

1. 統計誤差に関する改善

1-1. 統計誤差を考慮したスペクトルデータ処理法の検討

1-2. 統計誤差にロバストな新しい集合組織パラメータ推定法の開発

2. ビームラインデバイスの影響を考慮した改善

検討に利用するスペクトルの作成方法と 得られた推定値の評価方法

- ✓ α -Fe単相 (BCC構造) について、
- ✓ 下記のパラメータと条件でシミュレーション計算したスペクトルを解析

スペクトル作成に使用したパラメータ

①投影原子数密度: ρt [10^{22} cm $^{-2}$]	0.84~25.44 ($t = 1.0\sim 30.0$ mm)
②結晶配向ベクトル: $\langle HKL \rangle$	$\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$, $\langle 111 \rangle$, $\langle 210 \rangle$, $\langle 211 \rangle$
③MD係数: R^*	0.4~1.0
④結晶子サイズ: S [μm]	0~10

※MD (March-Dollase) 係数 (集合組織の発達の程度)
 $R = 1.0$: 等方性材料, $R \rightarrow 0, \infty$: 異方性材料

実際の実験を想定した条件

1. 統計誤差を想定した擾乱: $\sigma = 0\sim 7\%$
2. グリッドコリメータやチョッパーにより短波長側 (0.0~0.1 nm) の透過率を測定できない場合

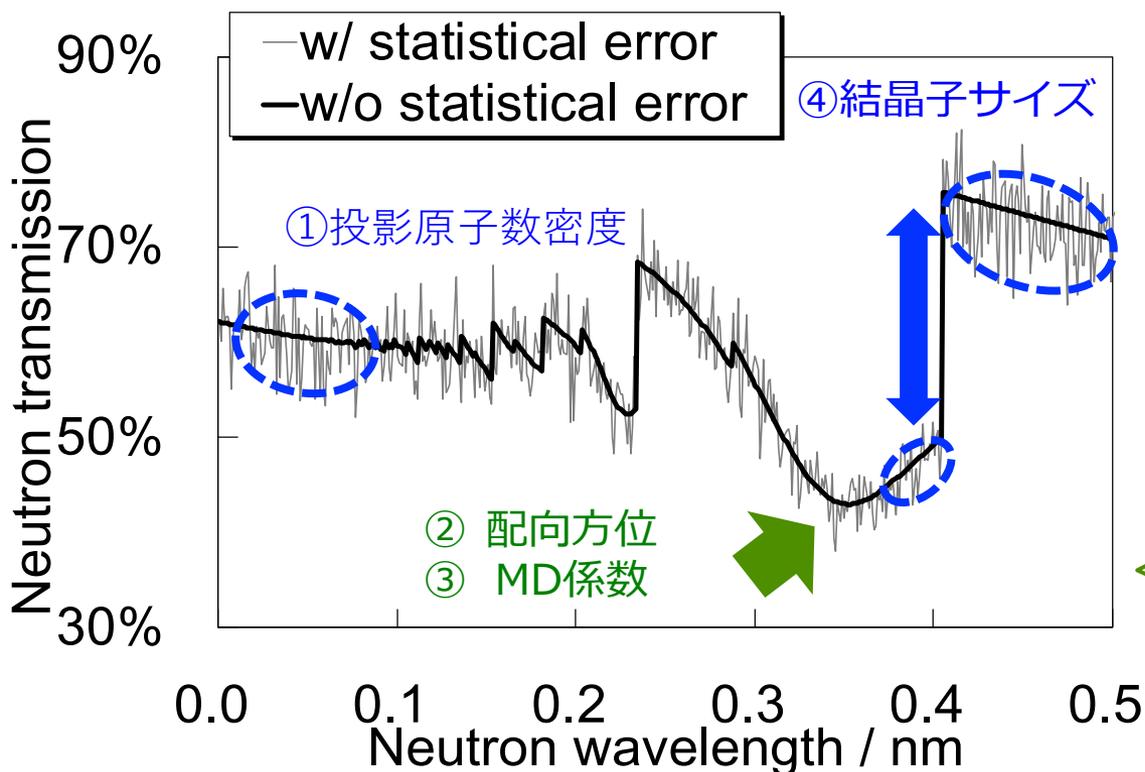
直接推定法で得られた推定値の評価方法:

