



北海道大学

中性子透過ブラッグディッププロファイル解析  
による結晶粒内の結晶状態の可視化

○櫻井 洋亮, 佐藤 博隆, 加美山 隆

# 研究背景

**単結晶**や**粗大結晶粒**からなる多結晶材料の材料特性を高めるためには結晶内情報の評価が重要である。

タービンブレード



<http://www.nagaiseiki.co.jp/>  
(2020年6月30日閲覧)

電磁鋼帯

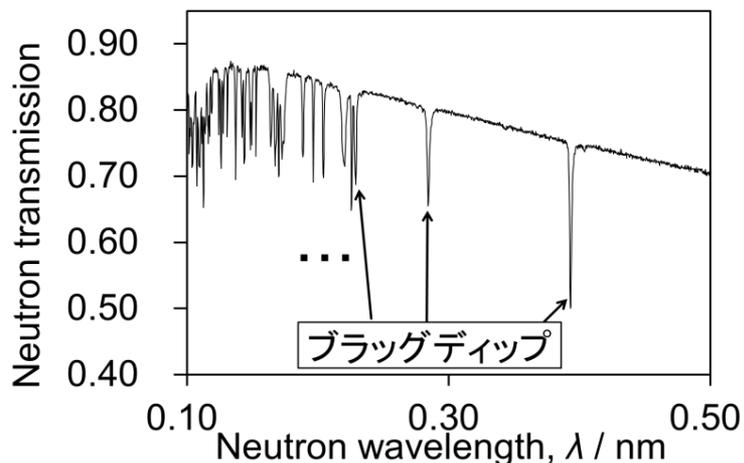


<https://www.jfe-steel.co.jp/products/list.html>  
(2020年6月23日閲覧)

結晶情報（結晶方位、モザイクネス、結晶厚さなど）をバルク状態で、**大面積**にわたって、**非破壊評価**することができる**中性子透過ブラッグディップイメージング**が有用。

# 中性子透過ブラッグディップ

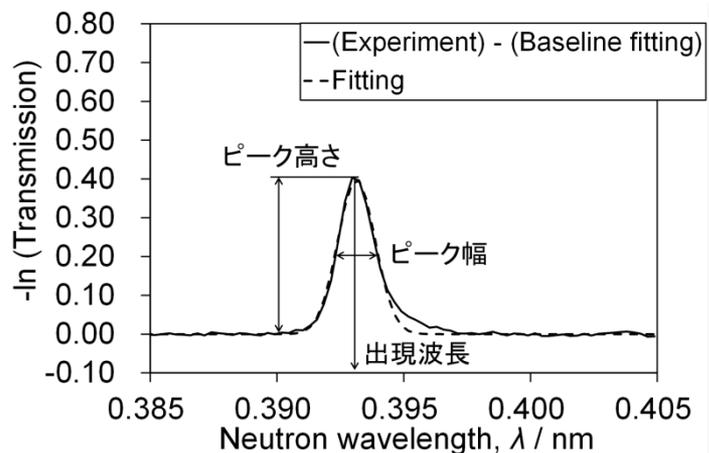
中性子透過率スペクトル  
におけるブラッグディップ



## ブラッグディップ

単結晶や粗大結晶粒の透過率スペクトルにおいて、  
**ブラッグ条件** :  $\lambda = 2d_{hkl}\sin\theta$   
 を満たす波長に現れる。  
 ( $\lambda$ : 波長,  $d_{hkl}$ : 結晶格子面間隔,  
 $\theta$ : ブラッグ角)

プロファイル解析における  
フィッティングの様子



## プロファイル解析により得られる結晶情報

出現波長パターン	→ 結晶方位
幅	→ モザイシティ情報
積分強度	→ 結晶の厚さ

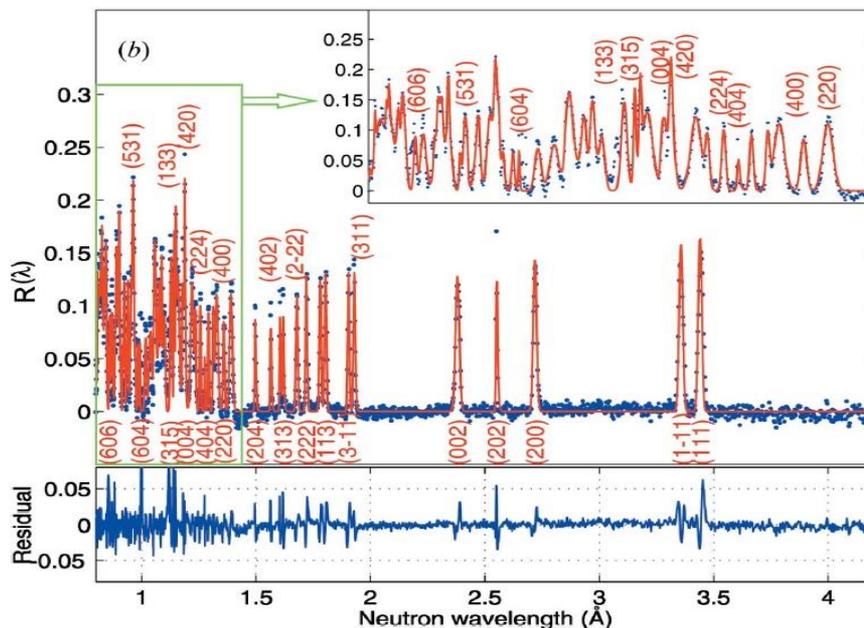
透過法では、回折法で得られる方位情報が失われるため、比較的結晶方位の同定が難しい。

# ブラッグディップ解析の現状①

## フルプロファイルフィッティング解析による詳細な結晶性の評価

全てのブラッグディップに対してプロファイルフィッティングを行う。

フルプロファイルフィッティング解析の様子[1]



