



(19) 대한민국특허청(KR)  
 (12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2019년07월24일  
 (11) 등록번호 10-2003202  
 (24) 등록일자 2019년07월18일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
*G01N 23/207* (2018.01)
- (52) CPC특허분류  
*G01N 23/207* (2013.01)  
*G01N 2223/419* (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2015-7011836
- (22) 출원일자(국제) 2013년10월18일  
 심사청구일자 2017년11월14일
- (85) 번역문제출일자 2015년05월06일
- (65) 공개번호 10-2015-0068436
- (43) 공개일자 2015년06월19일
- (86) 국제출원번호 PCT/US2013/065584
- (87) 국제공개번호 WO 2014/063002  
 국제공개일자 2014년04월24일
- (30) 우선권주장  
 61/715,696 2012년10월18일 미국(US)
- (56) 선행기술조사문헌  
 KR1020090032044 A  
 KR1020120039547 A  
 US07978821 B1  
 US20120008736 A1

- (73) 특허권자  
 칼 짜이스 엑스-레이 마이크로스코피, 인크.  
 미국 캘리포니아 94588 플레젠톤 스위트 100 흡야드 로드 4385
- (72) 발명자  
 페저, 마이클  
 미국 캘리포니아 94563 오린다 테리레인 45  
 홀츠너, 크리스티안  
 독일 91631 베트린겐 부르크베그 24  
 라우리드센, 에릭 마이엘  
 덴마크 데카-4652 호우리우 유오토바이 12
- (74) 대리인  
 이은철, 이우영, 전병기

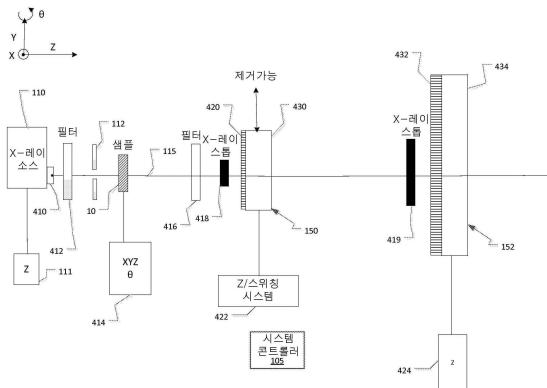
전체 청구항 수 : 총 24 항

심사관 : 최종운

(54) 발명의 명칭 결정학적 그레인 배향 맵핑 능력을 가진 실험실 x-레이 마이크로-단층촬영 시스템

**(57) 요약**

3차원 결정학적 그레인 배향 맵핑을 위한 방법 및 시스템이 실현실 X-레이 소스로부터 유도된 광대역 X-레이 빔으로 다결정질 샘플을 조사하고, 하나 이상의 X-레이 검출기들 상에서 상기 샘플로부터 회절된 빔들을 검출하며, 그레인의 배향, 위치, 및/또는 3-D 체적의 3차원 재구성들을 발생시키기 위해서로 다른 회전 위치들에 있는 상기 샘플과 함께 상기 회절된 빔들로부터의 데이터를 처리한다. 특정 콘 빔(cone beam), 기하학적 구조는 연장된 결정 그레인(extended crystal grain)의 반사 시에 발산 빔(divergent beam)을 가진 점 x-레이 소스에 대해, x-레이들이 상기 회절 평면 방향에서 포커싱되도록 x-레이들이 회절한다는 사실을 이용한다.

**대 표 도**

(52) CPC특허분류  
G01N 2223/606 (2013.01)

---

## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

3차원 결정학적 그레인 배향 맵핑을 위한 방법에 있어서, 상기 방법은:

실험실 X-레이 소스로부터 유도된 광대역 X-레이 빔을 회전하는 다결정질 샘플에 조사하는 단계;

하나 이상의 X-레이 검출기들 상에서 상기 샘플로부터 회절된 빔들을 검출하는 단계; 및

그레인의 배향, 위치, 및/또는 3-D 체적의 3차원 재구성들을 발생시키기 위해 서로 다른 회전 위치들에 있는 상기 샘플에 의하여 상기 회절된 빔들로부터의 데이터를 처리하는 단계를 포함하는, 3차원 결정학적 그레인 배향 맵핑 방법.

#### 청구항 2

제1항에 있어서, 상기 샘플에 조사하기 전, 상기 실험실 X-레이 광원에 의해 발생된 상기 X-레이 빔이 빔 발산을 제어하는 애퍼처를 통과하는, 상기 3차원 결정학적 그레인 배향 맵핑 방법.

#### 청구항 3

제1항에 있어서, 상기 샘플에 조사하기 전, 상기 실험실 X-레이 소스에 의해 발생된 상기 빔이 그의 대역폭을 제어하기 위해 필터링되는, 상기 3차원 결정학적 그레인 배향 맵핑 방법.

#### 청구항 4

제1항에 있어서, 상기 샘플을 통하여 투과된 후, 상기 실험실 X-레이 소스에 의해 발생된 상기 빔이 상기 X-레이 빔에서의 원치 않는 에너지를 제거하기 위해 필터링되는, 상기 3차원 결정학적 그레인 배향 맵핑 방법.

#### 청구항 5

제1항에 있어서, 상기 샘플을 조사하는 빔은 콘빔(cone beam)인, 상기 3차원 결정학적 그레인 배향 맵핑 방법.

#### 청구항 6

제1항에 있어서, 상기 샘플을 조사하는 빔은 포커싱되지 않은(unfocused) X-레이 빔인, 상기 3차원 결정학적 그레인 배향 맵핑 방법.

#### 청구항 7

제1항에 있어서, 상기 하나 이상의 X-레이 검출기들은 회절된 X-레이들을 수집하고 회절 데이터를 발생시키기 위한 고해상도 픽셀화된(pixilated) X-레이 검출기와, 상기 샘플을 통한 투사 이미지들을 검출하기 위한 더 낮은 해상도의 검출기를 포함하는, 상기 3차원 결정학적 그레인 배향 맵핑 방법.