1. 推定値をもとに透過率スペクトルを再現し、元のスペクトルと比較
2. 推定値をRITSに入力し正常に動作するか確認

1-1. 統計誤差を考慮したスペクトルデータ処理法の検討

実際の実験では、統計誤差の影響によりスペクトルは擾乱を受ける

$\sigma = 5\%$ を加えた透過率スペクトル



特定の領域における透過率の変化

① 短波長側
④ ブラッグエッジ近傍

⇒ 直線的に変化
⇒ 線形近似が可能

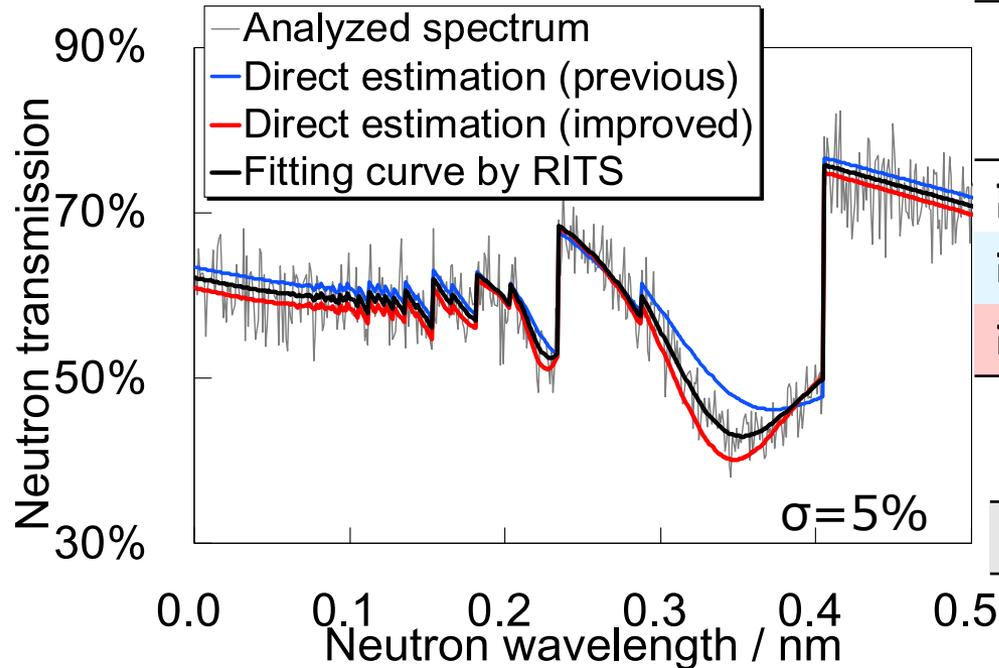
②, ③ ピーク付近

⇒ ゆるやかな曲線
⇒ 移動平均の利用

特定波長範囲でスペクトルに線形近似や移動平均を施し
統計誤差の影響を軽減

$\sigma = 5\%$ がある場合の推定結果

設定値と推定値の透過率スペクトルの比較



改善前と改善後の推定値の比較

	密度 [cm ⁻²]	MD係数	配向方位	結晶子 サイズ [μm]
設定値	4.25	0.40	<111>	1.0
改善前	4.06	0.48	<111>	0.4
改善後	4.42	0.36	<111>	0.0