○ 詳細な結晶情報を得られる（結晶方位、モザイシティ情報、格子定数）。

△ フィッティングの初期値がわかっている必要がある。

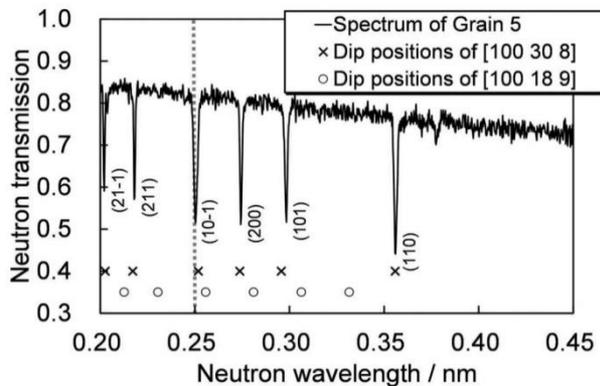
→ 内部で結晶状態が大きく変化している試料のイメージング解析は難しい。

# ブラッグディップ解析の現状②

## ブラッグディップパターン解析による結晶方位イメージング

ブラッグディップの出現波長パターンを検知し、結晶方位とディップパターンのデータベースと照合することで結晶方位を決定する。

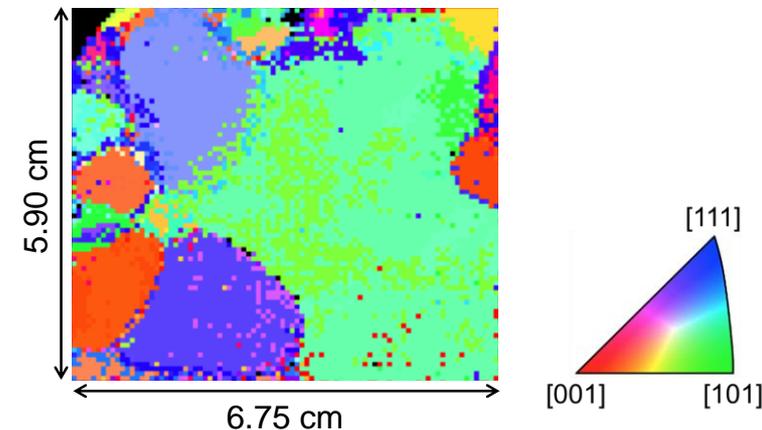
ディップ出現波長パターン[2]



粗大結晶粒からなる  
多結晶試料



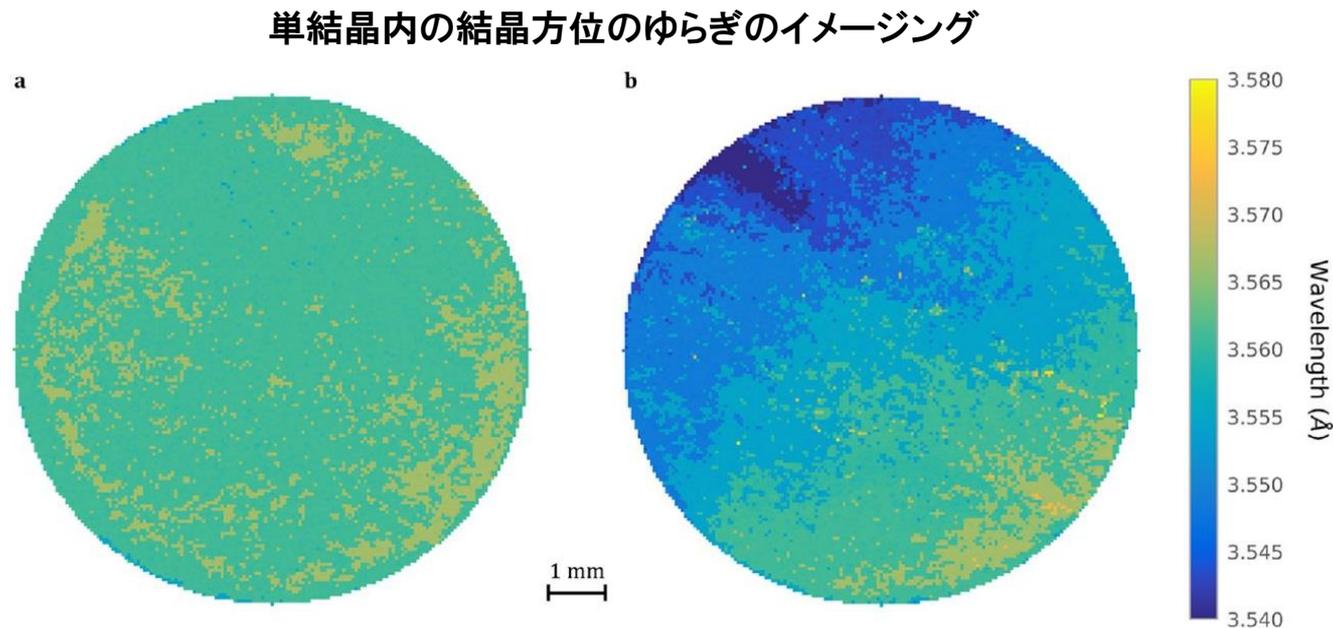
結晶方位のIPFマッピング[2]



