

データの処理・解析

新潟大学・鈴木賢治

2021年3月30日

1 90 keV 単色 X 線の測定

90 keV 単色 X 線およびビームサイズ 0.5×0.5 mm の回折実験では、従来の CdTe ピクセル検出器を用いて計測した。P1 で 2×3 (ヨコ \times タテ), P2 で 3×3 である。水平位置が P1 で 100 mm, P2 で 135 mm からスタートしているため、P1 と P2 には 35 mm の差がある。P1 と P2 の距離 $L = 400$ mm である。測定された画像を貼り合わせて、全体の検出像を測定した。

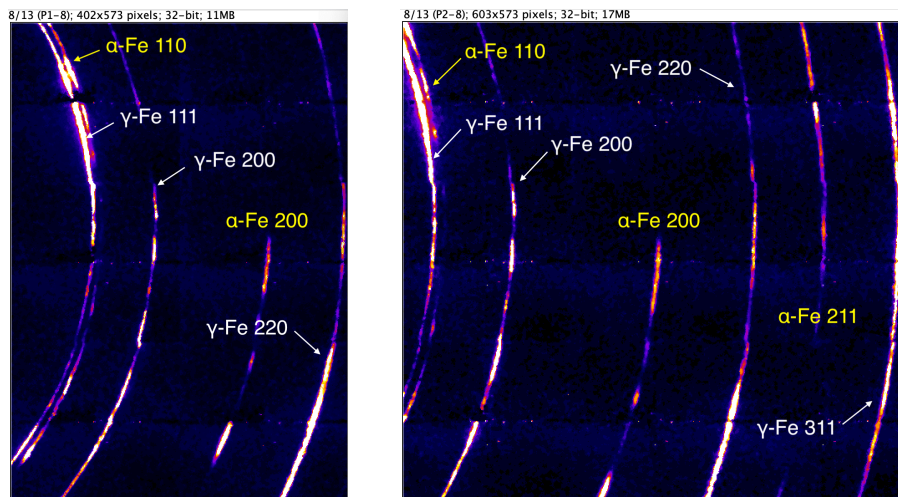


図 1: 90 keV 単色 X 線で測定された回折像 (GTAW の L 材)

検出された回折像の例を図 1 に示す。測定箇所が SUS316L の溶接部であることから、当初、 γ -Fe の回折を想定していたが、指数付がどうしても合わなかった。その原因を考えると、溶加棒には高温割れ防止のためにフェライトが含まれていることから、フェライトの回折が加わっている可能性がある。

フェライトの回折を加えてリートベルト解析した結果を図 2 に示す。 γ -Fe と α -Fe を合わせた回折パターンは、90 keV 単色 X 線の回折パターンとよく一致している。ゆえに、オーステナイトの回折にフェライトの回折が含まれていることが判明した。シミュレーションした回折パターンに基づいて、図 1 の回折環に指数付した結果を示している。フェライト

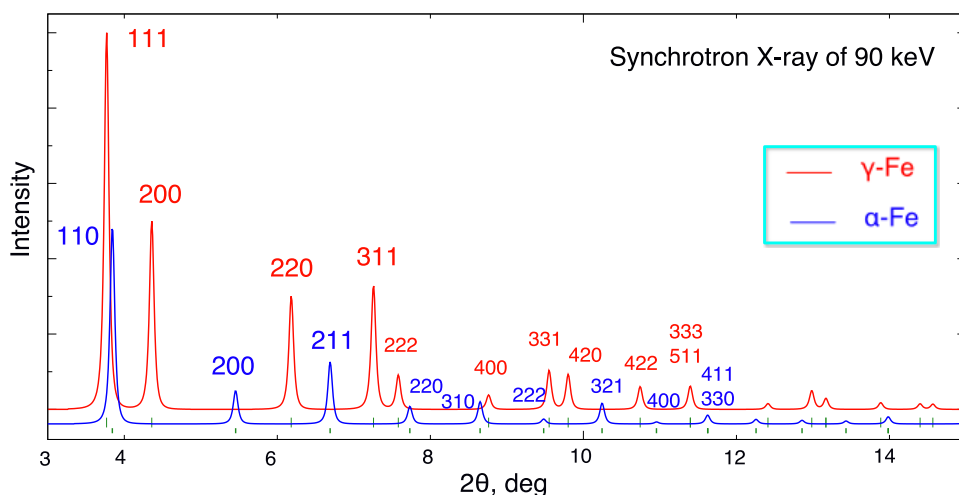


図 2: シンクロトロン放射光 90 keV の Rietveld 解析例

の回折強度と重なる回折もあり、またフェライトの回折強度も大きいところがある。今後の解析にとって考慮すべき点である。

単色の実験で、SUS316L の回折にフェライトの回折が含まれていることが判明したので、溶接部の解析をする上で重要な情報を得ることができた。

2 白色 X 線による溶接材の曲げ応力測定

CdTe ピクセル検出器を利用した二重露光法は、DAC 値を変えながら検出器と試料ステージを連続して動かす。また、プログラムと sleep 時間の関係またはステージのマクロプログラムのミスで、不要なファイルが含まれることもある。それらの対策を考えて、吐き出された大量の連続したデータファイルを分配・整理する必要がある。