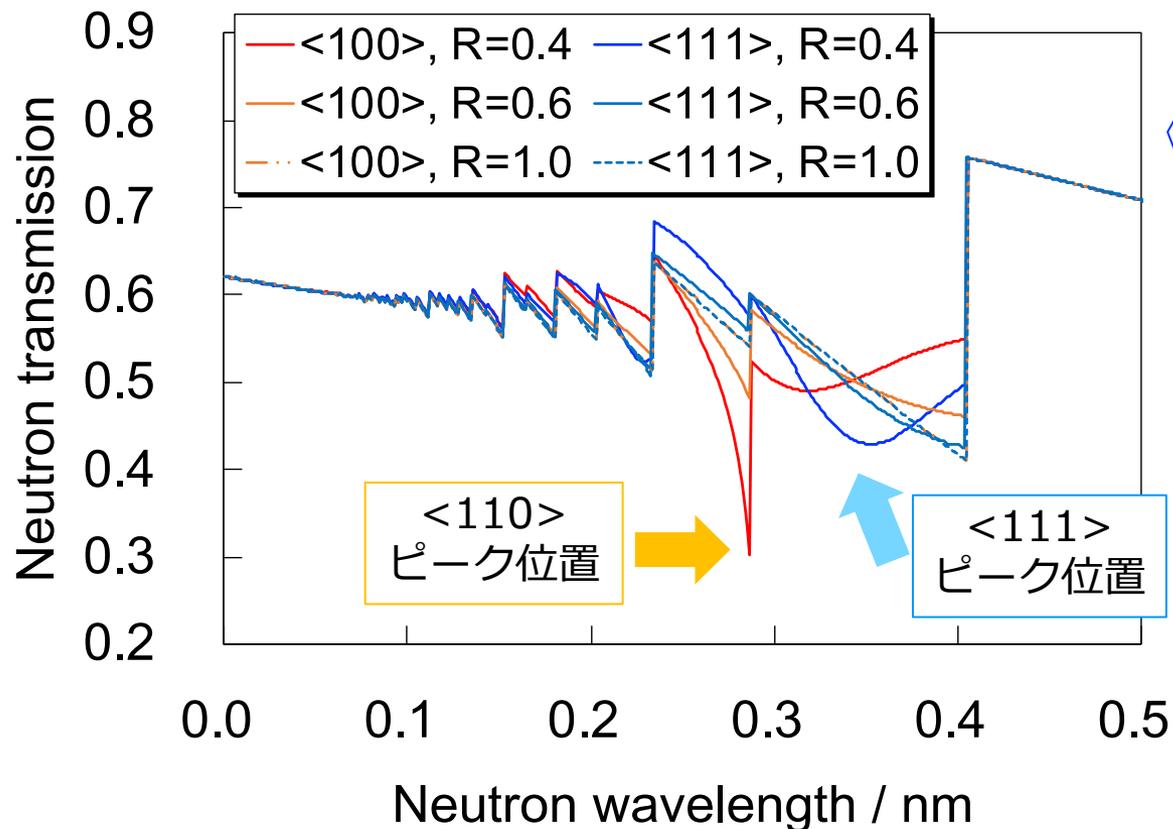
推定値を用いRITSで解析した結果

RITS	4.24	0.40	<111>	1.2
------	------	------	-------	-----

- ✓ $\sigma = 5\%$ までを有するスペクトルに関して直接推定が可能であった。
- ✓ 推定値をRITSに入力したところ、正常に動作することを確認した。
- ✓ $\sigma = 0 \sim 5\%$ であっても、集合組織が弱い場合スペクトルに関して直接推定は困難であった。