○ 結晶方位のイメージングが可能。

△ 結晶方位しか情報が得られない。

ディップ下端の位置をディップ出現波長とみなしてマッピングする。



○ 結晶方位変化のイメージングが可能。

△ 結晶方位変化以外の情報のイメージングができていない。

## 課題

詳細な結晶情報の評価とイメージングの両立ができていない。

## 研究目的

詳細な結晶情報の評価とイメージングの両方が可能なブラッグディップ解析法の開発。

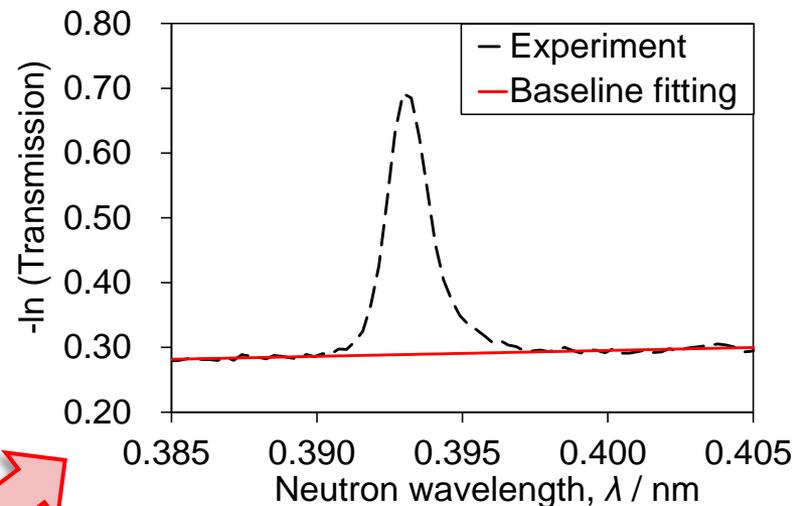
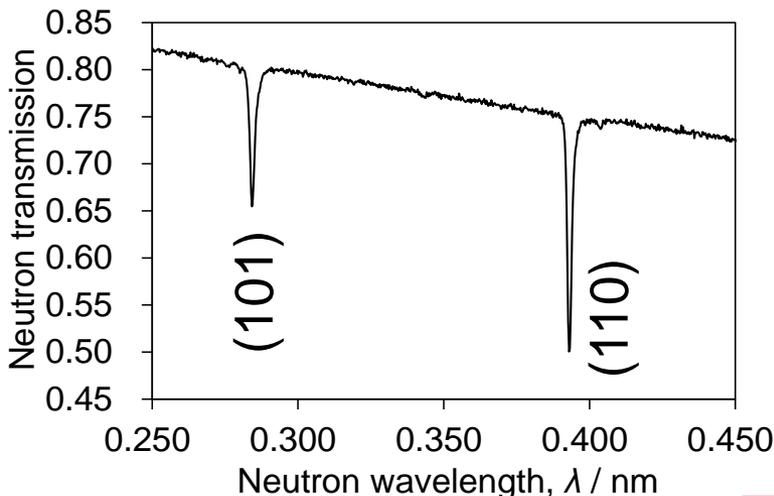
## 報告内容

- 開発したシングルブラッグディッププロファイル解析法の原理
- 実験によるその有効性の検証

# シングルブラッグディップ プロファイル解析法

# シングルブラッグディッププロファイル解析の原理

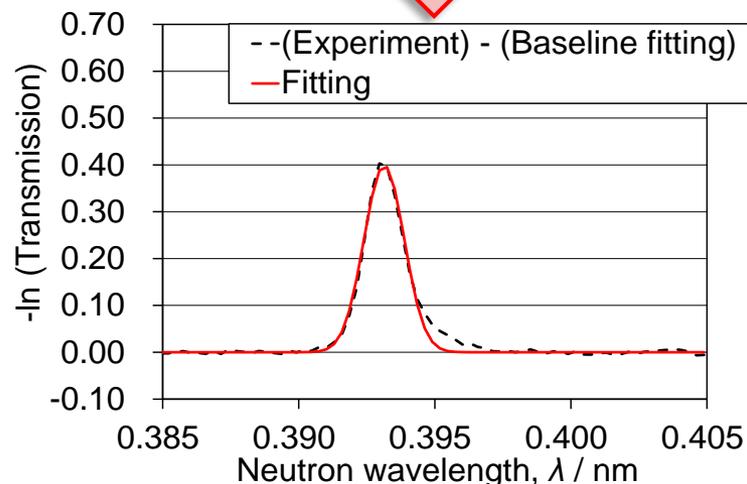
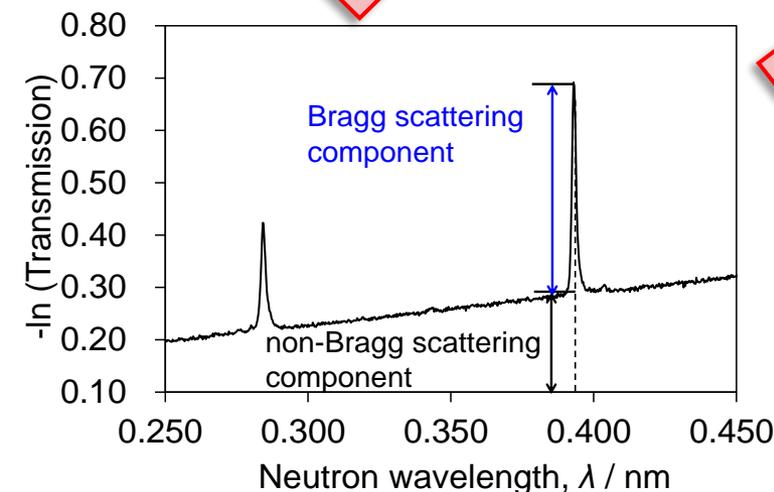
## 中性子透過率スペクトル



