

演題その1

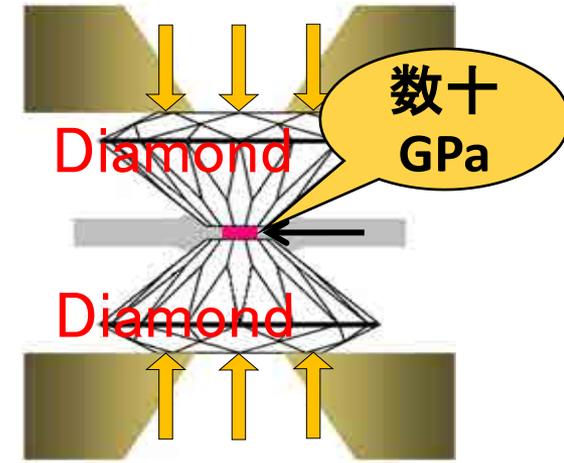
ウィークビーム法を用いた人工 ダイヤモンドの3次元トポグラフ

岡本博之¹, 水野 薫², 森川公彦², 中野智志³,

¹金沢大医薬保健, ²島根大総合理工, ³物質・材料機構

本来の実験目的

- ・3次元X線トポグラフィによる高圧実験用ダイヤモンドの**事前評価**
(どのような結晶が高圧実験に耐えるか)
- ・加圧済み結晶を使いダイヤモンドの塑性変形メカニズムを明らかにする



Diamond Anvil Cell (DAC)



3次元トポグラフィで観察された、屋根型の面状欠陥の正体を明らかにするため、人工ダイヤモンドで観測された面状欠陥(積層欠陥)と比較する

今回の目的 (準備段階)

- ・ウィークビーム条件を利用した3次元トポグラフィ法により、人工ダイヤモンド中に存在する積層欠陥を明瞭に観察する

実験 X線トポグラフィについて

完全性の高い結晶からの回折X線の強度コントラストを、二次元検出器に投影することによって結晶を評価する、非破壊的評価手法

↓
3次元的情報を二次元検出器で観察するため

格子欠陥が存在する場所に任意性が残る

↓
多数の断層写真(セクショントポグラフ)を撮影

↓
三次元的に再構成

三次元トポグラフ

3次元トポグラフィ装置 (KEK-PF BL-20B)

セクショントポグラフィ(断層写真)の重ね合わせ

特徴: 欠陥の3次元的位置を特定できる

ビームサイズ 10 μ m \times 5mm

回折面 (111)

波長 1.20 \AA

移動ステップ 5 μ m

撮影枚数 約600枚

上下方向に移動

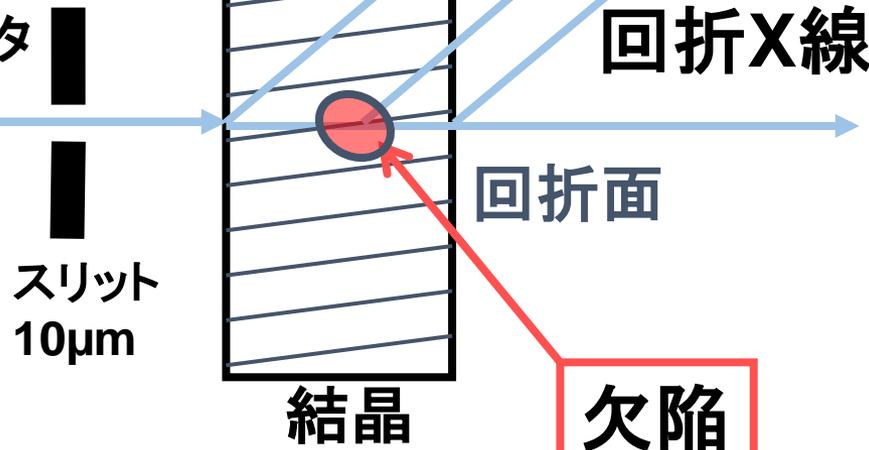
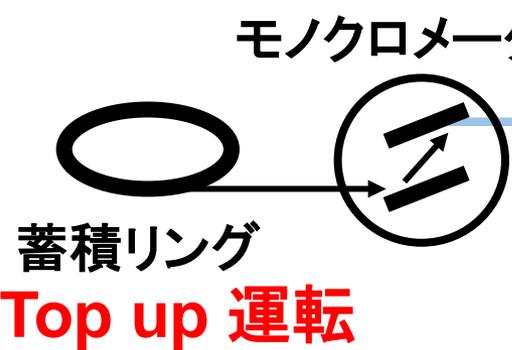