1-2. 統計誤差にロバストな新しい 集合組織パラメータ推定法の開発

集合組織によるスペクトルの変化



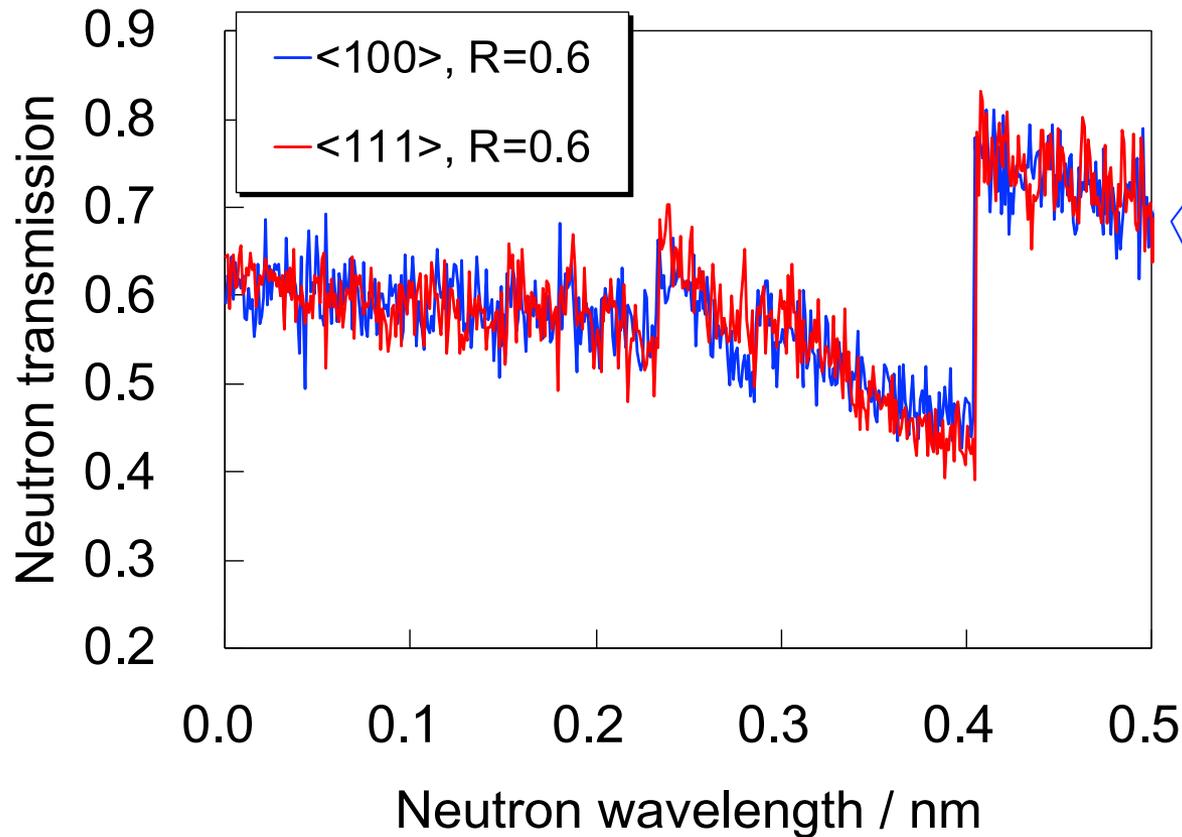
- ✓ 配向方位によりピークの出現波長が異なる
- ✓ 集合組織の発達程度によりピークの急峻さが異なる

配向方位毎にピークの急峻さとMD係数に関する検量線を作成

集合組織に関するパラメータ値の直接推定法(従来の手法)

1. ピーク位置の出現波長を基に結晶配向方位を推定
2. 次に、配向方位毎に作成した急峻さに関する検量線よりMD係数を推定

統計誤差のスペクトルへの影響 ($\sigma = 5\%$)