#### 청구항 8

제1항에 있어서, 라우에 초점 평면(Laue focal plane)에 X-레이 검출기를 위치시키는 단계를 더 포함하는, 상기 3차원 결정학적 그레인 배향 맵핑 방법.

### 청구항 9

제1항에 있어서, 텅스텐, 몰리브데늄, 금, 백금, 은, 구리 타겟에 전자 빔을 조사함으로써 상기 광대역 X-레이 빔을 발생시키는 단계를 더 포함하는, 상기 3차원 결정학적 그레인 배향 맵핑 방법.

### 청구항 10

제1항에 있어서, 상기 빔의 총 출력을 50% 미만으로 감소시키는 스펙트럼 필터로 상기 샘플을 조사하는 상기 X-레이 빔을 조절하는 단계를 더 포함하는, 상기 3차원 결정학적 그레인 배향 맵핑 방법.

### 청구항 11

제1항에 있어서, 상기 샘플을 충분히 회전 당  $0.01^\circ$ 에서  $15^\circ$ 의 범위로 단계적, 충분히 회전 이동들로 회전시키는 단계를 더 포함하는, 상기 3차원 결정학적 그레인 배향 맵핑 방법.

### 청구항 12

제1항에 있어서, 상기 X-레이 소스로부터의 다이렉트 빔이 X-레이 검출기에 도달하는 것을 차단하거나 감쇠시키기 위해 X-레이 스톱(stop)을 제공하는 단계를 더 포함하는, 상기 3차원 결정학적 그레인 배향 맵핑 방법.

### 청구항 13

3차원 결정학적 그레인 배향 맵핑을 행하기 위한 장치에 있어서, 상기 장치는:

광대역 X-레이 빔을 발생시키는 실험실 X-레이 소스;

상기 X-레이 빔 내 샘플을 회전시키기 위한 샘플 회전 스테이지;

상기 샘플로부터 회절 데이터를 수집하기 위한 적어도 하나의 X-레이 검출기; 및

상기 샘플의 서로 다른 회전 위치들에 대해 상기 검출기로부터 상기 회절 데이터를 수신하고, 그레인 배향 및 위치의 3차원 재구성들을 수행하기 위한 컨트롤러를 포함하는, 상기 3차원 결정학적 그레인 배향 맵핑 장치.

### 청구항 14

제13항에 있어서, 상기 샘플 상 조사된 영역을 제한하며 상기 검출기 상의 다이렉트 빔의 크기를 제한하기 위한 빔 한정 애피처를 더 포함하는, 상기 3차원 결정학적 그레인 배향 맵핑 장치.

### 청구항 15

제13항에 있어서, 상기 검출기는 신틸레이터와, 상기 샘플에 의해 회절된 상기 광대역 X-레이 빔에 의해 상기 신틸레이터로부터 발생된 광자들을 확대 및 수집하기 위한 광학부를 포함하는, 상기 3차원 결정학적 그레인 배향 맵핑 장치.

### 청구항 16

제13항에 있어서, 상기 샘플을 조사하는 상기 X-레이 빔의 대역폭을 감소시키는 스펙트럼 필터를 더 포함하는, 상기 3차원 결정학적 그레인 배향 맵핑 장치.

#### 청구항 17

제13항에 있어서, 상기 샘플을 조사하는 상기 빔은 콘빔(cone beam)인, 상기 3차원 결정학적 그레인 배향 맵핑 장치.

#### 청구항 18

제13항에 있어서, 상기 샘플을 조사하는 상기 빔은 포커싱되지 않은 X-레이 빔인, 상기 3차원 결정학적 그레인 배향 맵핑 장치.

#### 청구항 19

제13항에 있어서, 상기 적어도 하나의 X-레이 검출기는 회절된 X-레이들을 수집하고 회절 데이터를 발생시키기 위한 고해상도 픽셀화된(pixilated) X-레이 검출기 및 상기 샘플을 통한 투사 이미지들을 검출하기 위한 더 낮은 해상도의 검출기를 포함하는, 상기 3차원 결정학적 그레인 배향 맵핑 장치.

#### 청구항 20

제13항에 있어서, 상기 적어도 하나의 X-레이 검출기는 라우에 초점 평면(Laue focal plane)에서 X-레이 검출기를 포함하는, 상기 3차원 결정학적 그레인 배향 맵핑 장치.

#### 청구항 21

제13항에 있어서, 상기 실험실 X-레이 소스는 텅스텐, 몰리브데늄, 금, 백금, 은, 구리 타겟에 전자 빔을 조사함으로써 상기 광대역 X-레이 빔을 발생시키는, 상기 3차원 결정학적 그레인 배향 맵핑 장치.

#### 청구항 22

제13항에 있어서, 상기 샘플 회전 스테이지는 상기 샘플을 충분히 회전 당  $0.01^\circ$ 에서  $15^\circ$ 의 범위로 단계적, 충분히 회전 이동들로 회전시키는, 상기 3차원 결정학적 그레인 배향 맵핑 장치.

#### 청구항 23

제13항에 있어서, 상기 X-레이 소스로부터의 다이렉트 빔이 X-레이 검출기에 도달하는 것을 차단하거나 감쇠시키기 위해 X-레이 스톱(stop)을 더 포함하는, 상기 3차원 결정학적 그레인 배향 맵핑 장치.