ここでは、大型放射光施設 SPring-8 の量子科学技術建機夕開発機構専用ビームライン BL14B1 で実施した課題 2020A-H19 (2020A3684) の実験を例に説明する。

3 検出器の制御および移動の問題

データファイルの数のトラブルの原因は、基本的には (1). 検出器の制御の問題、(2) 検出器の移動の問題がある。

GTAW L 材のフォルダ (26_gl_4) のファイル数 = (9 + 16) 画面 × 80 閾値 × 7 点 = 14,000 に対して、実際には img_13926 までしかない。また、img_13926.txt のタイムスタンプの時間が離れすぎてるので、img_13925.txt が最終のファイル、結果として 75 個のファイルが測定できていない。

- 16 番目の測定がされていない? それならば、80 個のファイル不足のはず。
- 79 ステップと仮定すると、(9 + 16) × 7 = 175 個のファイル不足のはず。

- ステージの動き (マクロプログラム) にはミスがないことを確認.

26_gl.4 の $z = -2.4$ mm のトラブルの最大の原因は, P1 の途中から計測が始まっていた. また, X線ビームが試験片から外れており, 回折がなかったことも重なっていた. $z = -2.4$ mm のデータを除外するとほぼ問題なく解析できた.

一方, 26_gl.1 以外の試験片のほかのジョブでも, ファイル数が合わない事例がある. トラブルの原因については,

- 最初に起動するときは, `img_1.txt` を吐き出す (これは, 読み出し・書き込みで, リセット動作されている?).
- $z = -2.4$ mm のところは, X線ビームが試験片から外れており, 回折がなかった.
- 長いインターバルでは, 自動でファイルを書き出していた. 特に, 実験終了後に顕著.
- P1 から P2 への移動や検出器が戻る動作では, 1 ファイルを書き出してから測定される.
- スパイクノイズが目立つと 1 ファイルを書き出しされ, ファイルが 1 つ余計になる. これはリセット動作か?
- 80 ステップに到達しないうちに, 次に検出器が移動して, 80 枚目の画像が乱れる問題も起きている. 185 秒では, 容量の大きい測定データの保存ができなかった可能性がある.

計測に要する時間, ステージ移動時間がかみ合うように, 検出器とステージ制御の双方の信号通信が必要である. ステージの動きが遅く時間を要すると待機時間が長くなり, データを勝手に吐き出す問題もある. 画面の構成で大変複雑な手作業を強いられるので, リセット動作?でファイルの出力をしないようにしたい.

4 データファイルの構成方法

4.1 正常な構成方法

検出器とステージが正しく動いているとして, そのときの正常なファイル構成を図3のように考えている.

- P1, P2 の検出器位置のフォルダがある.
- その下に, 構成する検出器の位置ごとの画像フォルダ ($1 \sim n$) が用意される.
- 画像フォルダ ($1 \sim n$) の中に, DAC 値ごとの `DAC.txt` が順番に作られる.

前述のようにデータファイルが作成されると,

1. 目的の X線エネルギー keV(E) を決定する.
2. 検出器位置 $k = 1 \sim n$ において, ピクセル (i, j) のエネルギー較正式を `CdTe_E_10K.dat` から読み込む.

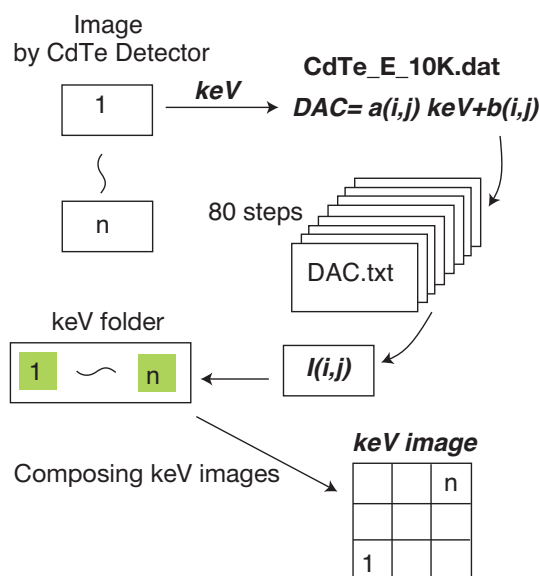


図 3: 目標とするデータファイルセット

3. 式 $DAC(i, j) = a(i, j) keV + b(i, j)$ によりセルの DAC 値 (i, j) が決定される.
4. ピクセル (i, j) の keV に対応する DAC.txt を読み込み, (i, j) の値を読み込み, 画像に埋め込み, これを続けて画像を構成する.
5. 構成した画像を $E.keV.txt$ として各画像フォルダ (1 ~ n) の中に保存する.
6. Fiji で $m \times n$ の keV 像を構成するマクロを作る.