断層像

2次元検出器
CCDカメラ等

欠陥像

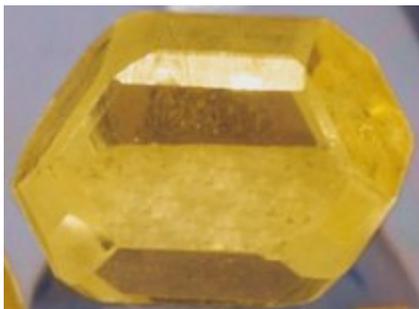
欠陥



人工ダイヤモンド単結晶



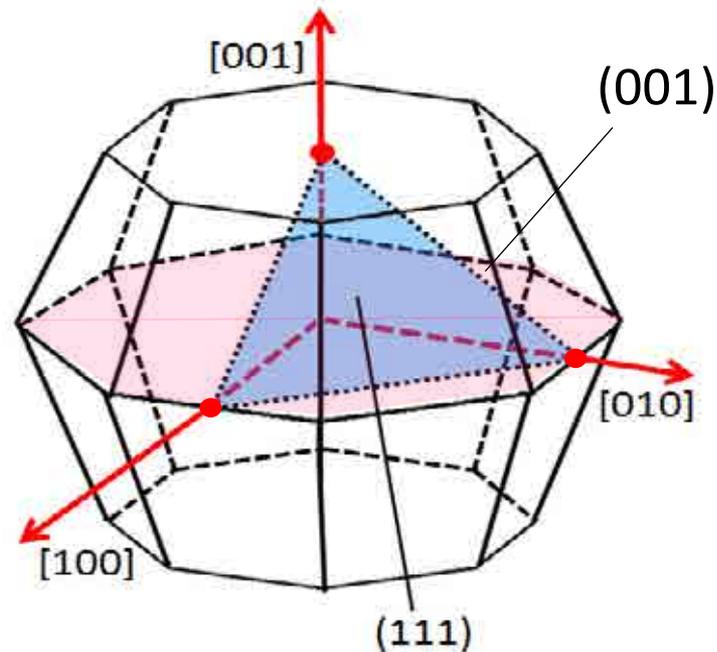
タイプ I b



1.0mm

使用した結晶の外形

スミクリスタル: 住友電工

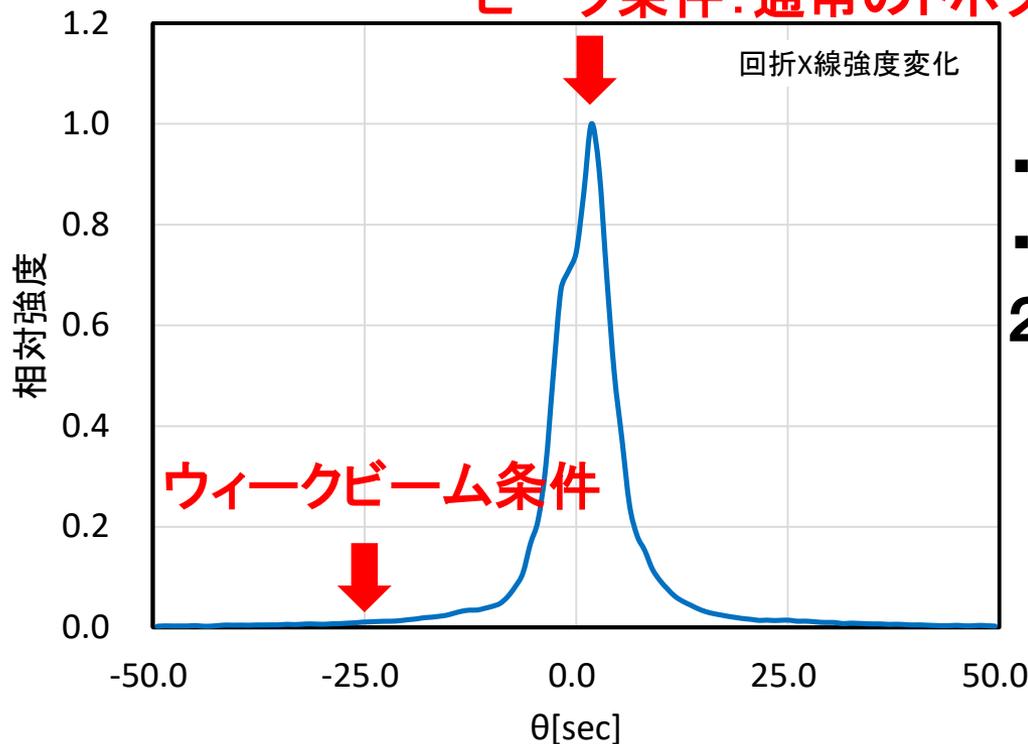


結晶の面指数

(111)を回折面として使用

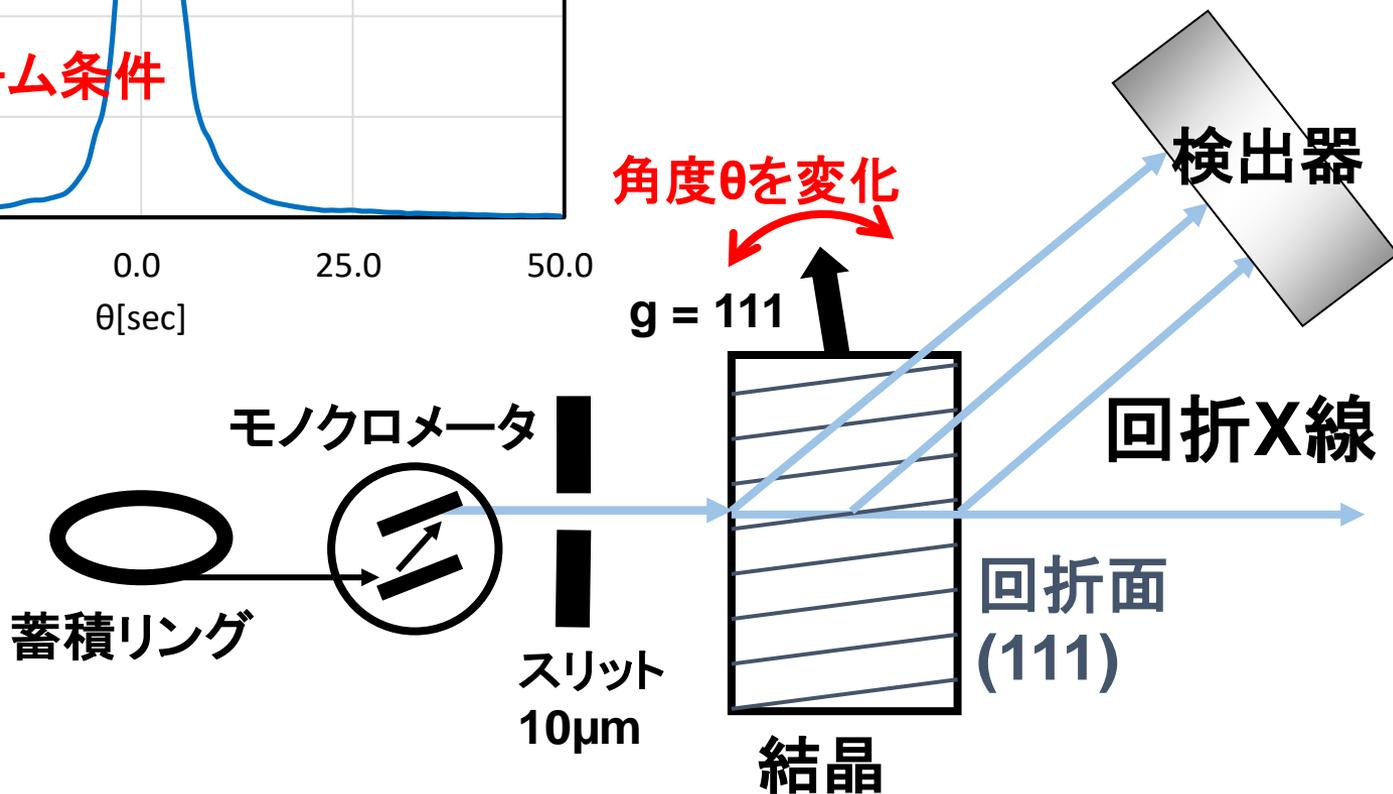
入射角を変化させたときの回折強度の測定

ピーク条件: 通常のパノグラムの撮影条件



- ・回折強度のピーク
- ・ピークから25[sec]ずらした2つの条件で3Dトポを撮影

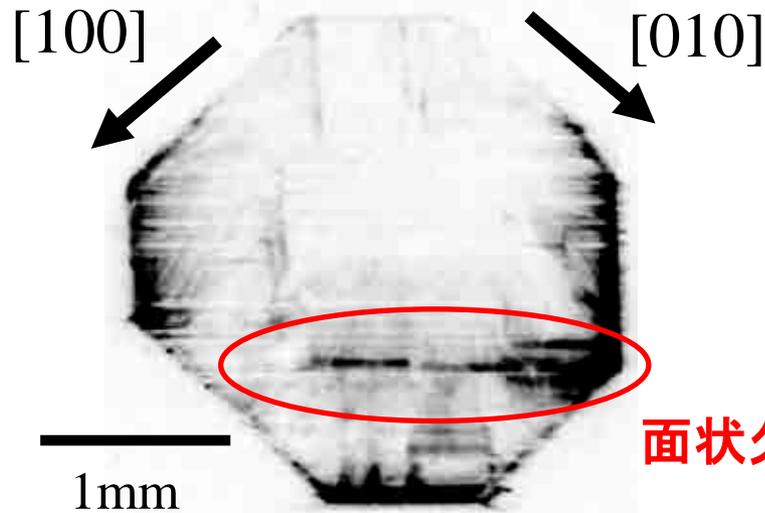
ウィークビーム条件:
転位や不純物など
による歪場の影響を
避けられるのでは



結果

ピーク条件

[001]方向から観察



面状欠陥の存在

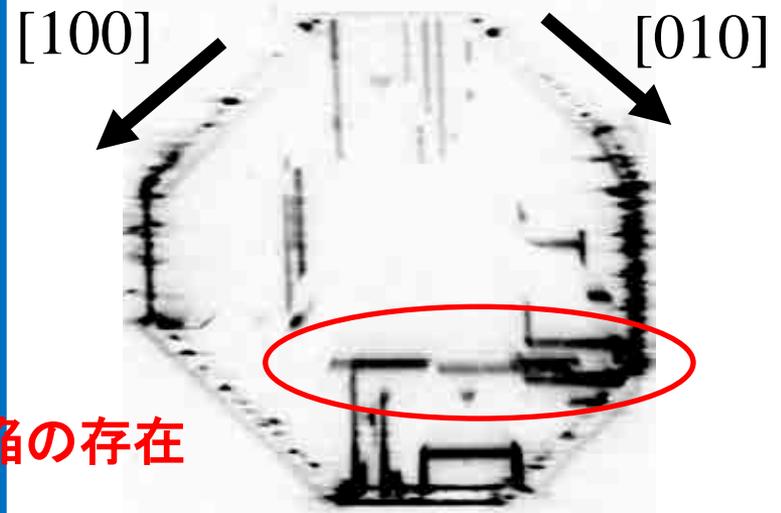
X-ray

[11-1]方向から観察



ウィークビーム条件