#### 청구항 24

3차원 결정학적 그레인의 배향 맵핑을 위한 투사 X-레이 이미징 시스템에 있어서, 상기 시스템은:

광대역 X-레이 빔을 발생시키기 위한 실험실 X-레이 소스;

샘플 상 조사된 영역을 제한하고 다이렉트 빔의 크기를 제한하기 위한 빔 한정 애퍼처;

일련의 각도 투사들을 얻기 위한 회전 스테이지를 가진 샘플 모션 스테이지 시스템;

상기 회전 스테이지의 서로 다른 회전 위치들에 대하여 회절 데이터를 수집하기 위한 적어도 하나의 검출기; 및 상기 서로 다른 회전 위치들에 대하여 상기 검출기로부터 상기 회절 데이터를 수신하며 상기 서로 다른 회전 위치들에 대한 상기 회절 데이터에 기초하여 그레인 배향 및 위치의 3차원 재구성들을 수행하는 컨트롤러를 포함하는, 상기 투사 X-레이 이미징 시스템.

### 발명의 설명

#### 기술 분야

[0001] 관련된 출원들(RELATED APPLICATIONS)

[0002] 이 출원은 2012.10.18.자 출원된, "결정학적 그레인의 배향 맵핑 능력을 갖춘 실험실 x-레이 마이크로-단층촬영(tomography) 시스템(Laboratory X-ray Micro-Tomography System with Crystallographic Grain Orientation Mapping Capabilities)"라는 제목의 미국 출원 번호 제61/715,696호의 35USC 119(e) 하에서의 혜택을 청구한다. 이것은 참조에 의해 전부 여기에 포함된다.

### 배경 기술

[0003] 금속, 세라믹들, 다른 중요한 물질들은 각각의 많은 개별 단일(single) 결정 그레인들로 구성되어 있다. 동질(homogenous) 구성 물질들에 대해서 모든 그레인들의 상기 결정 구조는 동일하지만, 상기 물질에 걸친 그들의 상대적인 결정 배향은 동일하지 않다. 사실, 물질들의 많은 중요한 공학적(engineering) 특성들은, 몇몇 예를 들면, 그레인 사이즈, 경계들, 사이즈 분포, 배향 등과 같은 상기 그레인 특성들의 함수이다.

[0004] 단일 구성 다결정질 물질들(single composition poly-crystalline materials)은, 흡수(absorption) 및/또는 폐이즈 콘트라스트(phase contrast)에 기초한 종래의 x-레이 단층촬영 스캔들(scans)에 있어서, 보통 개별 그레인들과 경계들의 식별을 위한 콘트라스트가 없다.

[0005] 전자 후방산란 회절 이미징(EBSD: electron backscatter diffraction imaging)은, 그레인들과 그레인 경계들의 2차원 이미지화를 위한 스캐닝 전자 현미경(scanning electron microscope)에서, 물질들의 폴리싱된 크로스 섹션들(cross-sections)의 표면 위에 수행될 수 있다. 그레인들의 결정 배향은 EBSD에서 결정된다. 집속 이온 빔 밀링(focused ion beam milling) 기구를 통한 연속 분할(serial sectioning)과 EBSD 이미징은 3차원(3-D) EBSD 데이터를 생성할 수 있다. 그러나, 상기 과정에서 샘플이 파괴되므로, 3-D EBSD는 파괴적 측정 기술이다.

[0006] 온도 사이클링(temperature cycling), 스트레스(stress) 또는 스트레인(strain)과 같은 외적 요인들의 함수로서 시간 영역에서의 물질 진화(material evolution)는, 최적의 특성들을 지닌 물질들의 생성을 위한 최상의 처리(processing) 조건들과 물질 실패(material failure)를 이해하는 데 극히 중요하다. 3-D EBSD는 샘플의 상기 그레인 맵(map)을 한번만 잡아낼 수 있으므로, 물질 진화를 연구하는 데 있어서 이는 매우 불만족스럽다.

[0007] x-레이 회절 콘트라스트 단층촬영(x-ray diffraction contrast tomography(x-레이 DCT))은 다결정질 미세구조들의 상기 3차원적 특징화(characterization)을 얻기 위한 비파괴적 접근 방법이다. 이는 흡수를 발생시키는 다 결정들의 상기 결정 그레인 모양들, 그레인 배향 및 미세구조의 동시 맵핑(simultaneous mapping)을 가능하게 해 준다.

[0008] 상기 종래의 x-레이 DCT 장치에서, 상기의 샘플은 고에너지 싱크로트론 복사(high energy synchrotron radiation)의 단색성(monochromatic) 빔으로 조사된다. 상기의 샘플이 회전하고 그레인들이 조사하는 빔을 통과함에 따라, 개별 그레인들이 브래그 회절(Bragg diffraction)을 위한 조건을 충족시키고, 이러한 회절 스포츠들은 상기 샘플 뒤에 위치한 2D 검출기에 기록된다. 상기 회절 기하구조는, 스포츠들이 발생하는 그레인들에게 스포츠들을 할당하고 그레인들의 상기 결정학적 배향들을 결정하기 위해 사용된다. 상기의 스포츠들은 상기의 각각의 그레

인 모양들을 재구성하기 위해 상기 그레인들의 투사들로써 사용된다. 이러한 기술은 여러 물질들 과학 연구들에 적용되어 왔는데, 그 예로는 그레인 경계 네트워크들의 3차원 특징화나 몇몇 스테인레스 강철들에서의 그레인간 스트레스 부식 균열(inter-granular stress corrosion cracking)의 인시츄 연구(in-situ study) 등이 있다. x-레이 DCT를 이용해 연구되고 있는 다른 물질들은 알루미늄 합금 Al 1050을 포함한다. 가장 중요한 점은, 이제 3차원 그레인 맵 측정들을 일상적이며 비파괴적으로 수행할 수 있게 되었다는 점이며, 이는 시간 진화(time evolution)를 연구하기 위한 반복적인 측정을 가능하게 한다.