4.2 問題のある場合の構成方法

検出器が移動などで, サンプル開始前に 10 秒などのインターバルがあると, その間に蓄積されたデータを吐き出してからサンプリングをはじめめる. そのとき, 1 ファイル多く吐き出されてしまう.

- 検出器が右から左へ戻るとき (必ずでない)
- P1 から P2 への検出器の移動するとき
- 測定後, 検出器が待機しているとき (17 分おき)

に発生していることが多い.

問題のある場合, データファイルから目標とするデータファイルセットを作成する手順を以下に示す. makeDAC.f90

1. 各 z 位置 (試料ステージ) で処理するプログラム (makeDAC.f90) とする.
2. 検出器位置の数を入力, 例 9, 16.
3. 各検出器位置のフォルダーを作る `call SYSTEM('mkdir i')`. P1: 1 ~ 9, P2: 1 ~ 16
4. スタート DAC 値とステップの入力. 例 1479680, -32

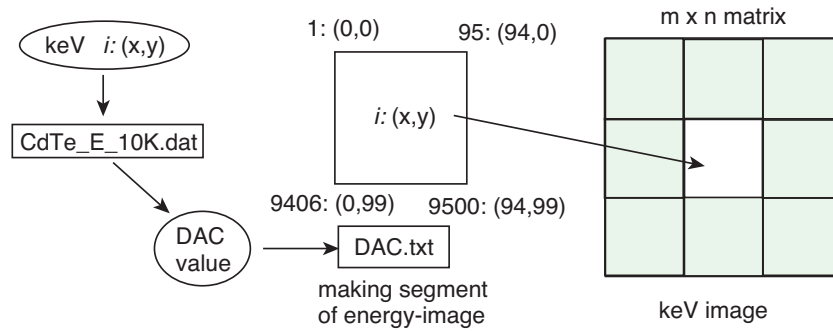


図 4: エネルギー像の作成 (makeEnergy.f90)

5. 各検出器位置の DAC 範囲に相当する Fuji_i の番号を記録したファイル (setDAC.dat) を開く.
6. 検出位置, スタートファイル番号, エンド番号を読み込む
7. DAC 値を計算し, ファイル名にして各検出器位置のフォルダーに保存, DAC.txt
8. 以上の 6, 7 を繰り返す.

DAC.txt による DAC イメージの合成

1. 検出器による画面構成 ($m \times n$) の入力. 例 3, 3
2. スタート DAC 値, DAC 値ステップ, 回数. 例 1479680, -32, 79
3. DAC 値を DAC 値ステップを減算しながら,
4. 検出画面 1 ~ n_1 ($n_1 = m \times n$) を読み込み, ($m \times n$) 画面に構成する. montage.ijm を参考にした.
5. 構成完了したら, tif で保存する.
6. スタート DAC 値, DAC 値ステップ, 回数. で tif を読み出して, スタックを構成し, tif を保存する.
7. 以上の処理を行う makeDAC.f90 を作成した. makeDAC.f90 は, setDAC.dat (検出器位置での DA の始めと終わりの番号データ) を読み込み, DAC 像の構成ファイルを整理する.
8. そのほか, CdTe_10K_tools.ijm を用いて Fiji による画像の合成, 処理ができる.

4.3 エネルギー像の作成 (makeEnergy.f90)

エネルギー像の作成の手順を図 4 に示す.

1. 画像のセグメント配置 $m \times n$ (ヨコ \times タテ) を入力
2. 全体画像 Eimg($m \times 95, n \times 100$) を作成する.
3. エネルギー範囲を入力 keV1, keV2, ステップ dkeV
4. $n_C = m \times n$ のサイクル l でエネルギー像を構成する.