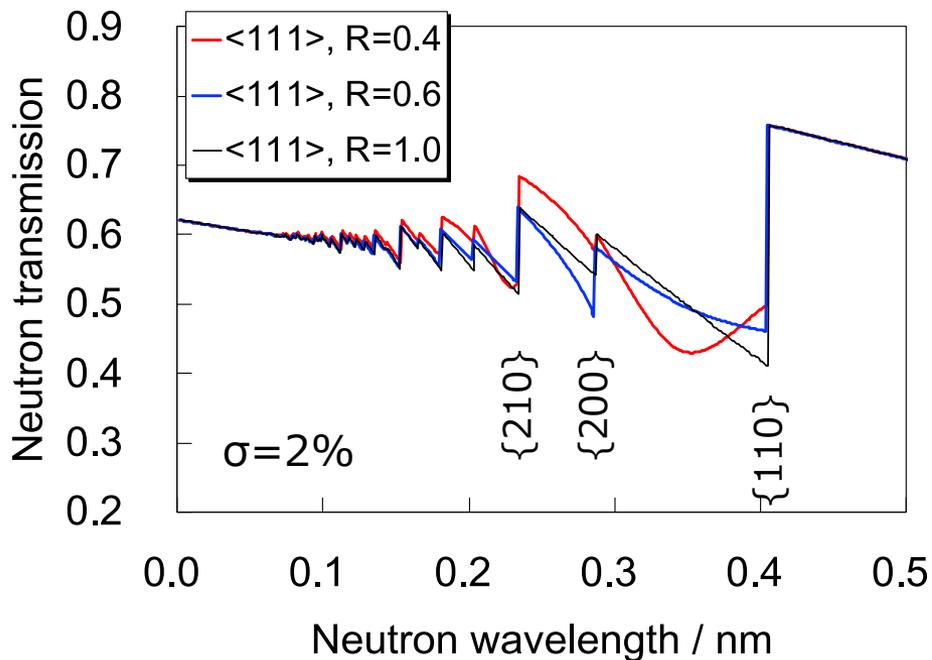


ピーク的位置やその急峻さなどの
スペクトルの特徴点の抽出
は困難

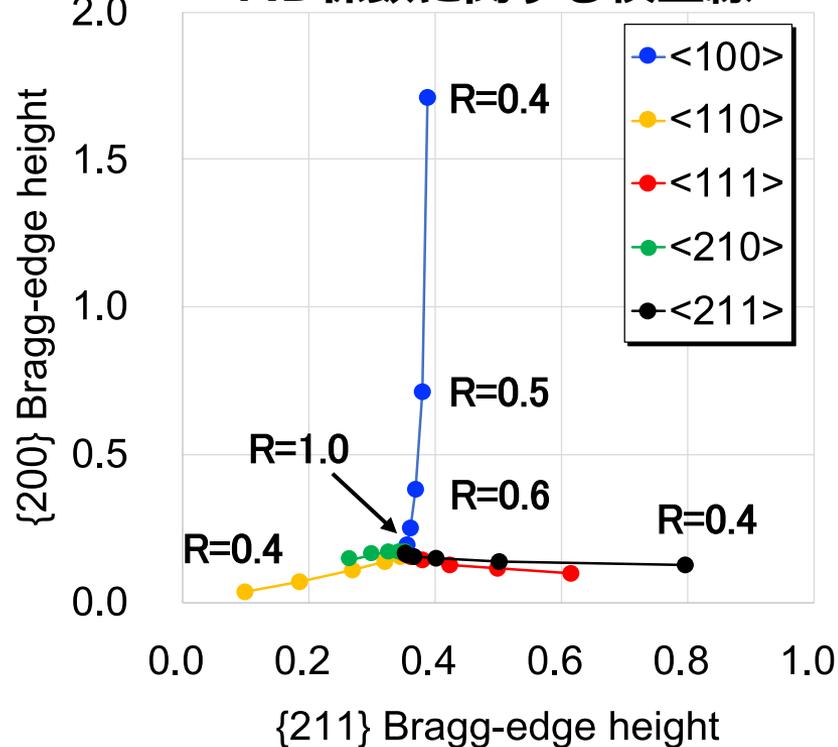
- ✓ 統計誤差が大きい場合や集合組織が弱い場合など、ピーク位置の判定が困難な場合、配向方位の推定が不可能となり、MD係数の推定も困難となる
- ✓ ピーク位置を判別するプログラムの作成も困難

集合組織に関するパラメータ値の新しい直接推定法の開発

集合組織によるスペクトルの変化



MD係数に関する検量線

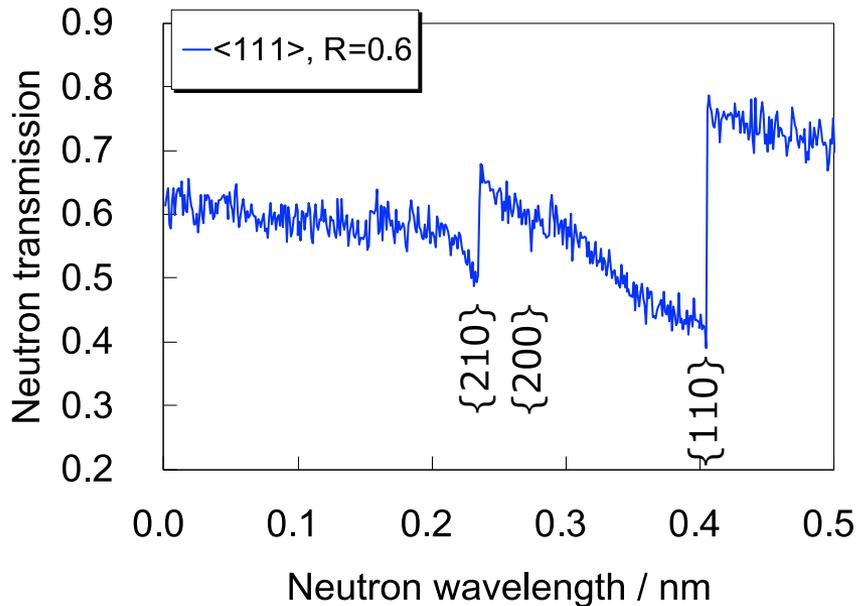


- ✓ $\{110\}$ 、 $\{200\}$ 、 $\{211\}$ ブラッグエッジジャンプ高さの比に着目
- ✓ $\{110\}$ ブラッグエッジ高さで3つのジャンプ高さの規格化を行いMD係数に関する検量線を作成