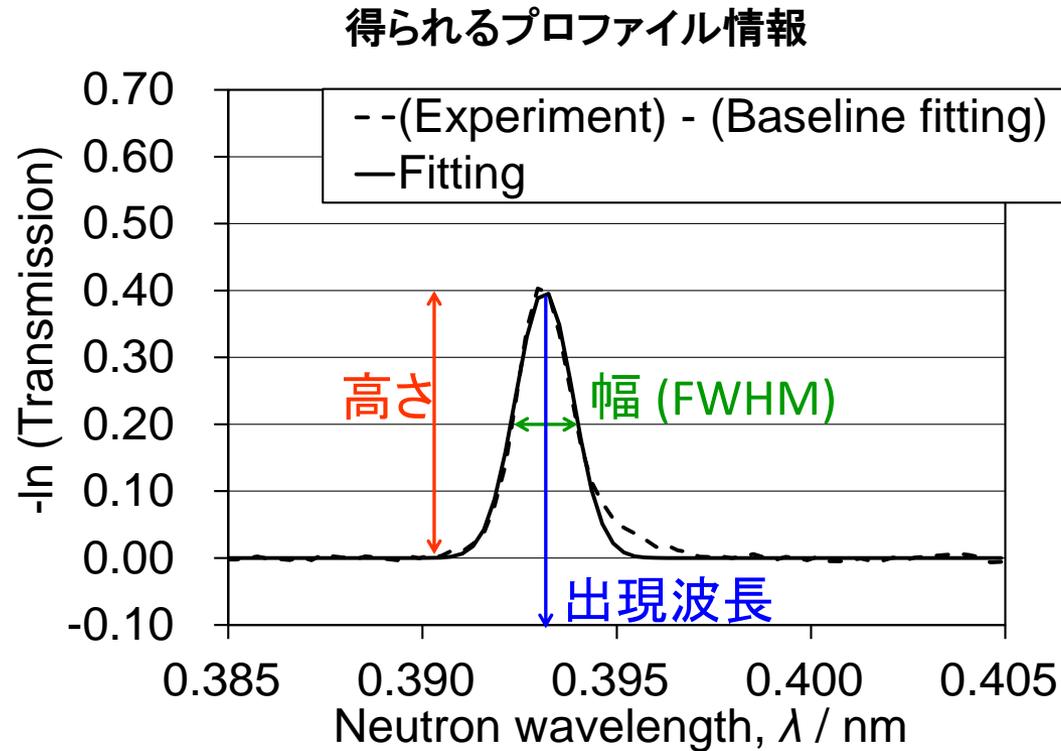
① 縦軸を  $-\ln(\text{Transmission})$  とする

② 非ブラッグ散乱成分を1次関数近似

③ ブラッグ散乱成分に対してフィッティング



# 得られるブラッグディップのプロファイル情報

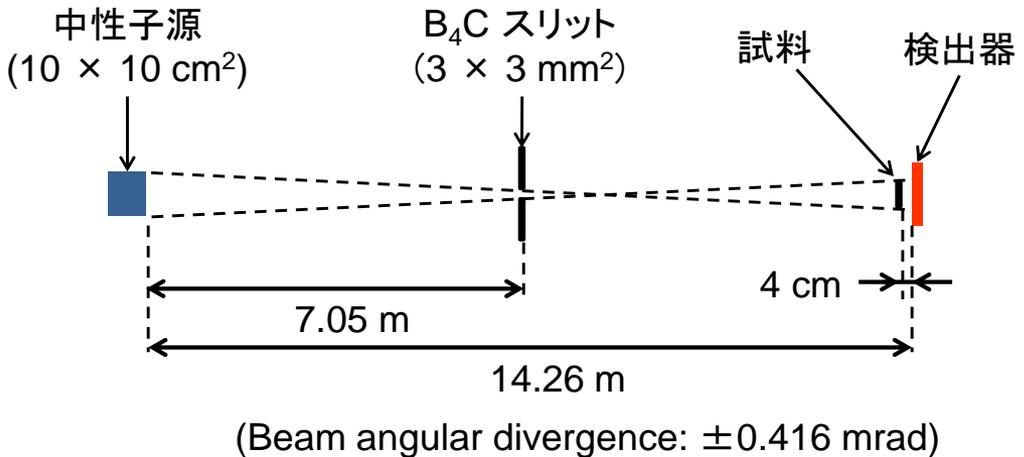


## イメージングしたプロファイル情報

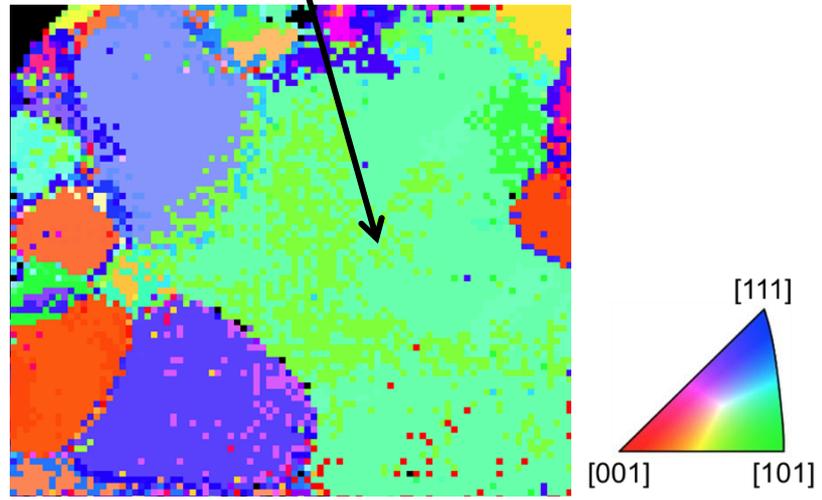
- ✓ 出現波長 ————— 結晶方位
- ✓ 幅 ————— モザイシティ情報
- ✓ 積分強度 (高さ × 幅) ————— 結晶厚さ

- 実験施設 : J-PARC MLF BL10 NOBORU (L/D = 2400)
- 測定試料 : Si鋼板 (Si 3.4wt%,  $6.90 \times 6.75 \text{ cm}^2$ , 厚さ5 mm)
- 測定時間 : 14.5 h
- 検出器 : GEM型検出器 (視野10 cm角、画素サイズ0.8 mm)

