

## 科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成 24 年 3 月 28 日現在

機関番号：13904

研究種目：基盤研究（A）

研究期間：2008～2011

課題番号：20246102

研究課題名（和文）

3D/4Dマテリアルサイエンスのための新しい結晶方位イメージング手法の創製

研究課題名（英文）

Realization of new crystallographic orientation imaging method for 3D/4D materials science and engineering

研究代表者

戸田 裕之（TODA HIROYUKI）

豊橋技術科学大学・大学院工学研究科・教授

研究者番号：70293751

研究成果の概要（和文）：X線回折(XRD)法を援用した結晶粒界追跡法(GBT)は、材料変形中の個々の結晶粒の精密な解析を可能にする優れた手法である(DAGBT)。XRDとGBTは両方とも非破壊検査法であり、未変形状態から破壊までに至る金属の挙動を「その場」評価できる手法である。また、試験片の変形中には、GBTは結晶粒の形態に3Dでかるサブミクロンの分解能でアクセスでき、各結晶粒の詳細な解析が可能となる。本研究で開発したアルゴリズムにより、DAGBTは、GBTと合わせて、近接XRD回折の結果を基に、個々の結晶粒の結晶方位の詳細な情報を提供することが出来る。

研究成果の概要（英文）：The amalgamation of X-Ray diffraction (XRD) microscopy with grain boundary tracking (GBT) produces a novel method for generating accurate analysis of individual grains during deformation(DAGBT). XRD and GBT are both non-destructive techniques which allow for in-situ characterizing of metals in both an un-deformed state and up to close to fracture. Furthermore, during deformation of the specimen, GBT is able to accesses submicron level analysis of the morphology of the grains in 3-dimensions, allowing for detailed analysis of each grain. Using specially developed algorithms, DAGBT generates accurate information about individual grain orientations utilizing near field

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2008年度	10,300,000	3,090,000	13,390,000
2009年度	6,000,000	1,800,000	7,800,000
2010年度	7,400,000	2,220,000	9,620,000
2011年度	7,400,000	2,220,000	9,620,000
年度			
総計	31,100,000	9,330,000	40,430,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学・構造 機能材料

キーワード：CT、構造材料、画像処理、シンクロトロン放射光、結晶方位、3D/4D マッピング、結晶イメージング、歪みマッピング

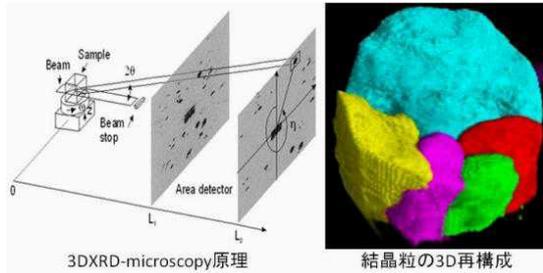
## 1. 研究開始当初の背景

デンマークのRis国立研究所や米国の放射光施設APSでは、下図のように試料を回転させながらX線回折パターンを複数の距離

で連続的に撮影し、異なる試料ースクリーン距離で得られた同一結晶からの斑点の認識と試料内部への外挿により、試料内の各結晶粒の方位を3D的に決定する手法（下図）を開

発している。

近年、SEM内でチャンネルングパターンにより材料表面で結晶方位を決定するSEM-EBSP法(いわゆるOIM)の普及・活

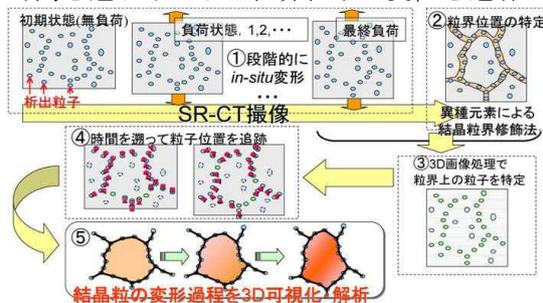


用は進んでいるが、これを3D的に行える手法はAPSの手法(同一の手法)しか存在しない。材料内部の結晶学的情報を、TEMの様な薄膜ではなくバルク材料に対して得る手法は、幅広い材料研究でブレークスルーをもたらす可能性がある。しかし、このような手法は原理的に粗大結晶粒にしか対応できない(結晶粒径50nm程度が限界)。また、原理的に歪んだ結晶の方位の決定は困難であり、力学的性質や材料加工の研究には用いることが出来ない。実際、その応用例は粗大結晶粒材料の再結晶挙動に限られている。

## 2. 研究の目的

代表者は、X線マイクロトモグラフィーの黎明期からいち早くその材料工学への応用を試みて様々な成果を挙げている。その中で、材料中の数百~数万点の粒子変位を同時追跡する手法を開発し、歪みの3D/4D可視化を実現している。また、これをさらに発展させ、材料内の3D/4D結晶粒イメージングができる粒界トラッキング法を開発し、結晶粒の変形や回転挙動の可視化に成功している。この手法の概略と結晶粒可視化例を下図に示す。