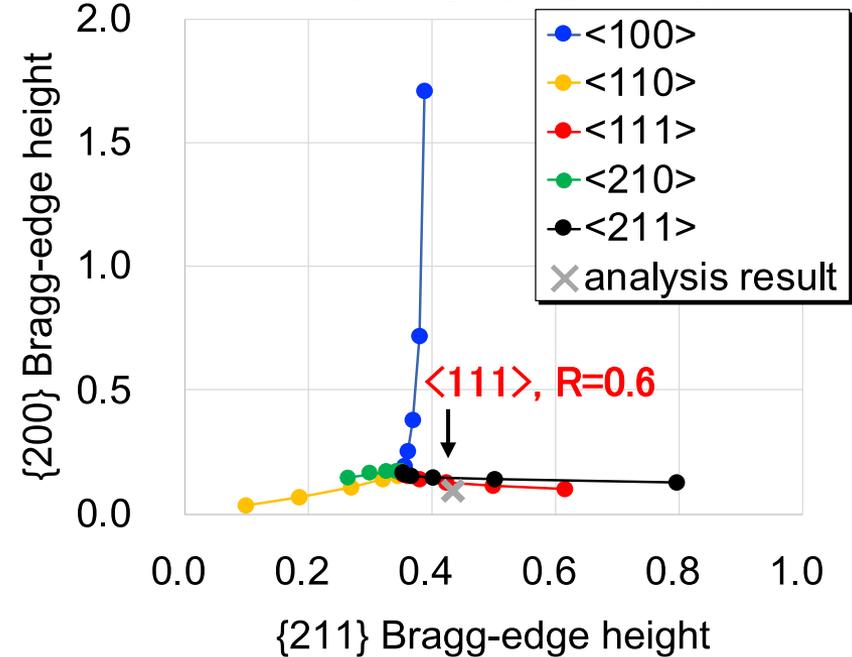
※統計誤差の影響を減らすため、結晶子サイズの推定と同様に線形近似を施しジャンプ高さを推定

新しい直接推定法を利用した 集合組織に関するパラメータ値の推定結果

解析した透過率スペクトル ($\sigma=3\%$)