[001]方向から観察



X-ray

[11-1]方向から観察



まとめ

- ・回折条件を変化させた撮影により、ピーク条件とウィークビーム条件の二種類の3次元トポグラフィが得られた
- ・二種類の3次元トポグラフィで、 $\{111\}$ 面に面状欠陥が観察された
- ・回折面(111)と平行な面状欠陥は観測されなかったの
で、面状欠陥は積層欠陥と考えられる
- ・ピーク条件では、周囲に存在する歪に邪魔されて積
層欠陥の形状が不明瞭であるが、ウィークビーム条
件では明瞭であった

全く別な話ですが、つづけてさせて
いただき……

演題その2

位相イメージング法による 日本刀の観察

DEI法と単スリット法による観察の比較

岡本博之¹, 水野 薫², 森川公彦²

¹金沢大医薬保健, ²島根大総合理工

日本刀とは？

- 日本刀(にほんとう)は、日本固有の鍛冶製法によって作られた刀類の総称
- 一般に、反りがあり刀身の片側に刃がある刀剣
- 焼入れにより、刀の表面にはマルテンサイトと呼ばれる非常に固い組織が現れる。マルテンサイトの入り方によって、肉眼で地鉄の表面に刃文が丸い粒子状に見えるものを銚(にえ)または沸(にえ)と呼び、1つ1つの粒子が見分けられず細かい白い線状に見えるものを匂(におい)と区別する。