[0009] 이러한 측정들 수행을 위한 싱크로트론 소스들 사용의 필요성은 많은 제한을 발생시키며 실험실 소스 회절 CT 시스템(laboratory source diffraction CT system)이 이러한 갭(gap)을 메꿀 수 있다. 실험실 소스들보다 싱크로트론들이 등급 차수가 더 높은 밝기를 가진 x-레이(x-rays with orders of magnitude higher brightness)를 만들어 내며, 상기 싱크로트론을 위해 개발된 DCT에 대한 상기 방법들은 높은 빔 컬리메이션(beam collimation)과 단색성(monochromaticity)을 보이는 높은 빔 밝기를 요구한다는 사실은 잘 알려져 있다.

[0010] 실험실 소스들은 보통 싱크로트론들과 비교했을 때, 매우 안 좋은 밝기를 가지는데, 이는 실험실 소스들이 제동복사(Bremsstrahlung)의 측면에서 x-레이 광장들의 매우 넓은 대역폭을 방출하기 때문이다. 상기 제동복사 배경에 추가적으로 방출되는 특징적 방출 선들(emission lines)은, 방출된 총 x-레이 전력과 비교했을 때 강도 측면에서 낮으며, 단색화 장치(monochromator) (결정 단색화 장치나 다층(multilayer))의 사용은 상기 실험실 소스의 빔을 단색화 시도할 때 상기 강도를 더 감소시킨다.

[0011] 그럼에도 불구하고, 2012.1.12.자 공개된 미국 출원 공개 번호 제 2012/008736A1호는 실험실 소스를 사용할 수 있는 x-레이 DCT 시스템을 기술하고 있다. 이 시스템은, 그것이 포커싱된(focused) 단색성(monochromatic) x-레이 빔의 사용을 가정한다는 점에서, 싱크로트론 DCT 세팅(setup)의 구현을 반영한다. 덧붙여, 상기 회절된 신호를 검출하기 위해 비표준 검출기들을 사용하는 방법(scheme)이 기술되어 있다.

## 발명의 내용

### 해결하려는 과제

[0012] 실험실 소스 x-레이 DCT 시스템들을 위한 제안된 구성들(configurations)의 문제는 그들의 성능(performance)이 낮을 것이라는 점이다. 그들은 시스템이 포커싱된 단색성 빔을 필요로 하기 때문에, 기존의 실험실 소스들로부터 결과하여 나오는 상기 x-레이 플럭스(flux)는 너무 낮을 것이고, 이는 터무니없이(impractically) 긴 노출 시간들을 초래한다.

[0013] 그러므로 실험실에서 x-레이 DCT를 수행할 수 있는 시스템들과 방법들에 대한 필요성은 계속하여 있어 왔다. 특히, 싱크로트론 복사 소스를 가지고 있지 않은 연구 및 산업 시설들에서 x-레이 DCT 사용을 가능하게 해 주는 기술들에 대한 필요성이 존재한다. 또한 특히, 단순하고 효과적인 검출 시스템들을 이용하는 장치들이 요구된다.

### 과제의 해결 수단

[0014] 일반적으로, 한 양상에 따르면, 상기 발명은 3차원 결정학적 그레인의 배향 맵핑을 위한 방법을 특징으로 한다. 상기 방법에서는, x-레이 검출기 위에 회절된 빔 이미지를 발생시키기 위해 실험실 x-레이 소스로부터 유도된 광대역 콘 x-레이 빔(a broadband, cone x-ray beam)이 회전하는 샘플을 조사한다(illuminate). 샘플 회전의 각도에 관한 정보와 결합된(coupled) 상기 이미지로부터의 얻어진 데이터는, 그레인 배향과 위치의 3차원 재구성을 얻기 위해 처리된다(예를 들어, 컨트롤러에 의해).

[0015] 다른 양상에 따르면, 상기의 발명은 3차원 결정학적 그레인의 배향 맵핑을 위한 장치를 정으로 한다. 상기 장치는 실험실 x-레이 소스, 상기 소스로부터 상기 콘빔(cone beam)의 범위를 제한하기 위한 애퍼처들 등과 같은 하

나 이상의 선택적 x-레이 컨디셔닝 디바이스들(conditioning devices), 상기 샘플을 회전시키기 위한 스테이지, 회절 데이터를 수집하기 위한 단일 검출 시스템, 바람직하게는 고해상도 픽셀화된(pixilated) x-레이 검출기, 그레인 배향과 위치의 3차원 재구성들을 생성하기 위해, 샘플 회전의 각도와 관련된 정보와 결합되어 상기 검출 기로부터 수신된 데이터를 처리하기 위한 컨트롤러(controller)를 포함한다.

### 발명의 효과

[0016] 여기에 기술된 상기의 장치와 기술들을 활용할 때, x-레이 DCT 원리들을 이용한 결정학적 배향 맵핑이, 현재의 상기 시스템이 가지고 있는 기본적인 장점 중의 하나인 작은 크기를 이용해 실험실에서 수행될 수 있다. 종래의 x-레이 DCT 실험들에서 보통 필요한 싱크로트론 x-레이 소스들과 비교했을 때, 여기에 사용된 상기 실험실 x-레이 소스는 작고 훨씬 싸며, 계속적인 접근이 가능하다. 게다가, 이전의 접근들과는 대조적으로, 광대역 포커싱되지 않은(unfocused) (콘) x-레이 빔은 표준 실험실 소스에 의해 만들어진 상기 x-레이들을 더욱 효과적으로 활용한다.

[0017] 부품들(parts)의 구성과 조합들에 관한 여러 상세한 사항들과 다른 장점을 포함한, 본 발명의 위에서 언급한 특징들 및 또 다른 특징들은 첨부된 도면들을 참조로 하여 특별히 기술될 것이며, 청구범위에서 요약될 것이다. 상기 발명을 실시(embodying)하는 특정한 방법과 장치는 상기 발명의 제한으로서가 아니라, 예시로서 보여질 것이다. 본 발명의 원리들과 특징들은 본 발명의 범위에서 벗어나지 않으면서 다양하고 수많은 실시 예들에서 실시될 수 있을 것이다.