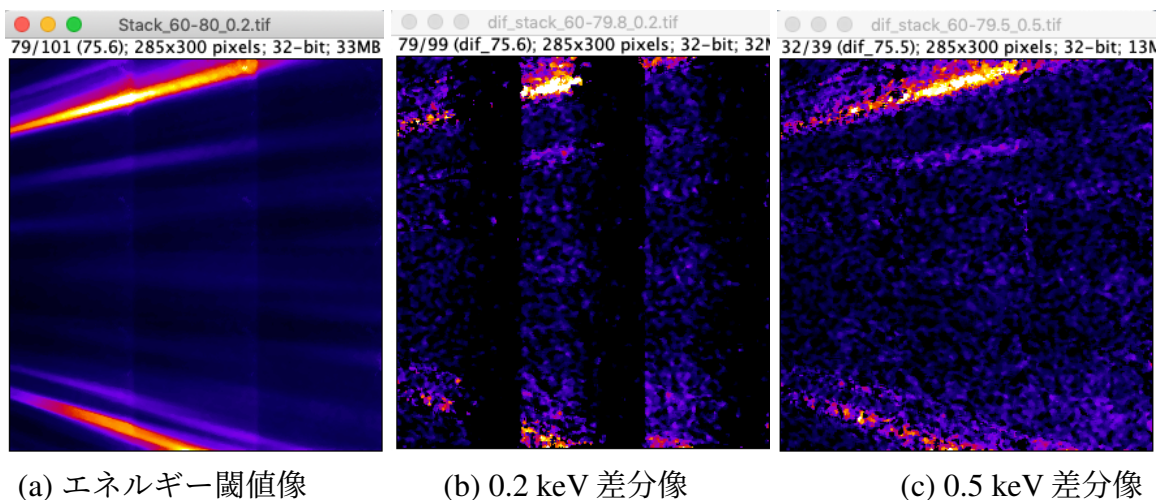


図 5: GTAW-L 材, $z = -1.6$ mm, 75.6 keV 像 (P1 の位置 3×3)

5. サイクル l が決まったら以下の手順をする.

- (a) $x = 1 \sim 95, y = 1 \sim 100$ のサイクルを組む.
- (b) $b(x, y)$ からピクセル番号 i を求め, CdTe_E_10K.dat から $DAC = a_i \text{ keV} + b_i$ により DAC 値を決定する.
- (c) DAC 値から最も近い DAC ファイルを決定して $c(x, y)$ を読み込む.
- (d) $b(x, y) = c(x, y)$ で輝度データを代入

6. これを繰り返して $b(x, y)$ が完成したら, 全体画像 Eimg に書き込む.

以上の方法により画像データを作成するプログラム **makeEnergy.f90** を作成した. また, エネルギー像およびその差分像を確認するためのツールも **CdTe_10K_tools.ijm** に用意した.

エネルギー分解能 ΔkeV を 0.5 keV から 0.2 keV に上げたところ, 画像に縞が生じた. これは $DAC = -32$ の閾値分解能では, エネルギー分解能 0.2 keV に対応していないために, 同一 DAC データから画像を作った結果である.

5 エネルギー分解能

以上のデータ処理によって得られた画像を図 5 に示す. 図 5 (a) はそのエネルギー閾値像である. **makeEnergy.f90** では, 波長エネルギーの増分 (keV) を自由に設定できる. 波長エネルギーの増分は, エネルギー分解能波でもある. 長の範囲を 60 ~ 80 keV とし, 波長エネルギーの増分を 0.2 keV と 0.5 keV の 2 種類を採用した. その結果, エネルギー像では明確な差異は現れないが, 差分像では違いが現れた. 図 5 (b) のエネルギー分解能 0.2 keV では, エネルギー差がないために, 同じ DAC 値の画像データから像が形成され, その差分により画像データを失う現象が起きている. それに対して, 図 5 (c) に示すように, 波長エネルギーの増分 0.5 keV では図 (b) のような現象は見られなかった.

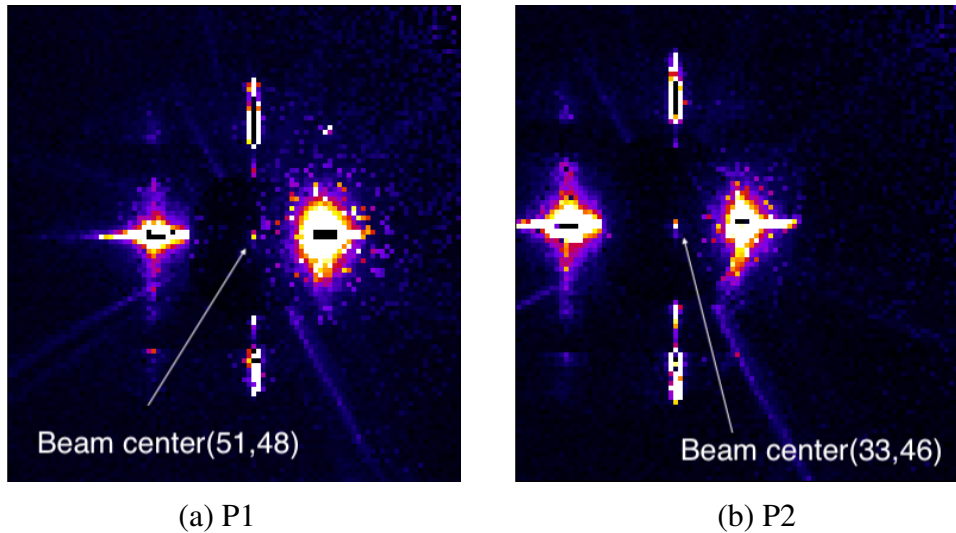


図 6: ビームセンター像, 検出器位置 $(X, Y) = (0, 0)$.