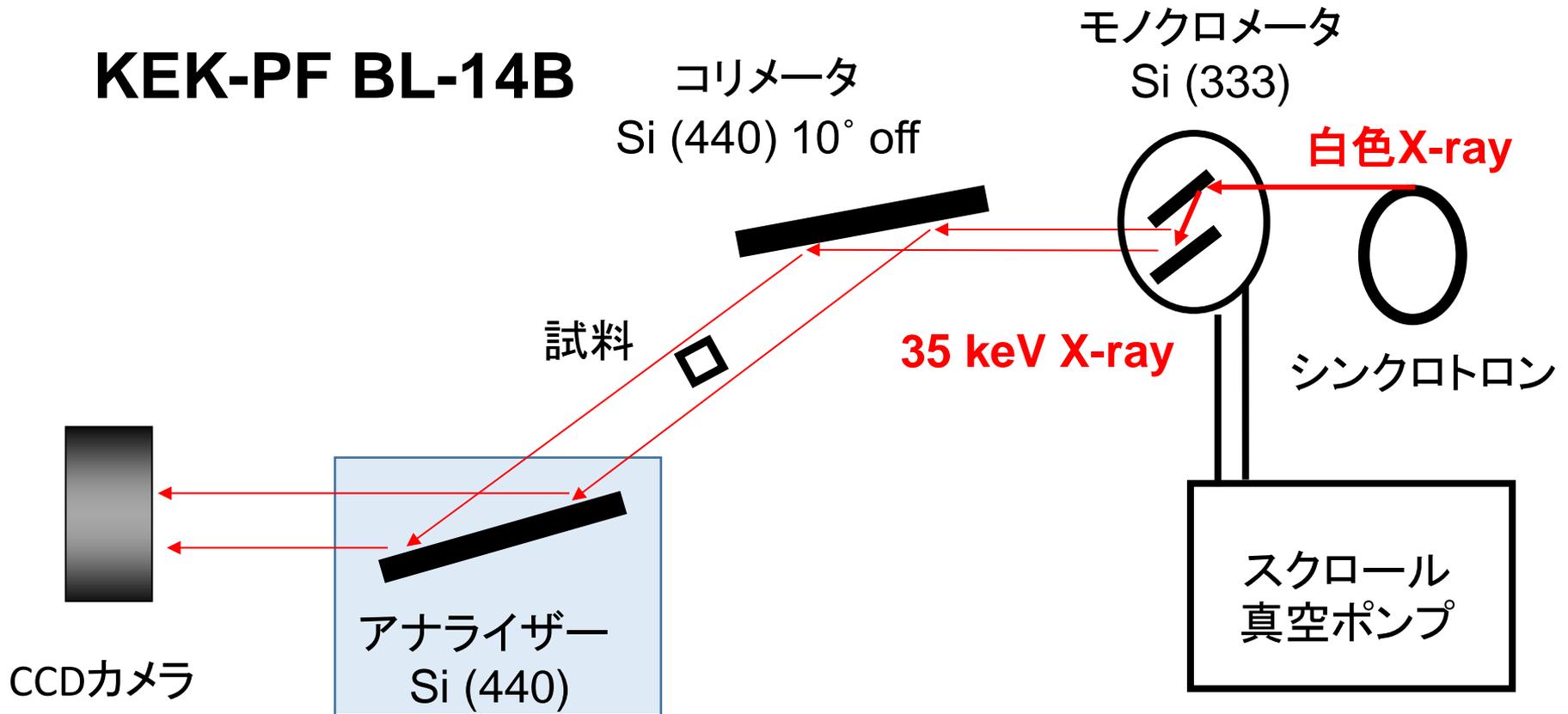


- 日本刀断片を用いて、焼入れにより刀剣内に生じるマルテンサイト等の組織の分布を、2種類の位相イメージング法により観察する

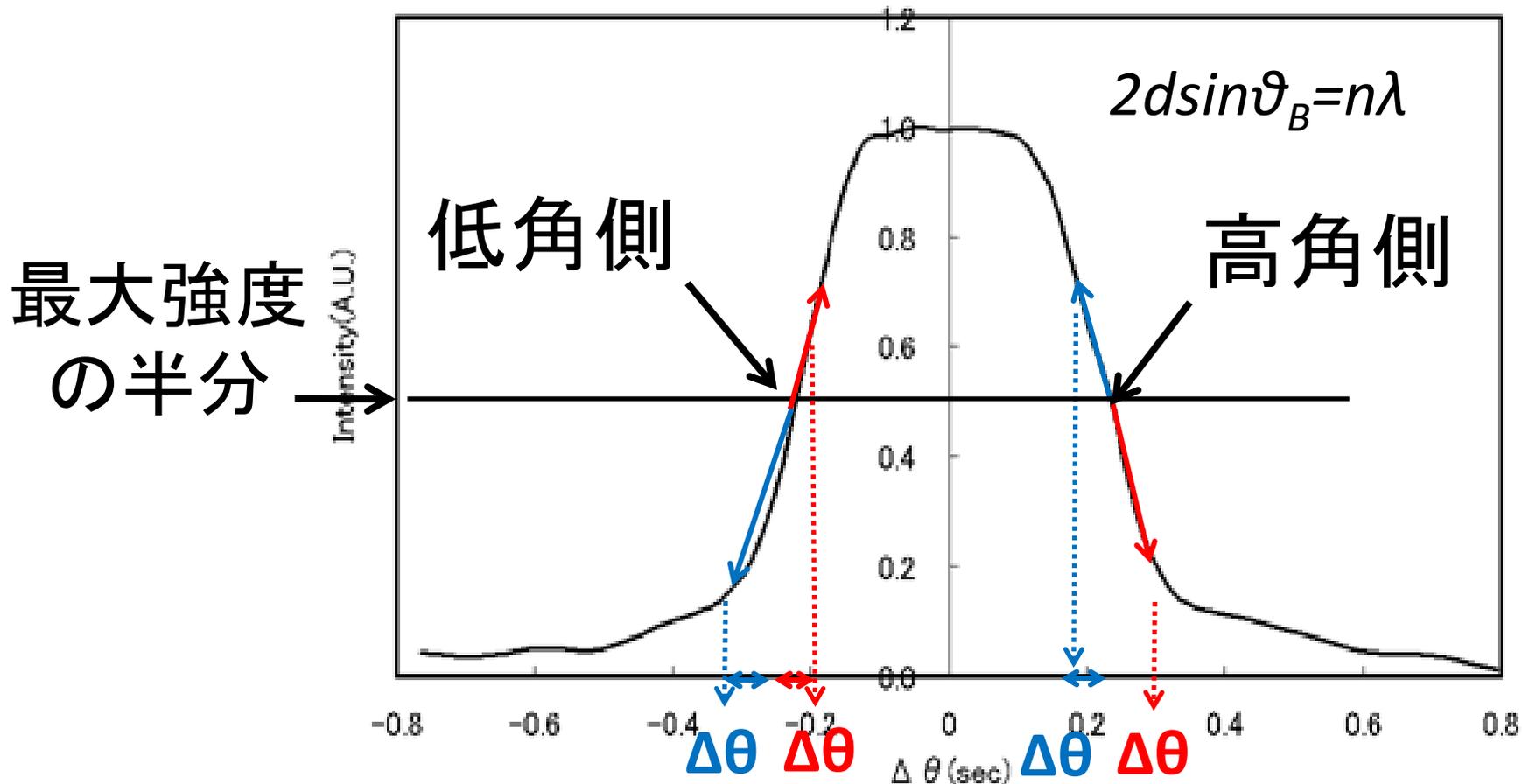
実験 位相イメージング法その1

DEI装置の概略

DEI: Diffraction-Enhanced X-ray Imaging



アナライザーを回転させたときの、**ロッキングカーブ**



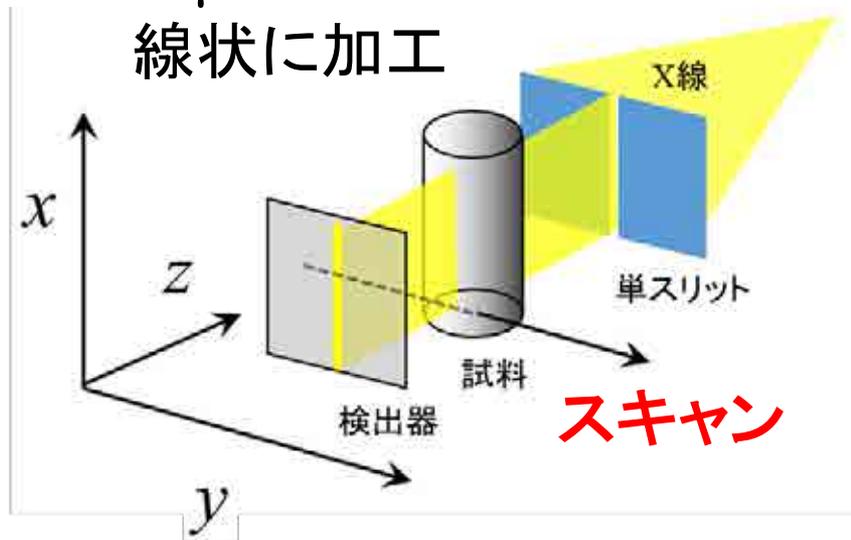
試料によりX線に屈折が生じる → アナライザーへの入射角が変化する
→ ロッキングカーブに従って回折強度が変化する