### 도면의 간단한 설명

[0018] 첨부된 도면들에서, 참조 부호들(reference characters)은 서로 다른 시점에서 바라본 도면들을 통하여 동일한 부품들을 지칭한다. 도면들은 반드시 비율에 따른 것은 아니며, 대신 상기 발명의 상기 원리들을 예시하면서 강조가 이루어져 있다. 상기 도면들 중:

도 1은 광대역 소스에서 나온 X-레이들이 애페처를 통해 결정질(crystalline) 샘플의 하나의 그레인에 조사할 때 발생되는 라우에 초점 평면(50)과 투사 평면(52)의 도식적 투시도(schematic perspective view);

도 2A는 도 1의 상기 셋업에서 관련된 거리를 나타내는 측면도이다;

도 2B는 도 1의 상기 셋업에서 관련된 거리를 나타내는 상면도이다;

도 3A는 상기 라우에 초점 평면에서 발생된 이미지와 다이렉트 빔(direct beam)과 회절된 빔 사이의 관계를 도시한다;

도 3B는 상기 투사 평면에서 발생된 이미지와 다이렉트 빔과 회절된 빔 사이의 관계를 도시한다; 및

도 4는 상기 발명의 원리들에 따라 x-레이 DCT를 수행하는 데 사용될 수 있는 장치의 검출 시스템과 x-레이를 보여주는 도식적 다이어그램(schematic diagram)이다.

### 발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0019] 본 실시 예는 3차원 결정학적 그레인 배향 맵핑을 얻기 위한 방법과 장치에 일반적으로 관련되어 있다. 이전에 기술된 접근들과 비교했을 때, 상기 시스템과 그에 상응하는 방법은 실험실 x-레이 소스와 검출 시스템을 사용하는데, 이것은 콘빔(conebeam) 기하학적 구조(geometry) 내 상기의 샘플로부터 바람직하게 적어도 2개의 거리들(two distances)에서 상기 샘플을 통과 및 회절된 상기의 x-레이들을 검출할 수 있다. 바람직하게는, 고해상도 픽셀화된 x-레이 검출기가 회절된 x-레이들을 수집하고 회절 데이터를 생성하기 위해 사용된다. 더 낮은 해상도의 검출기는 상기의 회절된 x-레이들과 상기 투사 평면 내의 상기 샘플을 통한 투사 이미지를 검출하기 위해 사용된다.

[0020] 작동하는 동안, 연구 대상 상기 샘플은, 일련의 각도 투사들을 만들어 만들기 위하여, 예를 들어, 회전 각도( $\Theta$ )를 갖춘 모션 스테이지 시스템을 이용하여, 회전된다. 컨트롤러는 상기의 검출 시스템으로부터 (상기 샘플을 회전시키면서 얻어진) 다중 이미지들의 이미지 데이터를 수신하고 및 그레인 배향과 위치의 3차원적 재구성들을 수행한다.

- [0021] 바람직하게는, 상기 시스템은 x-레이 복사의 "흰색" 또는 광대역 빔, 예를 들어 넓은 파장 스펙트럼을 가진 빔을 사용한다. 상기 x-레이 빔의 상기 대역폭은 상기 x-레이 소스의 상기 동작 전압(operating voltage)과 상기 빔 내 선택적 흡수 필터들에 의해 단지 제한된다.
- [0022] 광대역 (흰색) x-레이 빔이 회절 패턴들을 생성한다는 사실은 잘 알려져 있다. 단일 결정/그레인에 대해서는, 이것을 라우에 회절 패턴들(Laue diffraction patterns)이라고 한다. 회절 반사들은 1) 상기 결정 평면들의 상기 d-간격(d-spacing), 2) 상기 평면들의 상기 배향, 및 3) 반사를 위한 상기 브래그(Bragg) 조건을 충족시키기 위해 들어오는(incoming) 상기 광대역 x-레이 스펙트럼으로부터 선택된 좁은 범위의 x-레이 에너지 또는 하나의 특정 엑스레이 에너지에 대응하는 특정한 각도들에서 자신들을 나타낸다.
- [0023] 다색성(pychromatic) 회절에서는, 상기 결정을 벗어난 각 반사가 상기의 입사 파장 스펙트럼으로부터의 특정한 파장이나 협대역(narrowband)을 "선택한다". 보통, 하나의 결정 그레인의 많은 반사들은 여러 결정 평면 d-간격들, 회절 각도들, 및 x-레이 파장들에 대응하는 단일 회절 패턴 안에 존재하면서 상기 브래그 조건(Bragg condition),  $2d \cdot \sin(\beta) = \lambda$ , (or:  $2d \cdot \sin\beta = \lambda$ )을 따른다. 여기에서, d는 격자 간격(lattice spacing), 베타( $\beta$ )는 상기 회절 각도, 람다( $\lambda$ )는 파장을 가리킨다.
- [0024] 단일 결정 물질에 대해서는, 시스템 컨트롤러는 이러한 회절 패턴들과 검출 시스템이 검출한 이미지들을 분석하여 상기 데이터들로부터 결정 배향과 격자 간격을 추출한다.
- [0025] 상기 x-레이 빔이 조사한 많은 그레인들을 갖고 있는 다결정질 물질에서는, 각 그레인은 상기 회절 패턴들에 많은 반사들을 기여할 것이다. 콜리메이팅된(평행한)(collimated(parallel)) 입사 x-레이 빔을 사용하는 다결정질 샘플의 상기 다색성 회절 패턴은, 일반적으로 많은 회절 스풋들의 중첩(supersposition)을 가져오고, 이들에 대해 결정 그레인 회합(association), 파장 및 d-간격을 해독하는 것은 가능하지 않다. 사실, 많은 수의 그레인들이 존재할 경우, 상기 개별 그레인들의 상기 무작위 배향은 소위 라우에 회절 링들(Laue diffraction rings)을 생기게 하는데, 이는 파우더 회절(powder diffraction)이라고 불리는 회절 방법에서 잘 알려져 있다. 파우더 회절은 물질의 결정 구조를 결정하기 위해 정립된 방법이지만, 어떤 특정 그레인 정보를 나타내지는 않는다.
- [0026] 대조적으로 본 시스템은, 연장된 결정 그레인(extended crystal grain)의 반사 시에 발산 빔(divergent beam)을 가진 점 x-레이 소스(point x-ray source)에 대해, x-레이들이 상기 소스-샘플 거리  $d_{ss}$ 와 동일한 거리까지 상기 회절 평면 방향에서 포커싱되도록 x-레이들이 회절한다는 사실을 이용하는(leverages) 특정 (콘 빔) 기하학적 구조를 이용한다. 우리는 이러한 특수 평면을 라우에 포커싱 평면이라고 부른다. 이러한 포커싱 효과는 상기 결정 그레인의 범위를 넘어 서로 다른 입사 각도들 하에서 상기 x-레이 소스를 "보는" 상기 단일 결정 그레인에 의해 발생하고, 그 다음 이것은 앞서 언급한 브래그 법칙(Bragg's law)에 따라 상기 반사에 대해 서로 다른 파장들과 회절 각도들을 선택한다.
- [0027] 콜리메이팅된(평행한) 빔 다색성 회절과는 달리, 상기 반사된 x-레이들의 파장은 본 시스템에서 하나의 그레인에 걸쳐 일정하지 않으며, 상기 x-레이들이 부딪히는 그레인 내의 위치에 따라 변한다.
- [0028] 도 1은 상기 라우에 초점 평면(50)과 투사 평면(52)을 도시한다.
- [0029] 더욱 자세히 보면, 광대역 소스(110)는 광대역 복사(115)의 발산하는 빔을 방출한다. 이러한 복사는 상기 샘플(10) 내의 결정이나 그레인에 의해 회절된다.