まず、外部負荷など外乱下のマイクロ組織像を連続的に撮影し、最後に異種金属で結晶粒界を修飾して粒界上の粒子を抽出する。次に、時間を遡りながら全粒界粒子の変位を追跡し、



これを面で結ぶことで結晶粒を可視化する。本研究では、この手法の成功にヒントを得て、これにさらにX線回折(XRD)を組み合わせることで、RisやAPSとは全く異なる原理による3D結晶方位イメージングが、より高精度かつ適用範囲の広い形で実現できると発案

した。

## 3. 研究の方法

まず、上述の粒界トラッキング技術を、なるべく多くの粒子(数万個レベル)を高精度で同時追跡できる追跡法の開発(具体的には、粒子軌道予測や粒子凝集部の局所パターンマッチング技術)により本研究の目的に堪えるものとする。次に、試料を回転しながら細束X線を走査し、3Dで内部各位置の結晶方位を解析するスキャン・ローテーションXRD技術を開発する。これらを組み合わせ、結晶粒を3D表示してそれらの結晶方位をすべて特定できる技術を完成する。また、材料工学の各種研究に応用する上での問題点と実用性の確認を行うため、実際にこの手法を適用し、得られた知見を手法開発にフィードバックする。

## 4. 研究成果

### (1) 開発手法の概要

粒界トラッキング技術を、数万個レベルの粒子を高精度に同時追跡できるものに引き上げるため、各粒子の軌道予測や粒子凝集部の局所パターンマッチング技術(Springモデルなど)を開発して対応した。これにより、材料中の多数の結晶粒を抽出できるようになった。実際にこの技術を、き裂進展、延性破壊という2つの問題に適用し、これまでより高精度な粒子追跡や歪みマッピングが出来ていることを確認した。この確認実験では、き裂進展のその場観察と評価の実現、延性破壊の起源の解明という、2つの材料学的な成果も得られている。

次に、試料を回転しながら細束X線を走査し、3Dで内部各位置の結晶方位を解析するスキャン・ローテーションXRD技術を開発した。このため、大型放射光施設Spring-8で実験を繰り返すとともに、そこで得られた回折斑点に関する幾何学的情報を用いてアルゴリズムの構築を行った。また、これらの手法を融合することで(セットアップを切り替え同じ試料に対し両方の計測を行う)、バルク材料内で結晶粒界および結晶方位分布を再構成できる3D結晶方位イメージング手法を実現した。開発した手法の実験手順は下記の通り;

① 細束X線によるスキャン・ローテーションXRD計測を行う

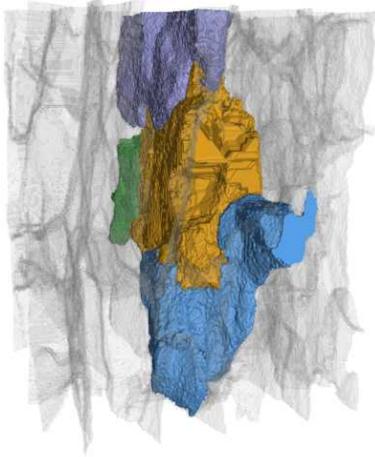
② トモグラフィーセットアップに切り替え、外部負荷や加熱など外乱下のマイクロ組織を連続的に3D撮影(i.e. 4Dイメージング)する

③ 液体金属を試料に塗り、結晶粒界を異種金属で修飾する。これを3D撮影し、結晶粒界の3Dイメージを取得

④ 粒界修飾有無の2つの3D画像を比較し、マスク処理により粒界上の粒子などを抽出

(~数万個レベル)

- ⑤ 抽出された全粒子を、時間を遡って初期画像まで、全自動、高速、大規模(数万点規模)、かつ高精度で追跡する
- ⑥ 粒界粒子を面で結び、全ての結晶粒形状を再構成する。これにより、材料内部の全ての結晶粒形状・サイズの変化を3D画像で定量的に把握する(下図参照)
- ⑦ 最後に、細束X線によるスキャン・ローテーションXRD計測により得られた膨大な数のX線回折斑点を再構成された結晶粒と対応させ、各結晶粒に結晶方位を割り当てる。

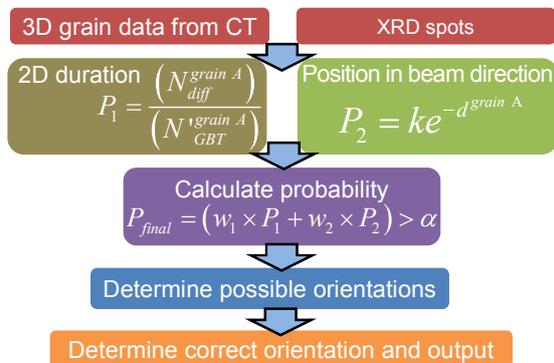


その後、材料工学の各種研究に応用する上での問題点と実用性の確認を行うため、①変形・破壊、②塑性加工、という二つの異なる問題にこれを適用し、得られた知見を手法開発にフィードバックした。