DEI法とは、アナライザーにより**屈折角** $\Delta\theta$ を**コントラスト**に変換する手法
特徴： 屈折角の変化を**高感度**に検出できる (屈折角分解能が良い)

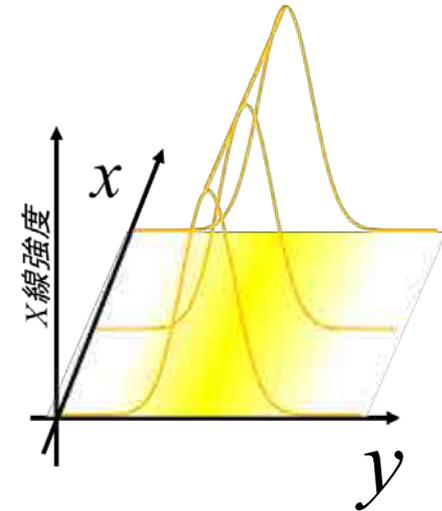
実験 位相イメージング法その2

単スリット法の原理

10 μm 程度の単スリットでビームを線状に加工



2次元検出器で観測される、 y 方向の強度分布



- ・回折
 - ・発光点の広がり
 - ・CCDシンチレータでのボケ
- などによって線状の像は試料が無くても広がる

試料を置くと ←



線状の像の変形を精密に検出できれば、X線と試料の相互作用の種類と程度が分かるはず

実験 単スリット法の原理

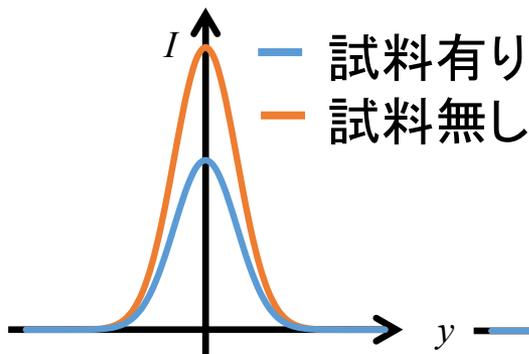
X線が試料と相互作用をすると強度分布に何が起こるか

①積分強度の変化

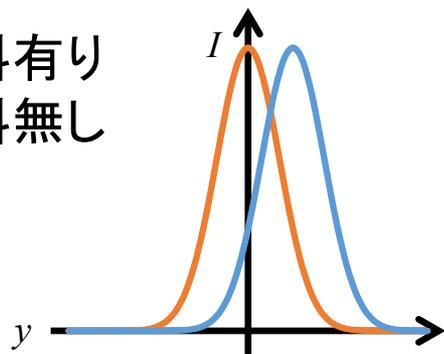
②重心の変化

③標準偏差の変化

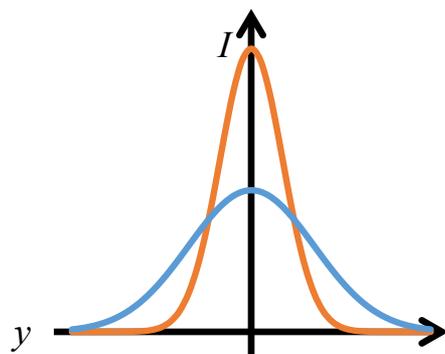
全ての効果による変化



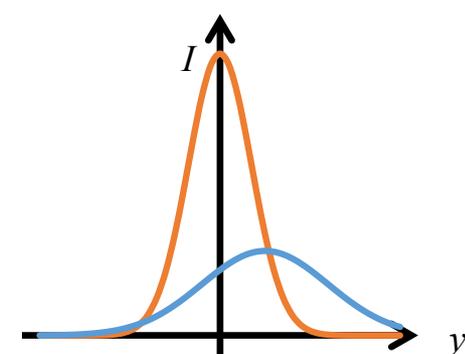
試料により吸収が生じる



試料の外形により屈折が生じる



試料中微細構造により散乱が生じる



実際には試料により①～③が同時に生じる

CCDカメラ*i*番目のピクセル位置 y_i における強度 I_i

このような統計量を計算すれば各情報が得られる

$$\text{積分強度} : I_{int} = \sum_{i=1}^n I_i$$

$$\text{重心位置} : y_{ex} = \sum_{i=1}^n \frac{I_i}{I_{int}} y_i$$

$$\text{標準偏差} : S = \sqrt{\sum_{i=1}^n \frac{I_i}{I_{int}} (y_{ex} - y_i)^2}$$

単スリット法で画像化する量

試料有りと無しの場合で左記統計量を計算し、以下の量を求め画像化する

吸収像: I/I_0 (I_0 : 試料無しの積分強度, I : 試料が有りの積分強度)

屈折像: $\Delta\theta = \Delta y_{ex}/L$ (Δy_{ex} : 試料有りと無しの際の重心位置の変化,
 L : 試料-CCDカメラ間距離)