MD係数に関する検量線



スペクトルから得られたジャンプ高さの比を検量線上にプロット

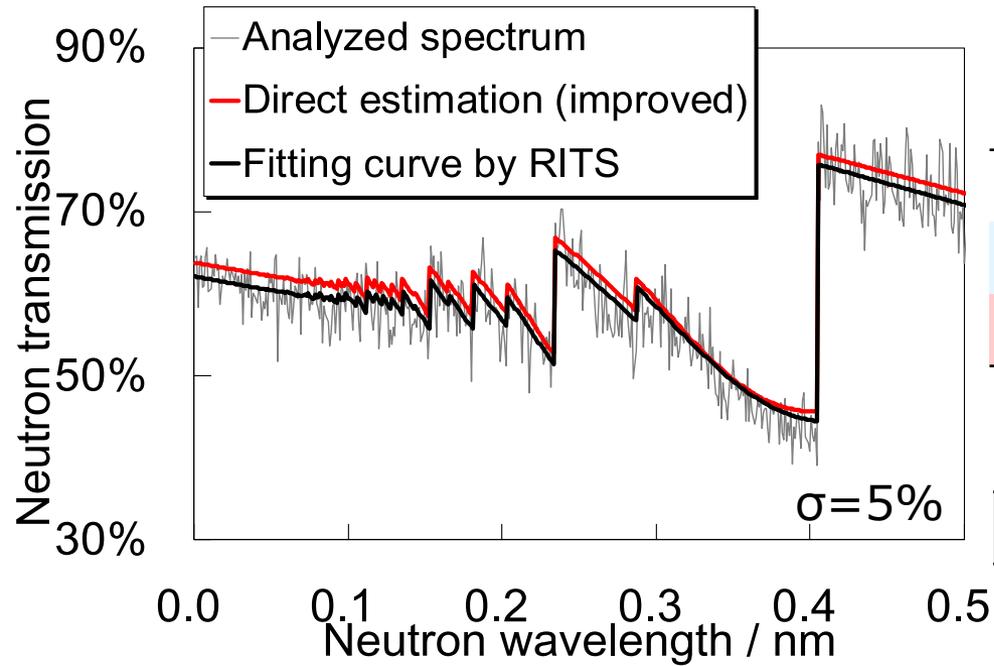


プロット点と最短距離となる配向方位、MD係数を推定値として選択

- ✓ ピーク位置の判別が不可能な場合でもMD係数の推定が可能であった
- ✓ 集合組織が弱い場合について、従来の推定手法より高確度でMD係数の推定が可能であることを確認

新しい集合組織に関するパラメータ値の推定手法を用いた結晶組織構造パラメータの推定結果

設定値と推定値の透過率スペクトルの比較



改善前と改善後の推定値の比較

	密度 [cm ⁻²]	MD係数	配向方位	結晶子 サイズ [μm]
設定値	4.25	0.60	<111>	1.0
改善前	4.00	不可	不可	不可
改善後	4.00	0.55	<111>	0

推定値を用いRITSで解析した結果

RITS	4.24	0.59	<111>	1.2
------	------	------	-------	-----

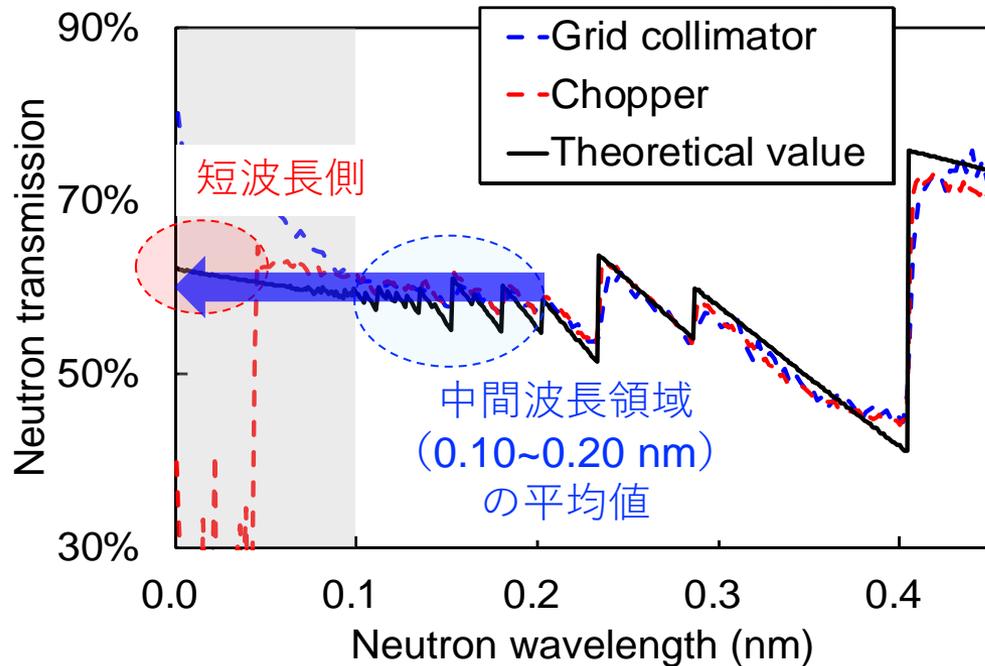
- ✓ $\sigma = 5\%$ までを有するスペクトルに関して直接推定が可能であった。
- ✓ 集合組織が比較的弱い場合 (MD=0.6) についても直接推定可能であることを確認した。
- ✓ 推定値をRITSに入力したところ、正常に動作することを確認した。