- [0030] 상기 결정(10)에 의한 회절 효과는, 상기 브래그 조건을 충족시키는 상기 x-레이들이 상기 샘플의 상기 결정 또는 그레인(10)에서 상기 회절에 의해 포커싱 되는 상기 라우에 초점 평면(50)을 생성한다. 상기 포커싱이 상기 회절 평면에서만 나타나기 때문에, 일반적으로 상기 회절된 빔의 패턴은 상기 라우에 초점 평면에서 선을 형성 할 것이다. 소스와 샘플 간 거리(dss)와 샘플과 상기 라우에 초점 평면 간의 거리(dsd1)가 같다는 사실이 또한 주목된다. 그 다음, 상기 샘플(10)로부터 멀어진 거리에서, 상기 투사 평면(52)은 상기 회절시키는 결정 또는 그레인의 상기 투사로부터 발견된다. 상기 라우에 초점 평면으로부터 상기 투사 평면의 거리는 임의적이며, 상기 투사 평면 내 상기 패턴을 기록하기 위해 이용 가능한 상기 x-레이 검출기의 픽셀 사이즈에 좌우된다.
- [0031] 도 2A는 광대역 발산하는 빔이 샘플 결정 그레인에 의해 회절될 때의 상기 관련된 거리들을 나타내는 상면도이다. 구체적으로, 상기 소스(110)와 상기 샘플(10) 사이의 거리는 dss이다. 상기 샘플(10)과 상기 라우에 초점 평면(50) 사이의 거리는 dsd1이며, 상기 샘플(10)과 상기 투사 평면(52) 사이의 거리는 dsd2이다.
- [0032] 상기 x-레이 빔(115) 내의 상이한 파장들과 에너지들이 상기 샘플 결정 또는 그레인(10)의 상이한 부분들 (portions)을 따라 상기 브래그 조건을 충족시킨다는 사실은 흥미롭다. 그러므로, 상기 라우에 초점 평면(50)에서 생성된 상기 특징들은 다중 파장들인  $\lambda_1$ ,  $\lambda_2$ ,  $\lambda_3$ 의 조합이다. 이들 파장들은 상기 소스(110)에 의해 방출된 상기 광대역 x-레이들 내에 포함되어 있는 상기 스펙트럼 대역  $\lambda_{\min}$ 에서  $\lambda_{\max}$  내에 있다.
- [0033] 애퍼처(112)는 상기 샘플 위의 조사 빔(illumination beam)을 제한하고 상기 회절된 빔(60, 64)으로부터 상기 직접 투과된 빔/비회절 빔(62)을 분리하기 위해, 상기 소스(110)와 상기 샘플(10) 사이에서 사용된다.
- [0034] 상기 회절 빔(60, 64)이 상기 라우에 평면에 포커싱 되기 때문에, 상기 투사 평면 내 상기 결정의 투사된 이미지는 역전되고(inverted),  $(dsd2-dss)/dss$ 에 의해 주어지는 기하학적 확대(magnification)를 가지며, 또한 잘 라져(sheared) 나타날 수 있다.
- [0035] 도 2B는 광대역 발산하는 빔이 샘플 결정 그레인에 의해 회절될 때의 관련된 거리들을 보여주는 상면도이다. 상기 라우에 초점 평면(50)에서의 상기 포커싱 효과는 선 형태의 스폿들의 형성을 가져온다.
- [0036] 상기 라우에 평면 내 선 형태의 스폿들로서 상기 회절된 신호들의 상기 출현은 포커싱 효과와 확대 효과로부터 발생한다. 그러한 선 형태의 하나의 스폿은 상기 샘플의 하나의 결정 그레인 내의 한 세트의 평면들을 벗어난 상기 x-레이들의 상기 회절로부터 생긴다. 상기 그레인 내의 상기 결정 평면들은 좁은 선에 그들의 수직 방향을 따라 상기 x-레이들을 회절시키고 포커싱한다. 이러한 포커싱 효과는 상기 결정 그레인의 상기 전체 길이에 걸쳐 나타나며, 이는, 상기 라우에 초점 평면 내 상기 선 형태의 스폿의 상기 길이가 값이 2인  $(dss+dsd1)/dss$ 의 인자만큼 확대된 이 방향 내의 상기 회절시키는 그레인의 물리적 사이즈의 투사된 모습(representation)이라는 것을 의미한다. 상기 그레인은 이 방향에서 뒤집어지지 않은 채로 투사된다. 이것으로부터, 상기 라우에 초점 평면 내에서 결정 크기들(dimensions)을 분해하기 위하여, 상기 기하학적 확대가 매우 낮고 2이므로 상기 그레인 크기들을 분해할 수 있는, 고해상도 검출기가 요구된다는 사실이 명백해진다. 상기 투사 평면 내 상기 그레인의 투사의 확대는  $(dss+dsd2)/dss$ 에 의해 주어지며, 이것은 투사 x-레이 이미징 시스템들과 동일하다. 상기 투사 평면에서 더 큰 기하학적 확대는 더 낮은 해상도의 x-레이 검출 시스템들의 이용을 가능하게 한다.
- [0037] 예를 들어, 도 3A에 도시된 바와 같이, 상기 라우에 초점 평면(50)에 위치한, 공간적으로 분해된(spatially resolved) x-레이 검출기(150)는 상기 반사의 상기 평면의 배향을 인코딩하는 선들(60)을 검출한다. 상기 라우에 초점 평면(50)에서의 상기 선들(60)은 상기 샘플(10)에 의해 회절되지 않는 상기 다이렉트 빔(62)를 형성하는 어떤 x-레이들에 인접한다.