測定体系の概略



解析した結晶粒

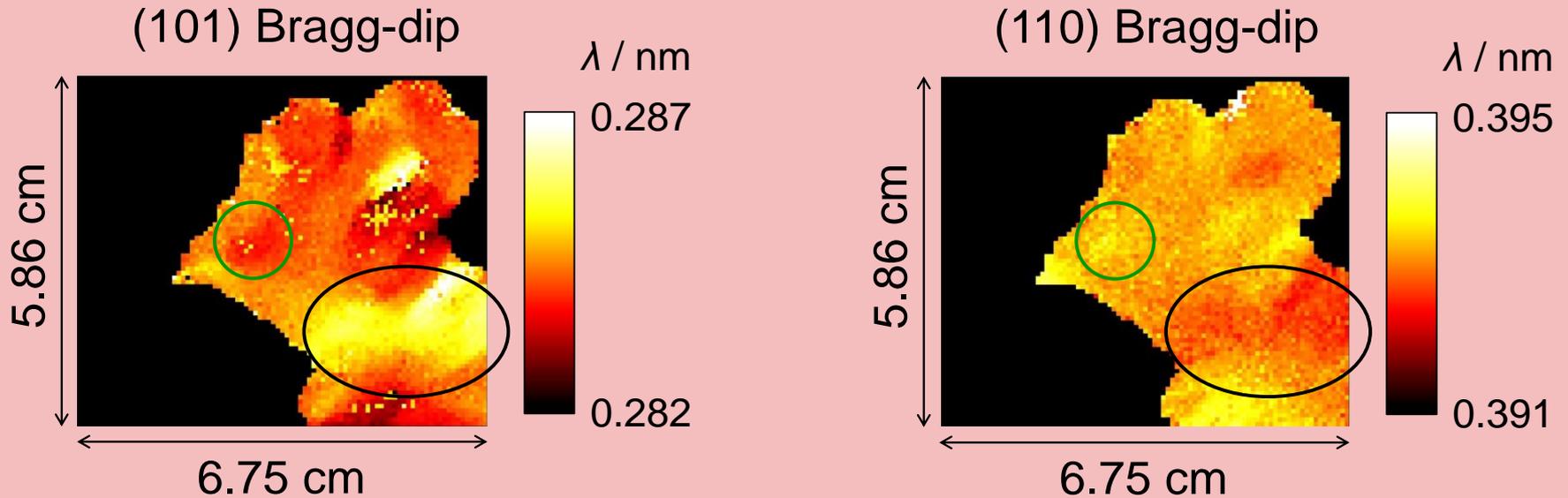


実験協力 : 及川健一・原田正英・蘇玉華 (JAEA・J-PARC)、張朔源 (CROSS)  
試料提供 : 諸岡聡 (JAEA)、戸高義一 (豊橋技科大)