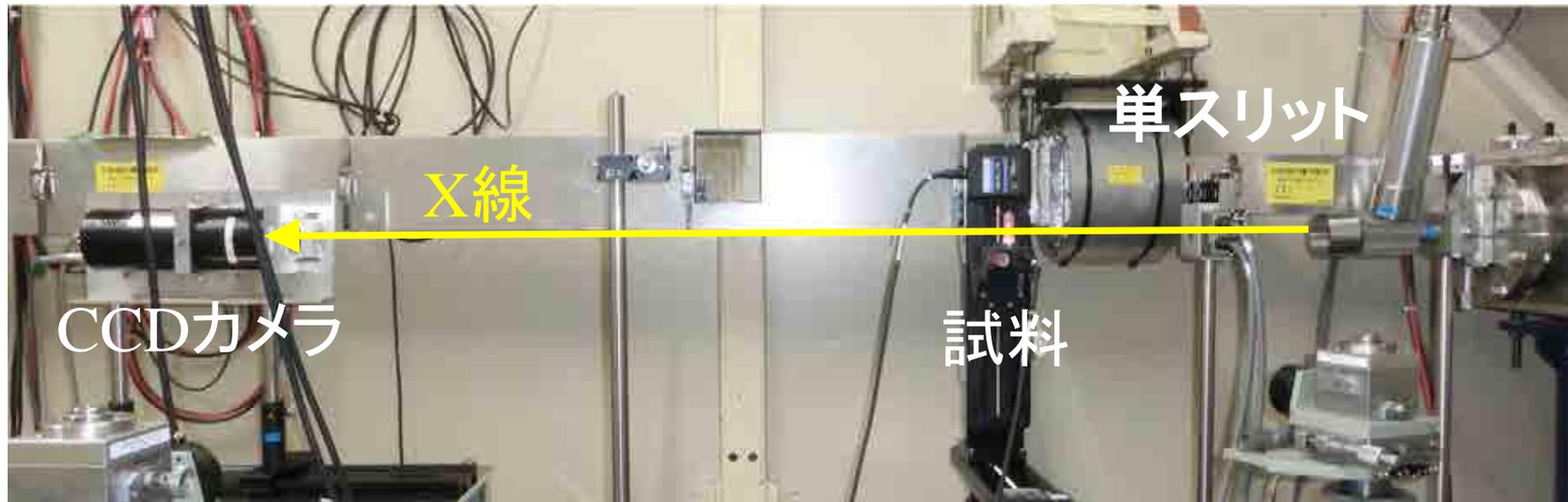
散乱像: S/S_0 (S_0 : 試料無しの標準偏差, S : 試料有りの標準偏差)

宣伝

高品質なSi結晶や、高精度な干渉格子を使用せず、設置・調整に**高度な技術を必要としない**、**誰でも撮影できる**ような、単純な原理、単純な装置で**吸収像**、**位相像**、**散乱像**を取得することが可能

欠点: 空間分解能がスリット幅による制限を受ける。屈折角分解能があまり高くない(撮影条件の検討が必要)。

単スリット法装置と撮影条件



線源-スリット-試料-CCDカメラ を直線的に配置
回折条件を探すような微妙な調整は一切不要

実験施設: KEK-PF BL-14B (写真), BL-20B

X線エネルギー: , 24keV (DEIは35keV)

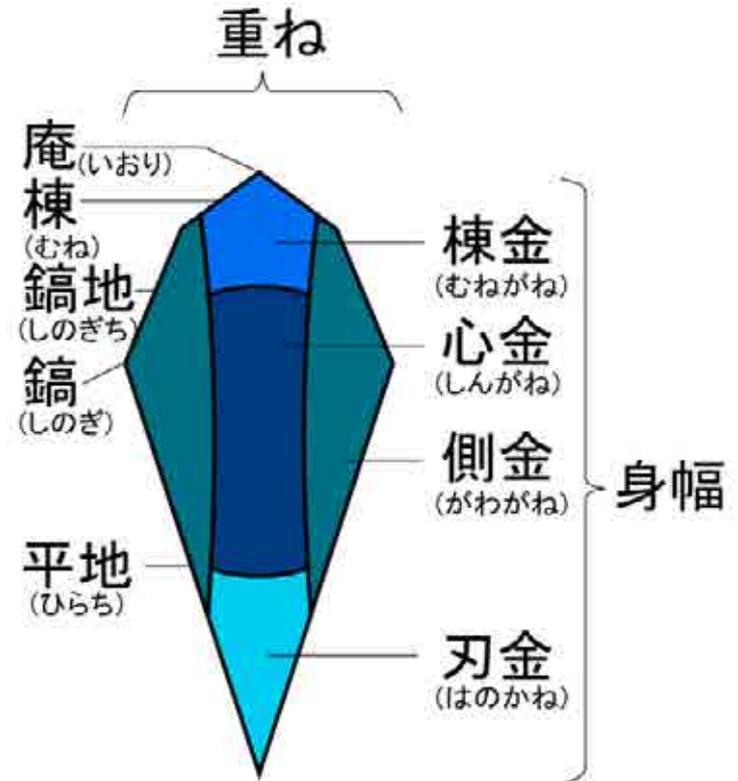
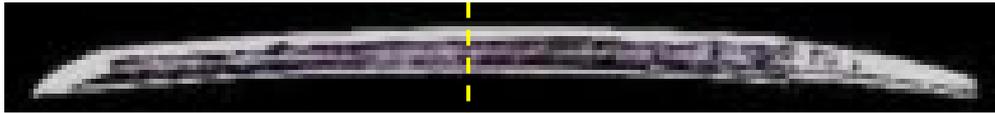
試料-CCDカメラ間距離L: 750mm