- [0038] 도 3B에 도시된 바와 같이, 상기 투사 평면(52)에 위치한, 공간적으로 분해된 x-레이 검출기(152)는 상기 회절시키는 그레인의 투사를 일으키는 투사 평면 검출기(152) 위로 반사된 x-레이들(64)을 검출한다.
- [0039] 상기 투사 평면에서, 상기 그레인의 상기 투사의 확대는 상기 회절 및 직교(orthogonal) 평면에서 동일하지 않다. 상기 회절 평면에서는, 상기 투사는 역전되고, 상기 직교 평면에서보다 더 낮은 확대를 가진다. 상기 직교 평면에서 상기 투사는 역전되지 않는다.
- [0040] 3차원 그레인 맵의 재구성을 위해, 상기 샘플 평면 내로 향하는 상기 그레인 아웃라인(outline)의 재투사를 얻기 위한 하나의 전략은, 상기 라우에 초점 평면(52) 내에서 상기 선 포커싱을 통해 상기 투사 평면으로부터 상기 그레인 형태를 재투사하는(re-project) 것이다. 이는, 상기 샘플 내에서 상기 정확한 그레인 위치에 관한 추론들(inferences)과 함께 상기 셋업(소스 위치)의 기하학적 구조를 알면서, 상기 반사를 일으키는 상기 인덱스와 파장의 식별을 허용한다.
- [0041] 상기 회절 데이터에서 프리델 쌍들(Friedel pairs)의 식별은 상기 같은 그레인에 속한 회절 신호들의 식별에서 도움이 된다.
- [0042] 도 4에 보여지는 것은 본 발명의 실시 예들에 따라 x-레이 3차원 결정학적 그레인 배향 맵핑을 실행하기 위한 장치의 한 예이다. 상기 장치는 일반적으로 샘플(10)을 조사하기 위한 x-레이 소스(110)를 포함한다.
- [0043] 상기 소스(110)는 "실험실 x-레이 소스"이다. 이것은 바람직하게는 소스에서 샘플까지 거리(dss)의 독립적 조정을 가능하게 하는 소스 z-축 스테이지 위에 위치한다. 여기서 사용된 것처럼, "실험실 x-레이 소스"는 싱크로트론 x-레이 복사 소스가 아닌 x-레이들의 어떤 적당한 소스이다.
- [0044] 소스(110)는 x-레이 튜브일 수 있고, 여기에서 전자들이 진공 상태에서 전기장(electric field)에 가속화되고, 금속의 타겟 조각으로 쏘이지고, x-레이는 전자들이 상기 금속 내에서 감속하면서 방출된다. 보통, 그러한 소스들은, 이용된 금속 타겟의 유형에 따라, 상기 선택된 타겟의 상기 특징적 선들로부터 유래하는 특정한 에너지들에서의 강도에서 급격한 피크들(sharp peaks)과 결합된 배경 x-레이들의 연속 스펙트럼을 생성한다. 더 나아가, 상기 x-레이 빔들은 발산하며 공간적, 시간적 코히어런스(coherence)가 부족하다.
- [0045] 한 예에서, 소스(110)는 텅스텐 타겟을 가진, 회전하는 양극(anode) 타입 또는 마이크로포커싱된 소스이다. 몰리브데늄, 금, 백금, 은, 또는 구리를 포함한 타겟들이 또한 사용될 수 있다. 바람직하게는 투과 구성(transmission configuration)이 사용될 수 있는데, 여기에서 전자 빔(electron beam)이 얇은 타겟(410)을 뒤면으로부터 때린다. 상기 타겟의 다른 쪽에서 방출된 x-레이들이 상기 빔(115)으로써 사용된다.
- [0046] 또 다른, 더 구체적인 예에서, 소스(110)는 2008.10.28.자 윤(Yun) 등에게 발행된 미국 특허 제7,443,953호에 기술된 것과 같은 구조화된 양극 x-레이 소스이다. 그 내용들은 참조에 의해 전체가 여기에 포함된다. 이 경우, 상기 소스는 원하는 타겟 물질로 만들어진 얇은 상부 레이어(top layer)와 양호한 열적 특성들을 가지고 낮은 원자번호와 낮은 밀도를 가진 물질들로 만들어진 더 두꺼운 하부 레이어(bottom layer)를 가진다. 예를 들어 상기 양극은, 베릴륨이나 다이아몬드 기판의 레이어 위에 디포짓된(deposited), 최적 두께를 가진 구리 레이어를 포함할 수 있다.
- [0047] 여기에 기술된 상기 단층촬영 응용들에 적합한 에너지를 가진 복사를 생성하는 x-레이 레이저들이 또한 채용될

수 있다.