以上のことから, 本実験データの整理では, $60 \sim 80 \text{ keV}$ の範囲で 0.5 keV のピッチでデータを処理する. より分解能を上げるならば, DAC 値のステップを -16 にするなど小さくする必要がある.

6 補足 (処理プログラム)

以上のデータ処理を行う一連の Fortran プログラムおよび Fiji のマクロについては, 以下の URL に整理してあるので, 自由にダウンロードして, カスタマイズして使用して構わない.

http://kikai.ed.niigata-u.ac.jp/CdTe/95x100/index_95x100.html

7 実験結果

7.1 幾何学関係 (ビームセンターなど)

検出器位置 $P1 = (x, y, z) = (0, 0, 0)$ および $P2 = (x, y, z) = (0, 0, 400)$ のステージ位置で測定したビームセンターを矢印でそれぞれ図 6 に示す. 十字の内側には Ta 製のビームストッパーがあり, そのビームストッパーを抜いて, 弱い 1 画素でビームセンターが見える. ビームセンターは画素の座標系 (x, y) で $P1 = (51, 48)$, $P2 = (33, 46)$ の位置になる.

ビームセンターの上下左右に十字の X 線が計測されている. これらは上流の光源から入射しており, 入射スリットでは除去できない X 線である. 他のユーザーにおいても, 同様の現象があるのであれば, 原因と解決策を検討し, 将来のビームの改善時に対策を取ることが好ましいと考えられる.

検出器は図 7 に示すようにステージ位置 (X, Y) に移動 (mm) して検出像を作成している. また, 図にはイメージのピクセル座標系 (x_p, y_p) も併せて示している.

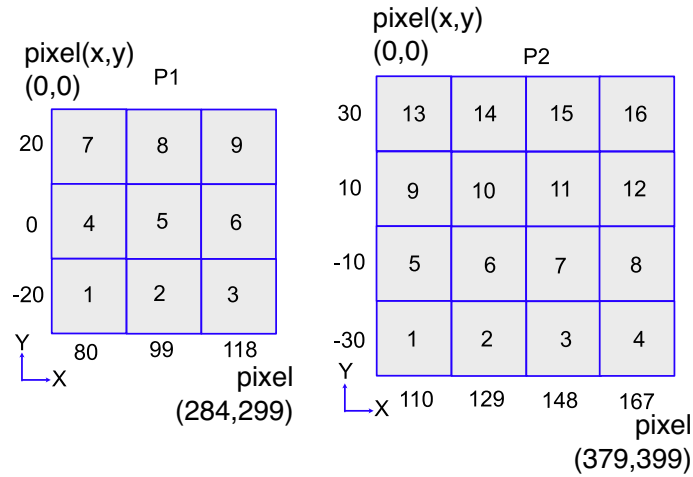


図 7: ステージの配置

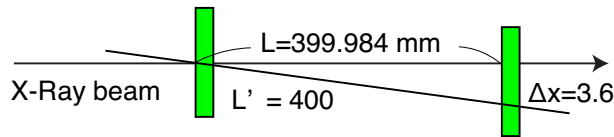


図 8: 検出器距離 L

これらの座標関係から実験室座標による位置 (x, y) mm は、次式で表すことができる。

$$P1 \text{ については } x = 80 + \alpha(x_p - 51), \quad y = -\alpha(y_p - 148) \quad (1)$$

$$P2 \text{ については } x = 110 + \alpha(x_p - 33), \quad y = -\alpha(y_p - 196) \quad (2)$$

ただし、 α は画素の寸法により 0.2 mm/pixel の値になる。実験室座標による位置 (x, y) mm を求める式は、最終的に

$$P1 \text{ については } x = 0.2x_p + 69.8, \quad y = -0.2y_p + 29.6 \quad (3)$$

$$P2 \text{ については } x = 0.2x_p + 103.4, \quad y = -0.2y_p + 39.2 \quad (4)$$

となる。

検出器は水平方向において入射ビームとわずかに交差する。ビームセンター位置のずれは 3.6 mm 、 $P1$ と $P2$ の移動距離は $L' = 400$ なので、図 8 に示すように、正確な $P1$ と $P2$ の検出器間の距離 L は 399.987 mm となる。ゆえに、 $P1$ では $z = 0.000 \text{ mm}$ 、 $P2$ では $z = 399.987 \text{ mm}$

7.2 測定された回折像

前述の解析方法で、GTAW の L 材、T 材の回折像を測定した。また SMAW の L 材、T 材のエネルギー像も測定した。これらの DAC 閾値像からエネルギー閾値像を作成し、さ