スリット幅: 10 μ m

CCDカメラピクセルサイズ: 6.4 μ m

試料

- 約600年前に製作された日本刀「**沖光**」より切り出した厚さ0.2mmの断面

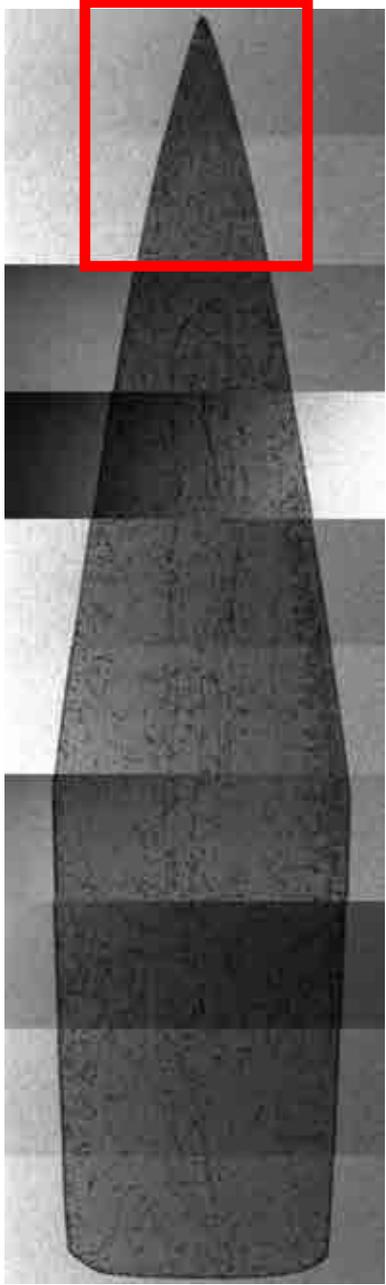


結果

DEI法

10mm

刃の先端部
付近につい
ては、黒点
または白点
の密度が特
に高い



ピーク像



低角像

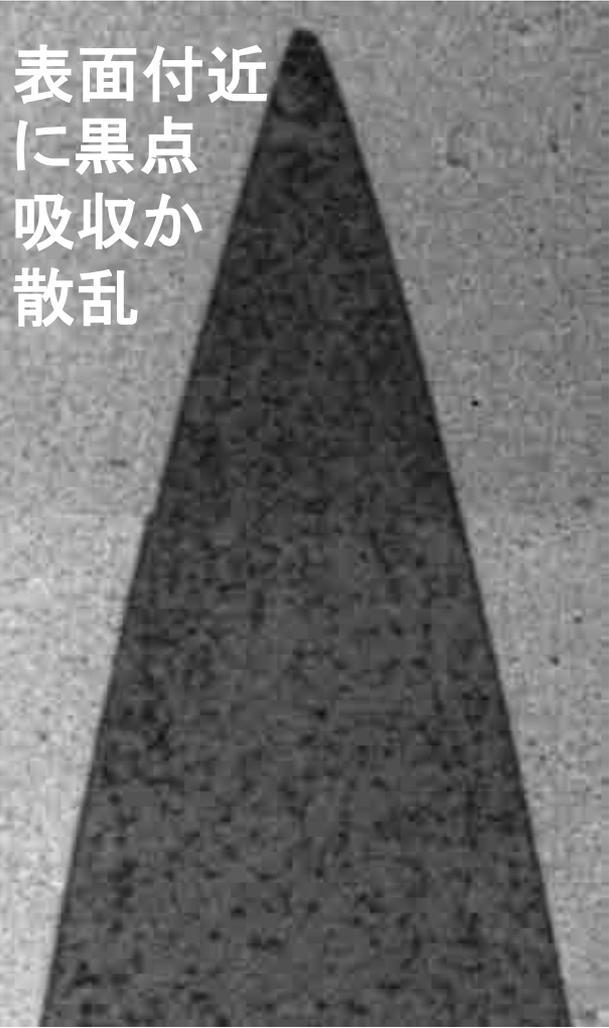


高角像

DEI法(刃)