イメージング結果①

ディップ出現波長

# ディップ出現波長のイメージング



結晶粒内の結晶方位変化を観測できている。

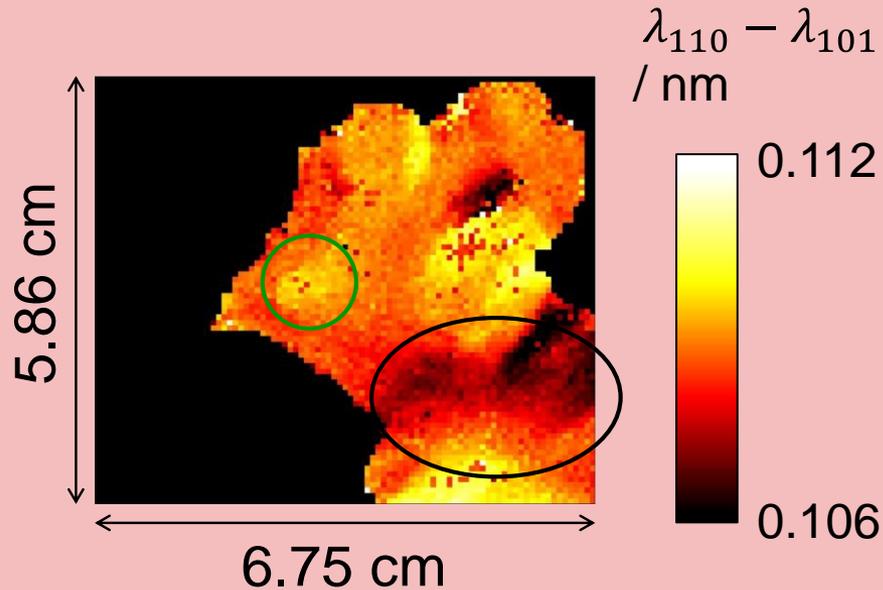
ディップ出現波長位置の比較

結晶面	(101)	(110)
黒円	長	短
緑円	短	長

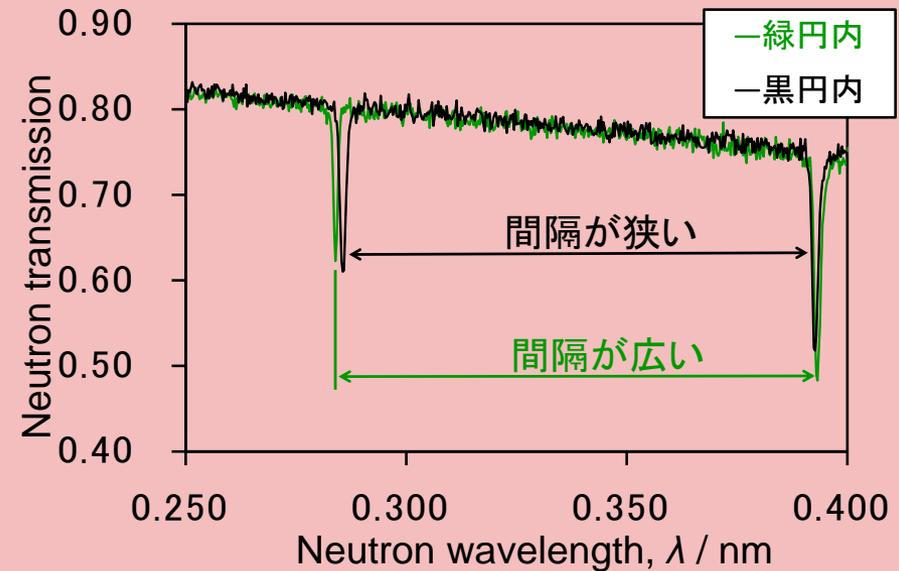
ディップ間隔が変化していると考えられる。

# ディップ間隔のイメージング

(101)-(110) ディップ間隔のイメージング



緑円・黒円内の透過率スペクトルの比較



ディップ間隔の変化 = 結晶方位の変化

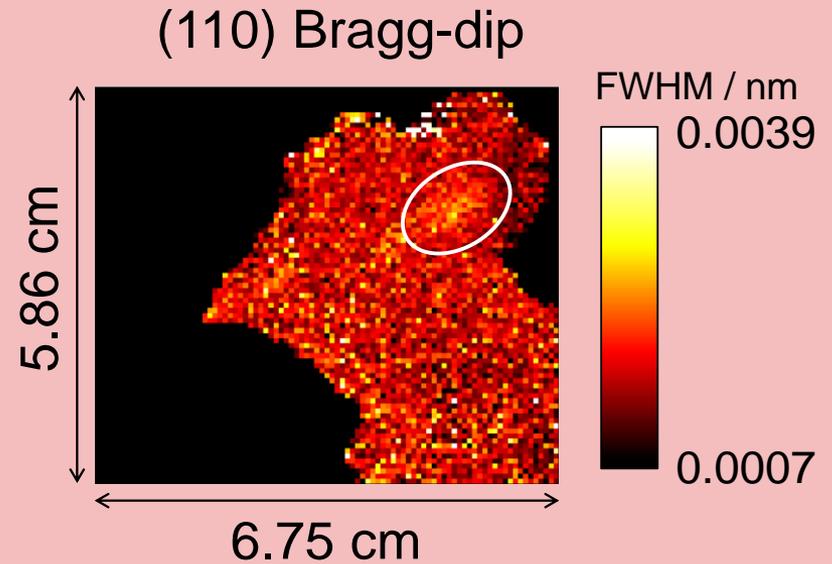
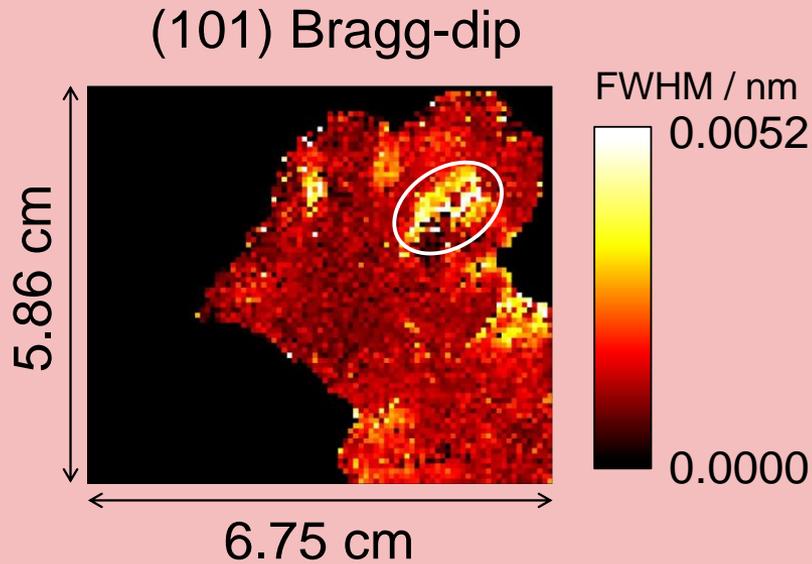
結晶粒内の結晶方位変化を観測できた。