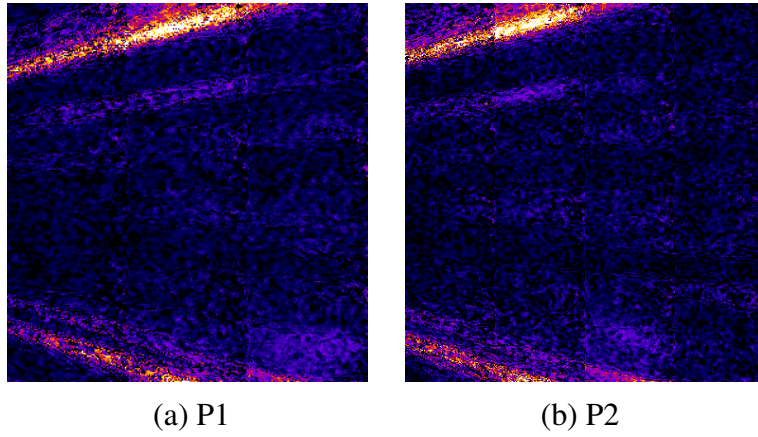


図 9: GTAW の L 材の 74.5 keV の差分像の例 ($z = -1.6$ mm)

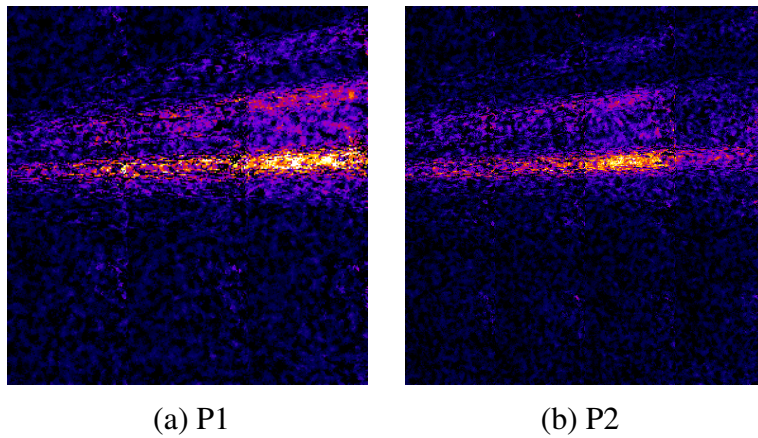


図 10: SMAW の L 材の 74.5 keV の差分像の例 ($z = 2.4$ mm)

らに，差分像を作成した．GTAW 材および SMAW 材の作成画像例を図 9 および図 10 にそれぞれ示す．

差分像のスタックから回折条件を見ると，

1. 波長が厳密であれば，図 1 に示す単色 X 線の回折像のように，回折環の幅が狭くなる．しかし，白色 X 線では放射状の回折パターンの広がりが見られる．放射状のパターンは回折角度方向への広がりを意味しており，エネルギー分解能の程度を示すことから，エネルギー分解能がまだ十分ではないことがわかる．**ひずみ測定のためには，この放射状のパターンが斑点状に近くなる CdTe ピクセル検出器の技術を検討する必要がある．**
2. 測定位置 (透過ビーム) により，放射状のパターンが現れる方位角度 φ が変化した．また，回折が明瞭に現れない場所もあった．ただし，溶接法や方位による顕著な差異は認められない．
3. P1 と P2 で同様の回折パターンが測定されていたので，**二重露光法の測定は実現できている．** 検出器位置などにも問題はない．

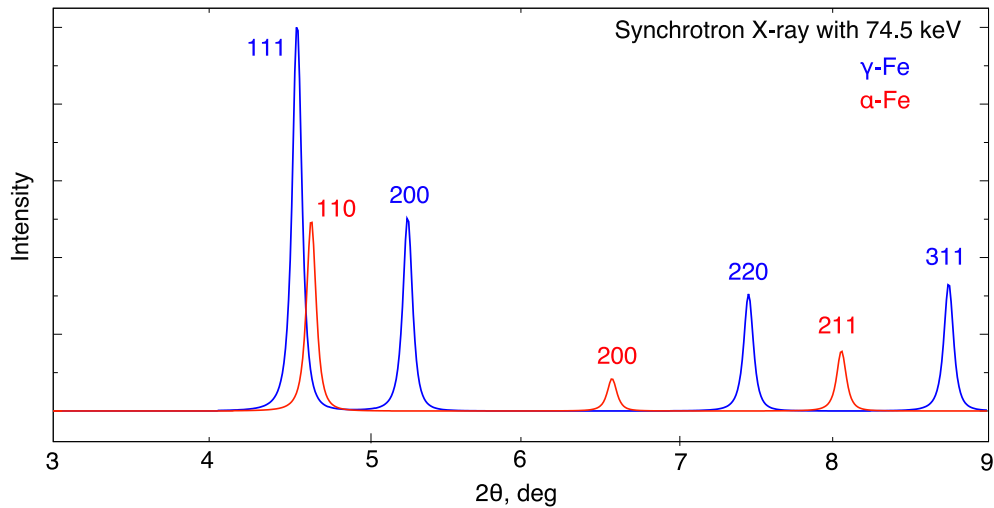


図 11: X線エネルギー 74.5 keV による γ -Fe と α -Fe のリートベルト解析

4. 回折を捉えるには、より広い範囲で検出する必要がある。
5. 入射ビームが $0.1 \times 0.1 \text{ mm}^2$ にもかかわらず、斑点の寸法が大きいのは、溶接組織の影響によるものと考えられる。
6. 差分像のスタック像の変化を見ていると、GTAW, SMAW に関わらず、74.5 keV で強い回折が現れている。