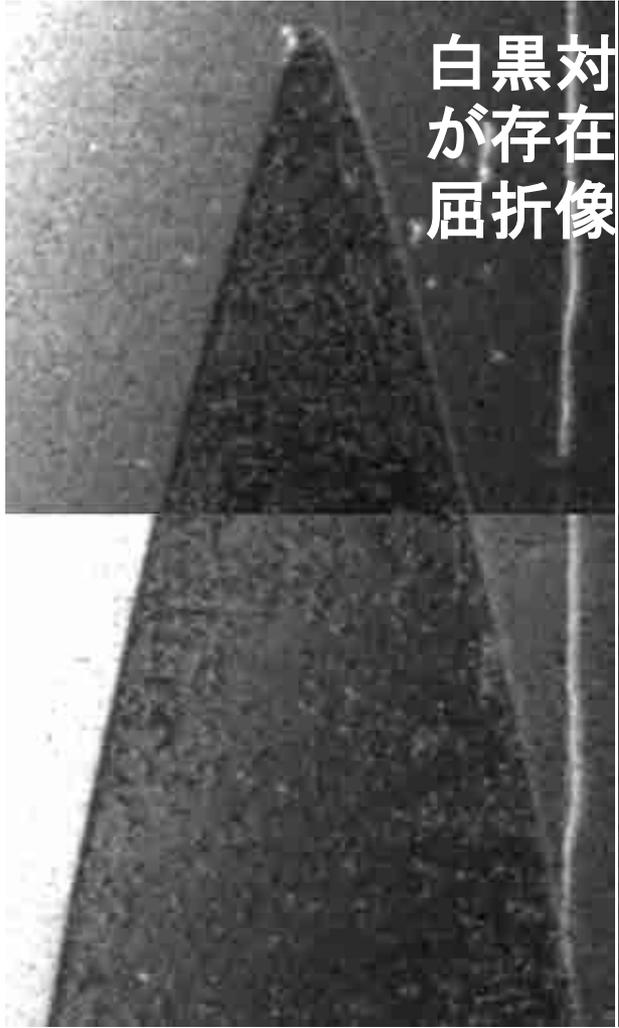
5mm

表面付近
に黒点
吸収か
散乱



ピーク像

白黒対の点
が存在
屈折像らしい



低角像



高角像

低角像と高角像で点のコントラストが反転しているか不明→正体不明

単スリット法

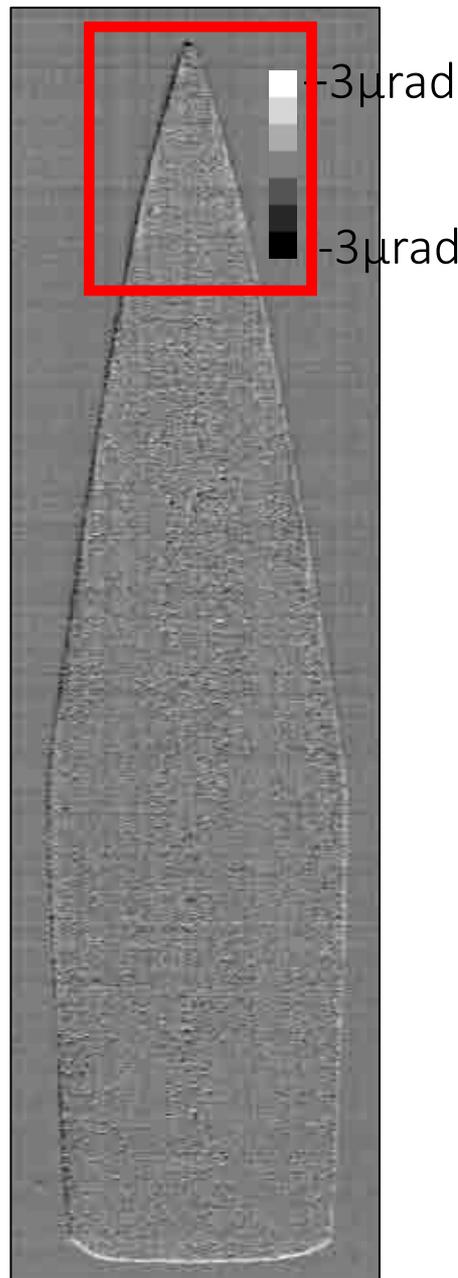
10mm



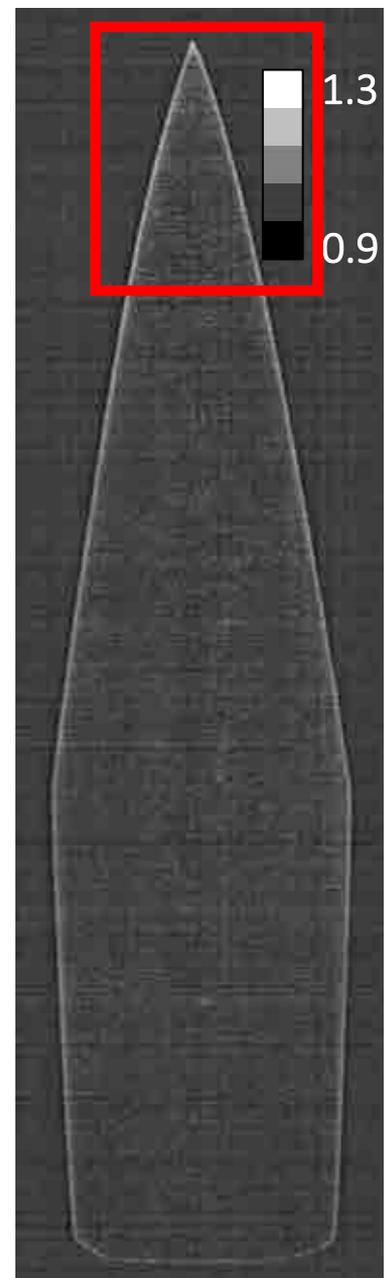
吸収像

屈折像で表面付近に白黒コントラストの点が観察

散乱像で表面付近の散乱比が高い



屈折像

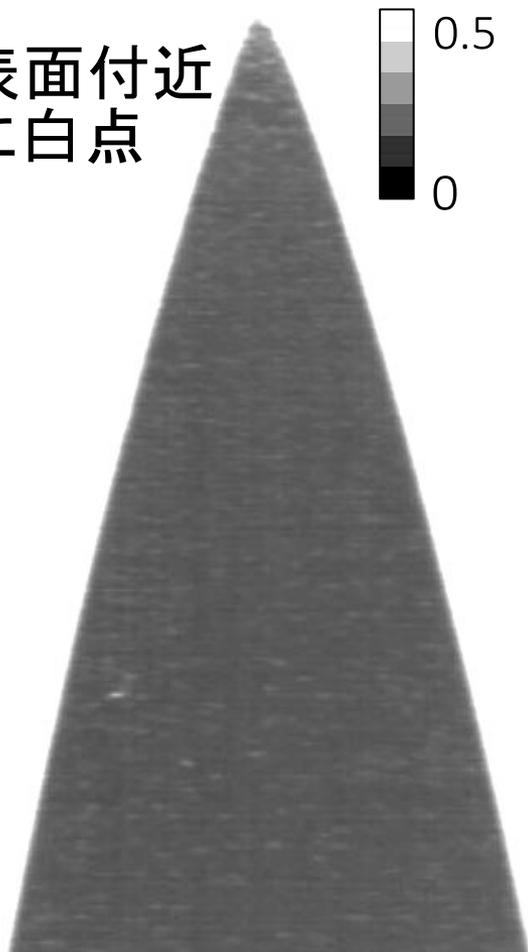


散乱像

単スリット法

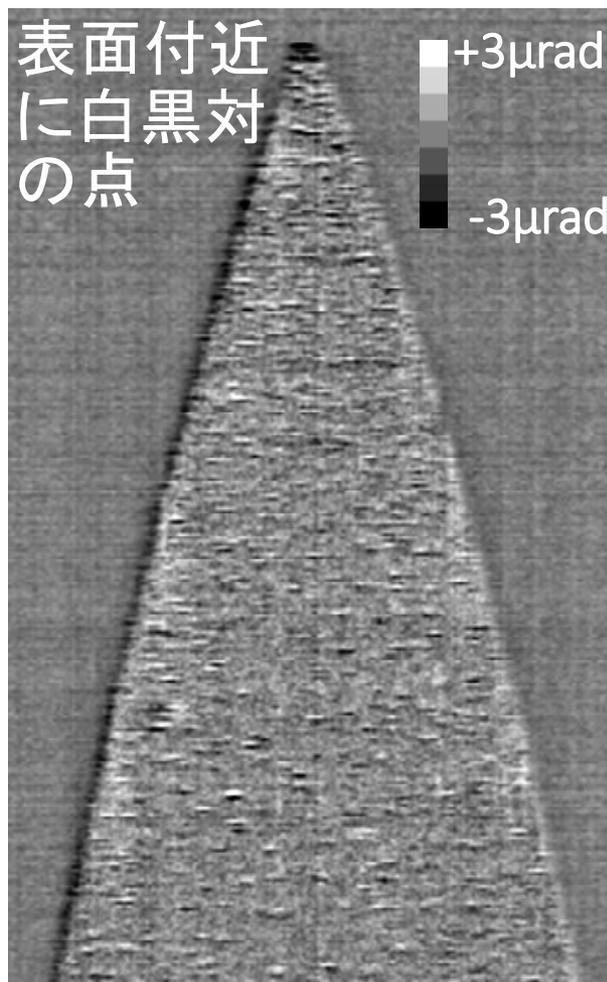
5mm

表面付近
に白点



吸収像

表面付近
に白黒対
の点



屈折像

表面付近
の散乱比
が高い



全体的
に白っ
ぽい

黒点が
多数

散乱像

まとめ1

DEI法

- 特に、刃の部分で白点または黒点が高密度で観察された
- ピーク、高角、低角像で点にコントラスト変化があったため、点は密度(屈折率)の異なる部分であると思われる(高密度か低密度かは不明)
- 点は焼き入れに伴う、マルテンサイト変態により生じた炭素量の異なる部分だと思われる
- DEI法では吸収、屈折、散乱の区別が難しいので詳細は不明

まとめ2

単スリット法

- DEI法と同様に、刃の表面付近で点の密度が高く観測された
- 吸収像から、点が白く観察されたため、吸収が少ない部分であると考えられる
- 屈折像から、点は白黒対で観察されたため屈折が生じており、周囲と密度(屈折率)が異なる部分であると考えられる
- 散乱像から、全体的に白っぽく(散乱比 S/S_0 が高く)特に表面付近では白くなっており、(分解能不足により)観測できない微細な点により散乱が生じていると考えられる
- 大きな点では、散乱比 S/S_0 が1より小さく(暗く)なっているため、点がレンズのような作用をしていると考えられる。
 - ➡ 点の部分は周囲より密度が小さい(屈折率が1に近い)と考えられる
- 点の部分は周りに比べ、低吸収、低密度の物質(炭素リッチ?)が集合した部分であると考えられる

おわり