角度にして約 $0.4^\circ$

# イメージング結果②

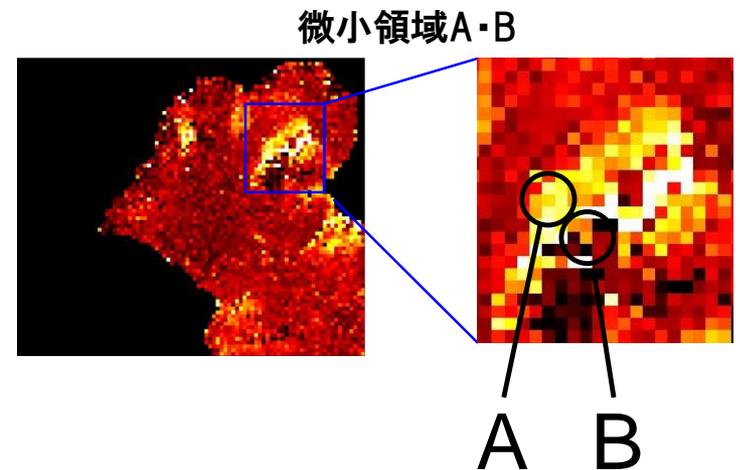
ディップ幅

# ディップ幅のイメージング



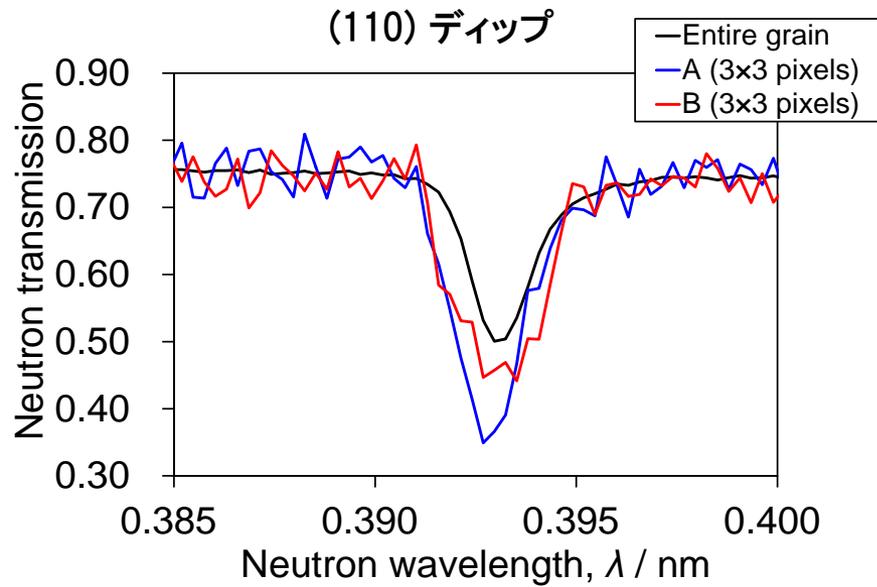
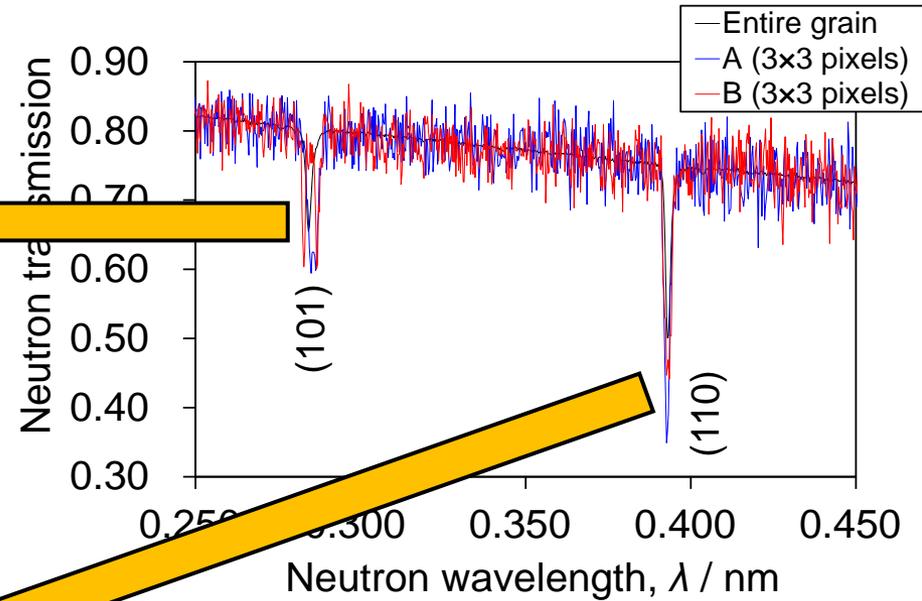
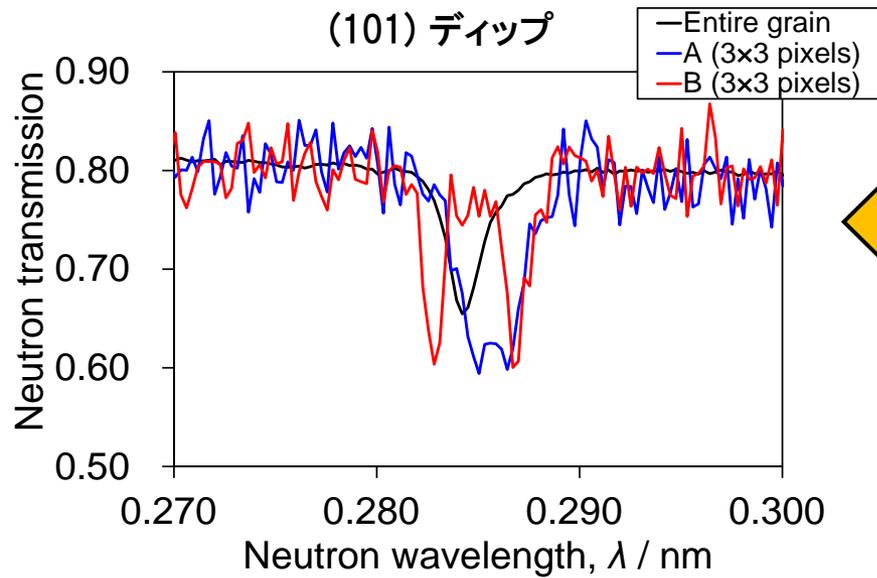
白円内でディップ幅が広がっている。