すべての差分像で 74.5 keV の X 線エネルギーのときに強い回折が現れた。そこで、74.5 keV の X 線エネルギーでオーステナイト (γ -Fe) およびフェライト (α -Fe) の二相についてリートベルト解析を行った結果を図 11 に示す。 $2\theta = 4.6^\circ$ 付近にオーステナイトの 111 回折およびフェライトの 110 回折が二重線として現れることがわかる。

図 9 の回折角度を調べると $2\theta = 4.66^\circ$ であり、図 10 の回折角度は $2\theta = 4.64^\circ$ を示しており、ほぼ同じ 2θ を示している¹。回折斑点の位置は、GTAW と SMAW では異なり、別の回折斑点かと思われたが、回折角度で計算すると同一の回折角度を示した。図 11 の計算から、今回の測定で得られている回折斑点は、 γ -Fe 111 回折と α -Fe 110 回折の二重の斑点である。

このような斑点からひずみを取り出すための手法について考察する必要がある。

8 考察

白色 X 線による SUS316L の溶接部をの二重露光法で測定を行ったところ、前述のように、多数の回折斑点を得ることはできなかった。差分像の観察から X 線エネルギー 74.5 keV において、 γ -Fe 111 回折と α -Fe 110 回折による大きな二重の回折が得られた。ゆえに、ひずみ測定するには、得られた回折像から正確に回折角度を決定する方法を見つける必要がある。まず、次のアプローチで解析を試みる。

¹この結果は、表面試料から検出器までの距離 $L_0 = 1400 \text{ mm}$ の結果とも合致している。

1. X線エネルギー 74.5 keV の γ -Fe 111 回折と α -Fe 110 回折による大きな二重の回折を対象とする。
2. 回折強度の補正を行う。P1 および P2 の各原点 $(x, y) = (0, 0)$ を用いて補正を行う。

8.1 補正

まず、74.5 keV 像および 75.0 keV のエネルギー閾値像のノイズ補正を行い、正しいエネルギー閾値像を得てから差分を行い、差分像を得る。

1. スパイクノイズ処理, また0カウントのメジアン処理により抜け落ち画素を必修する。
2. エネルギー閾値軸方向によるノイズ処理
3. 平滑化処理によりノイズ除去を行う。

以上の画像の差分から 74.5 keV 差分像を作成する。

74.5 keV 差分像に次の LPD 補正を行う。式 (1), (2) を用いて各画素の位置 (x_p, y_p) から実験室座標系 (x, y) を求める。その回折半径 r は

$$r = \sqrt{x^2 + y^2} \quad (5)$$

から求められる。そのとき、回折角 2θ は

$$2\theta = \arctan\left(\frac{r}{L}\right) \quad (6)$$

となる。なお、P1 の実験室座標系 (mm) は $(x, y, 1400)$ 、P2 の実験室座標系は $(x, y, 1800)$ とする。

重み付きなどで回折位置を求める問題であれば、ローレンツ因子 $L(2\theta)$ は次式になる。

$$L(2\theta) = \frac{\cos \theta}{\sin^2 2\theta} \quad (7)$$

偏り因子 $P(2\theta)$ は次式となる。

$$P(2\theta) = \frac{1 + \cos^2 2\theta}{2} \quad (8)$$

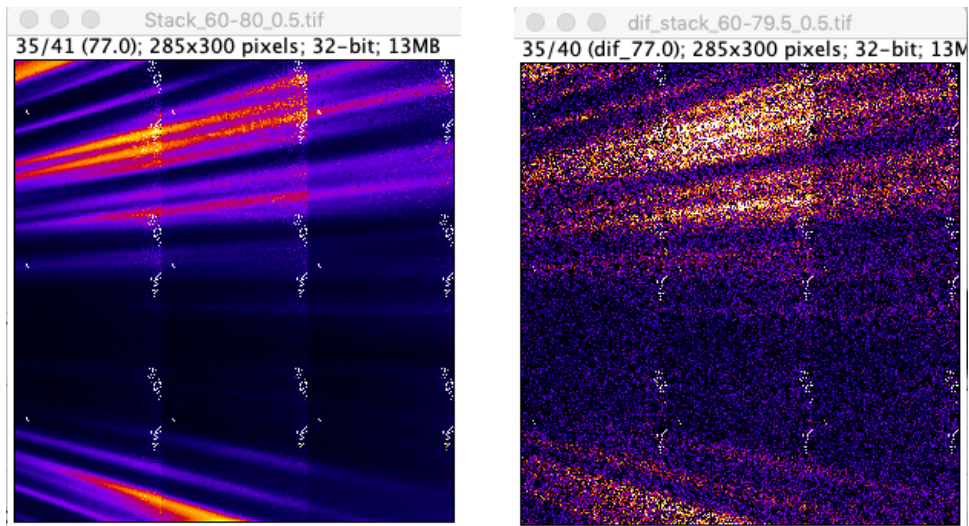
検出器が回折 X 線の方角に対して垂直に向いていないので、検出器因子 $D(2\theta)$ は次式で与える。