(2) 結晶方位割り当て手法の詳細

以下に、この手法の鍵となる上記⑦の手法に関して詳述する。

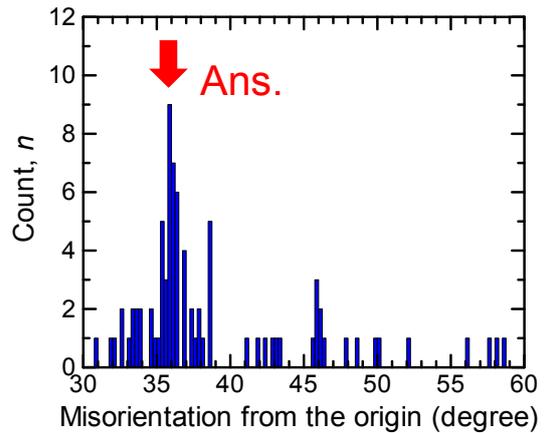
下図に、このパートのメインとなる結晶粒と回折斑点の対応決定手法のフローチャートを示す。ここで主に用いるのは、GBT法で得た結



晶粒形状(正確にはその2D投影)と特定の回折斑点の持続範囲である。この対応の程度を確率P1で表示する。一方、各回折斑点と結晶

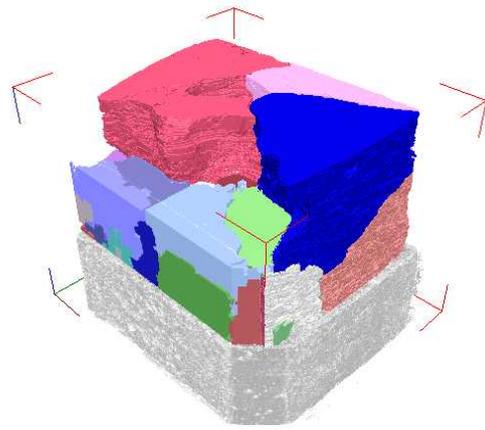
粒の重心位置の近さを表す確率P2を左下図の様に決める。

これらP1、P2から総合確率Pを算出し、これにより結晶粒と回折斑点の対応の程度を判別する。対応の良いものを、閾値を決めることで抽出した後、それらのうち、任意の2つの回折斑点のペアから計算される結晶方位をリスト化する。ある一群の回折斑点が特定の結晶粒から来ると仮定すると、それらの内で任意の2つの回折斑点のペアから計算される結晶方位は矛盾せず整合する。一方で、どちらか一方が別の結晶方位から来る場合、全く異なる結晶方位(誤答)を与える。



Histograms for 83 orientations

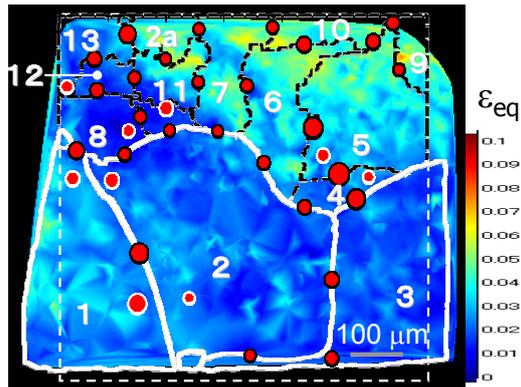
これを基に、最も高い頻度で計算される結晶方位をその結晶粒の結晶方位として決定する。上図は、一例として、ある結晶粒に関連すると予測される15個の回折斑点から計算される結晶方位のマッピングを示したものである。このうち、35.8°前後の方位が最も頻度が高く、この結晶粒の結晶方位はこの値が正しいと判別される。



Perspective views of all the grains (Some grains not displayed)

上図は、この様にして得られる多結晶組織可視化の例である。これはモデル多結晶合金であるが、いくつかの結晶粒が入り組んだ複雑な様相を呈している。

このモデル材料に対して、各結晶粒の結晶方位を解析してテイラー因子を計算し、隣接する結晶粒のテイラー因子の比を計算して表示し、かつ結晶粒内部の歪み局在化を示すマッピングを重ねたものが上図である。これは、ある特定の仮想断面上でのデータを表示している。本手法の実現により、このように複雑な組織を呈する現実の多結晶材料の結晶学的



— GB extracted with GBT  
 - - - - - GB extracted with XRD  
 ●  $M_{\text{hard}} / M_{\text{soft}}$  on this section  
 ○  $M_{\text{hard}} / M_{\text{soft}}$  on neighboring planes  
 \*Circle size denotes the degree of these ratios