ディップ幅が広い領域 (A) とその近傍 (B) の透過率スペクトルを詳細解析。



# ディップ幅のイメージング

## - 微小領域の詳細解析



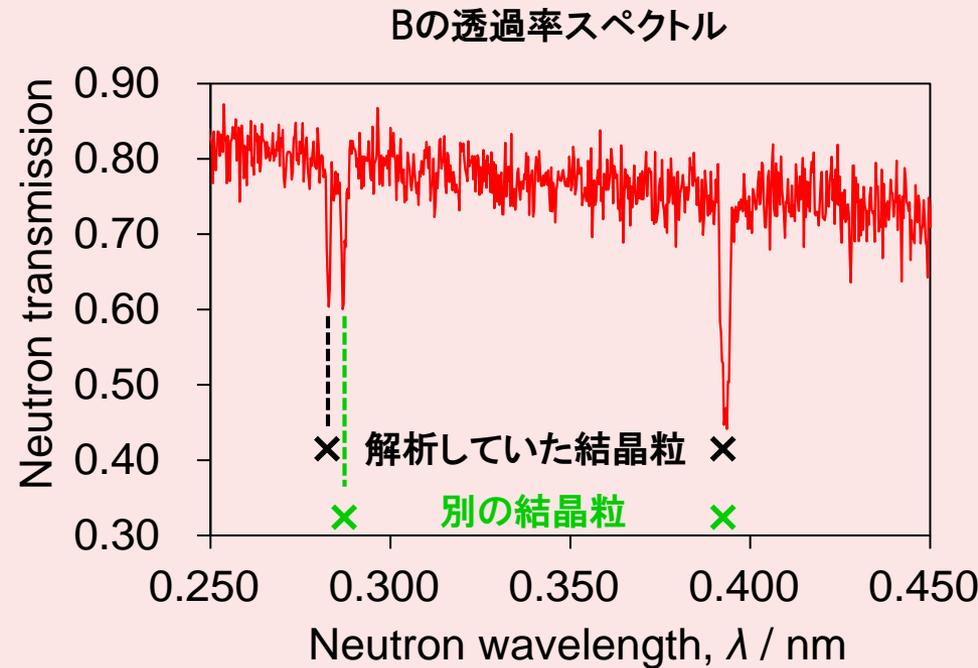
- B
  - (101): 2つのディップ
  - (110): 幅が広い1つのディップ
- A
  - (101): 幅が広い1つのディップ
  - (110): 幅は結晶粒全体と同じ

# ディップ幅のイメージング - 微小領域の詳細解析

## <B>

2つの結晶粒によるディップが重なって現れている。

従来法では観測できなかった  
結晶粒内に存在する別の結晶粒を観測。  
(方位差は約 $0.9^\circ$ )



## <A>

(101) ディップが分裂するほど  
(110) ディップの幅の広がりが表れるほど } 方位差が大きくない

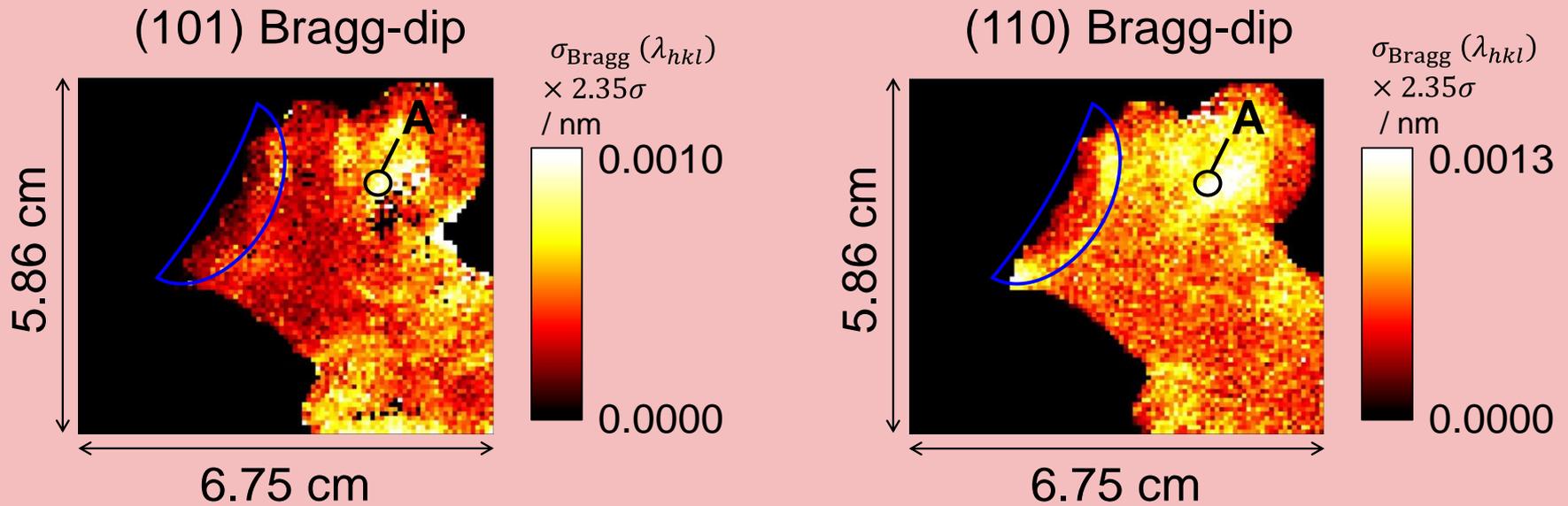
→モザイクブロックの存在を示唆。

(ディップ積分強度のイメージング結果も存在を裏付けていた。)

イメージング結果③

ディップ積分強度

## ディップ積分強度のイメージング



青円内（隣の結晶粒と厚さ方向に重なり合っている領域）

積分強度が小さい  
 = 結晶の厚さ情報を評価できている

微小領域A

積分強度が大きい  
 = 消衰効果が小さい  
 = 結晶子サイズが小さい  
 = 厚さ方向に複数の結晶子が存在している（試料厚さ一定のため）  
 幅のイメージングで観測したモザイクブロックの存在を裏付けている

# まとめ

詳細な結晶情報のイメージングが可能なシングルブラッグディップ  
プロフィール解析法を開発し、粗大結晶粒の測定データに適用した。

## <得られた結晶情報>

- ディップ出現波長・間隔  
結晶粒内の結晶方位変化を観測できた。(角度にして約 $0.4^\circ$ )
- ディップ幅  
結晶粒内に存在する別の結晶粒 (方位差約 $0.9^\circ$ ) とモザイクブロックを観測。
- ディップ積分強度  
モザイクブロックが存在する領域で積分強度が大きくなっていた。  
＝観測したモザイクブロックの存在を裏付けていた。