2. ビームラインデバイスの影響を考慮した改善

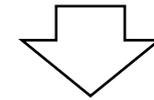
実験におけるバックグラウンド低減方法

- 散乱線除去のためのグリッドコリメータ (Gd)
- 高エネルギー成分カットのためのチョッパー

ビームラインデバイスの透過率スペクトルへの影響



短波長側における
スペクトル測定は困難



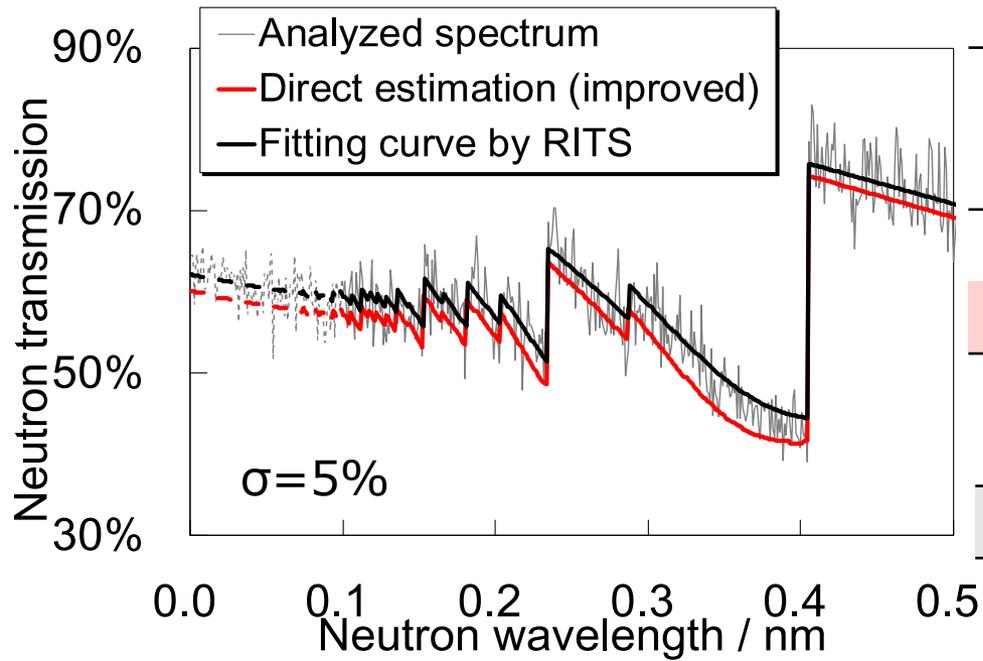
短波長側の透過率の
線形近似による
投影原子数密度の推定は困難

✓ 中間波長領域の平均値と短波長側の透過率がほぼ同様の値を取る

⇒ 中間波長領域の透過率の平均値を短波長側の透過率として代用し、
投影原子数密度の解析に利用

改善した直接推定法を用いた 結晶組織構造パラメータの推定結果

設定値と推定値の透過率スペクトルの比較



改善前と改善後の推定値の比較

	密度 [cm ⁻²]	MD係数	配向方位	結晶子 サイズ [μm]
設定値	4.25	0.60	<111>	1.0
改善後	4.5	0.55	<111>	0

推定値を用いRITSで解析した結果

RITS	4.24	0.59	<111>	1.2
------	------	------	-------	-----

- ✓ 短波長側の透過率を利用できない場合でも直接推定可能となった。
- ✓ 推定値をRITSに入力したところ、正常に動作することを確認した

- 中性子透過ブラッグエッジイメージング法における直接推定法に関し、実験データ解析に向けた以下の改善を行った。
 - 1-1. 統計誤差を考慮した透過率スペクトルのデータ処理
 - ✓ 投影原子数密度, 結晶子サイズ → 特定波長範囲で線形近似
 - ✓ 結晶配向ベクトル, MD係数 → 特定波長範囲での移動平均
 - 1-2. 統計誤差にロバストな集合組織パラメータ推定法の開発
 - ✓ $\{110\}$ 、 $\{200\}$ 、 $\{211\}$ ブラッグエッジジャンプ高さを使用した検量線を作成
 - ✓ スペクトルのピーク位置が判定できない場合について、配向方位とMD係数の推定が可能となった。
 - ✓ 配向方位とMD係数の同時推定が可能となった。
- 2. ビームラインデバイスの影響を考慮した改善
 - ✓ 投影原子数密度 ⇨ 中間波長領域の透過率の平均値を利用