$$D(2\theta) = \cos 2\theta \quad (9)$$

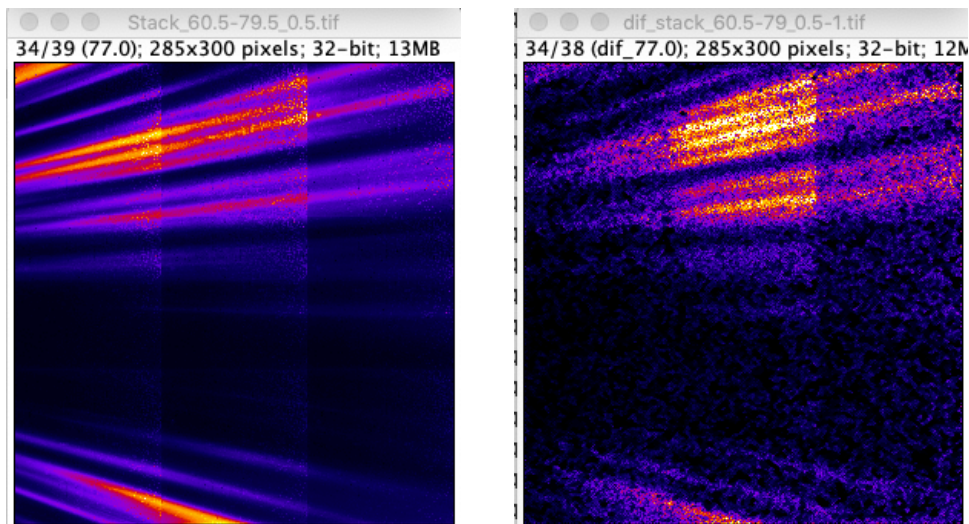
測定された強度を $\Phi_M(2\theta)$ とすると、以上の因子を考慮した補正された回折強度 $\Phi(2\theta)$ は、

$$\Phi(2\theta) = \frac{\Phi_M(2\theta)}{L P D} = \frac{2 \sin^2 2\theta}{\cos \theta (1 + \cos^2 2\theta) \cos 2\theta} \Phi_M(2\theta) \quad (10)$$

の補正を行う。



(a) エネルギー閾値像 (b) エネルギー差分像



(c) エネルギー閾値像 (d) エネルギー差分像

図 12: エネルギー像の前処理の前 (a), (b) と後 (c) と (d). GTAW の L 材, $z = -0.8$ mm, P1

8.2 補正結果とプログラム

前述の補正を行う前処理プログラム **correctImg.f90** を作成した。correctImg.f90 により前処理結果を行った結果を以下に示す。ノイズがなくなり明瞭になった差分像が得られている。

また、makeEnergy.f90 及び correctImg.f90 で作られるフォルダーとファイルの構成は図 13 の通りである。

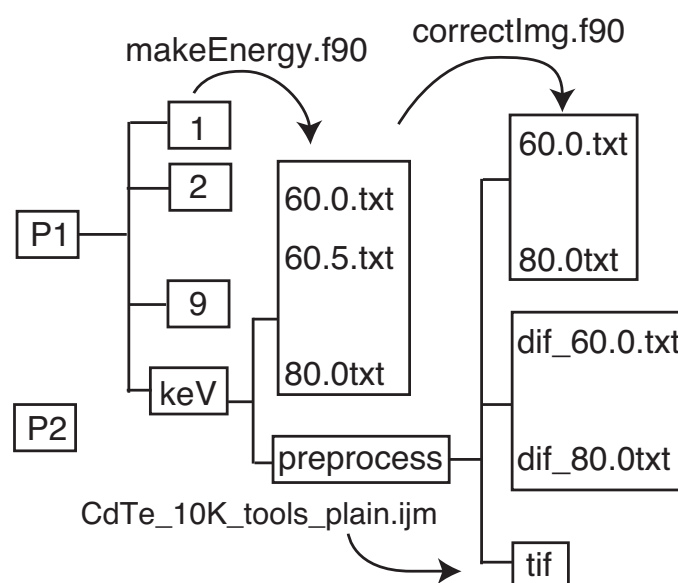


図 13: makeEnergy.f90 及び correctImg.f90 で作られるフォルダーとファイル