な変形挙動を解析し、理解することが可能となった。

#### 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 12 件)

- ① H. Toda, E. Maire, Y. Aoki, and M. Kobayashi, Three-dimensional strain mapping using in-situ X-raysynchrotron microtomography, J. Strain Anal. Eng. Des, Vol. 46, p549-561, 2011, 査読有
- ② H. Toda, A. Miyawaki, K. Uesugi, Y. Suzuki and M. Kobayashi, Localized deformation during fracture of high-strength aluminum alloy, Procedia Engng, Vol. 10, p2598-2603, 2011, 査読有
- ③ H. Toda, E. Maire, S. Yamauchi, H. Tsuruta, T. Hiramatsu and M. Kobayashi, In situ observation of ductile fracture using X-ray tomography technique, Acta Materialia, Vol. 59, p1995-2008, 2011, 査読有

- ④ H. Toda, E. Maire, S. Yamauchi, H. Tsuruta, T. Hiramatsu, M. Kobayashi, In situ observation of ductile fracture using X-ray tomography technique, Acta Materialia, 59, p1995-2008, 2010, 査読有
- ⑤ H. Toda, H. Oogo, K. Uesugi, M. Kobayashi, Roles of Pre-Existing Hydrogen Micropores on Ductile Fracture, Materials Transactions, Vol. 50, No. 9, p2285-2290, 2009, 査読有
- ⑥ H. Toda, K. Minami, K. Koyama, K. Ichitani, M. Kobayashi, K. Uesugi, Y. Suzuki, Healing behavior of preexisting hydrogen micropores in aluminum alloys during plastic deformation, Acta Materialia, Vol. 57, p4391-4403, 2009, 査読有
- ⑦ Y. Ohkawa, M. Kobayashi, H. Toda, T. Kobayashi, K. Uesugi and Y. Suzuki, Three-Dimensional Analysis of Grain Deformation Behavior in Al-Cu Alloy by High-Resolution X-ray Computed Tomography, Proc. ISAEM 08, p78, 2008, 査読有
- ⑧ M. Kobayashi, H. Toda, K. Uesugi, 3D/4D Deformation and Fracture Analysis by Tracking Microstructural Features in High-Resolution Computed Tomography, Proc. ISAEM 08, p16, 2008 査読有

[学会発表] (計 8 件)

- ① 戸田裕之, Diffraction-Amalgamated Grain-Boundary Tracking (DAGT) Technique Applied to Deformed Polycrystalline Al-alloy, 日本金属学会第 150 回春期大会, 2012 年 3 月 30 日, 横浜国立大学常盤台キャンパス
- ② 神子貴信、戸田裕之、X 線解析援用粒界粒子追跡法による結晶粒変形挙動解析, 日本金属学会・日本鉄鋼協会東海支部第 21 回学生による材料フォーラム, 2011 年 12 月 1 日, 名古屋工業大学
- ③ 神子貴信、戸田裕之、結晶方位三次元測定と粒界粒子追跡法による結晶粒変形挙動解析, 軽金属学会第 121 回秋期大会講演概要集, 2011 年 11 月 12 日, 早稲田大学
- ④ LeClere Darren J, Hiroyuki Toda, Novel combination of 3DXRD and Grain boundary tracking for grain mapping of a polycrystalline Al-alloy, 日本金属学会第 147 回秋季講演大会, 2010 年 9 月 27

- 日、北海道大学
- ⑤ 戸田裕之、X線CTにおける分解能の評価と改善：現状と課題、日本鉄鋼協会 第160回秋季講演大会 鉄鋼協会シンポジウム「3D/4D イメージングの現状と展望：共通基盤技術の形成に向けて」、2010年9月27日、北海道大学
  - ⑥ 大語英之、戸田裕之、アルミニウム合金の延性破壊に占める内在水素ミクロポアの役割、日本金属学会 第146回春季講演大会、2010年3月29日、筑波大学
  - ⑦ 水関康晴、戸田裕之 結晶方位情報を考慮した多結晶材料の4D変形挙動解析、日本金属学会 第146回春季講演大会、2010年3月29日、筑波大学
  - ⑧ 小林正和、粒界粒子追跡によるアルミニウム合金の三次元結晶粒変形挙動解析、軽金属学会 第114回春季大会、2008年5月10日、愛媛大学

[その他]

ホームページ等

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

戸田 裕之 (Toda Hiroyuki)  
豊橋技術科学大学 大学院工学研究科  
研究者番号：70293751

### (2) 研究分担者

小林 正和 (Kobayashi Masakazu)  
豊橋技術科学大学 大学院工学研究科  
研究者番号：20378243

### (3) 連携研究者

( )

研究者番号：