[0048] 여전히 다른 예에서, 상기 소스(110)는 엑실룸 AB(Excillum AB), 키스타(Kista), 스웨덴으로부터 이용할 수 있는 것과 같은 금속 제트(metal jet) x-레이 소스이다. 이러한 종류의 소스는 마이크로포커스 튜브들(microfocus tubes)을 사용하며, 여기에서 상기 양극은 액체-금속 제트(liquid-metal jet)이다. 이와 같이 상기 양극은 계속해서 재생되며(regenerated) 이미 녹은 상태(molten)이다.

[0049] 소스(110)에 의해 발생된 상기 x-레이 빔(115)은 복사의 원치 않는 에너지들이나 파장들을 억압하도록 바람직하게 조정된다. 예를 들어, 상기 빔 내 존재하는 원치 않는 파장들은 예를 들어 (원하는 x-레이 파장 범위(대역폭)를 선택하도록 설계된) 에너지 필터(412)를 사용하여 제거되거나 감쇠된다. 그럼에도 불구하고 상기 필터(412)는 상기 투과된 빔(115)의 대역폭이나 총 에너지를 실질적으로 감소시키지 않는다. 예를 들어, 상기 필터(412)는 바람직하게는, 상기 빔 내 전력을 50% 미만만큼만 감소시킨다. 바람직한 실시 예에서는, 그것은 상기 빔 내 전력을 30% 미만만큼만 감소시킨다. 이러한 관련성은, 상기 x-레이 소스(110)에 의해 만들어지는 상기 광대역 x-레이들의 대부분이 상기 샘플(10)을 조사하도록 보존된다는 것이다. 일반적으로, 사용된 상기 x-레이들의 대역폭은, 상기 x-레이 에너지 폭(energy band)의 반치폭(full width half maximum(FWHM))에 대한 중심 x-레이 에너지의 비율에 의해 정의된 대로 40% 이상이다. 예를 들어, 50keV의 중심 에너지에 대해, 상기 중심 에너지 주변의 적어도 20keV의 에너지 폭이 사용된다. 일반적으로, 상기 대역폭은 적어도 20%인데, 이는 그렇지 않으면, 상기 소스의 상기 이용 가능한 플럭스(flux)가 지나치게 커트(cut)되기 때문이다. 다양한 에너지 소스/필터 조합들을 통해 데이터를 수집함으로써 상기 중심 에너지와 대역폭은 몇몇 예들 내에서 달라진다는 사실이 또한 인식되고 있다. 이것은, 기록된 반사들의 상기 파장 범위를 식별하기 위해 상기 제어 시스템(105)에 의해 사용될 수 있는 데이터 내의 추가적인 정보를 제공한다.

[0050] 상기 빔 범위는 바람직하게는, 빔 한정 핀홀(bean defining pinhole)이나 적절한 스퀘어 애퍼처(square aperture)를 가지는 애퍼처 디바이스(112)에 상기 x-레이 빔을 통과시킴으로써 줄여진다. 이러한 애퍼처는 상기 샘플(10) 상의 조사되는 영역을 제한하며, 상기 x-레이 검출 시스템 상의 다이렉트 빔의 사이즈를 제한한다. 상이한 사이즈의 애퍼처들을 사용함으로써 상기 빔 내 결정 그레인들의 수를 조정할 수 있으며, 이는 회절 반사들의 수를 관리할 수 있게 유지하고 및 반사들의 오버랩(overlap)을 줄이는 데 유리하다고 인식된다. 일반적으로, 모든 그레인은 상기 라우에와 투사 평면들에 기록된 여러 반사들을 이미 갖고 있을 것이다.

[0051] 하나 이상의 에너지 필터(412) 및/또는 애퍼처 디바이스(112)가 다른 실시 예들에서 채용된다. 한편, 이러한 빔 컨디셔닝(beam conditioning)은 상기 실험실 소스(예, 레이저)가 적절히 폭이 제한되거나 및/또는 공간적으로 제한된 빔을 만들어내는 경우들에서 생략될 수 있다.

[0052] 상기 실험실 x-레이 소스(110)로부터 유도된(예를 들어 레이저 소스와 같은 경우에 더 이상의 컨디셔닝 없이 직접, 또는 위에 기술된 대로 조정되어) 상기 x-레이 빔(115)이 샘플(10)을 조사하고, 상기 샘플이 연구된다. 종종, 상기 샘플(10)은, 각 그레인이 병진 대칭(translational symmetry)을 갖고 결정을 구성하는 많은 결정 그레인들을 가지는 다결정질 물질이다. 상기 그레인들은 같은 화학적 조성이나 격자 구조(lattice structure)을 가질 수 있는 반면, 그것들은 보통 서로 다른 배향들을 갖는다.

[0053] 여기에 기술된 장기 장치와 기술들을 사용하여 분석될 수 있는 물질들의 예들은 금속들, 금속 합금들, 세라믹 등을 포함하지만 이들에 제한되지는 않는다.

[0054] 상기 샘플(10)의 관심 영역이 상기 샘플 스테이지 414의 x, y, z축 병진운동 능력(translatory capability)을 이용하여 상기 빔 내에 위치된다. 그 다음, 상기 샘플(10)은 상기 y축 주위를 회전하며(각도  $\Theta$  참조), 상기 들어오는 x-레이 빔(115)에 서로 다른 샘플 면들을 노출시킨다. 구체적인 예에서, 상기 샘플(110)은, 회전, 및

바람직한 실시 예들에서는 얼라인먼트(alignment)를 가능하게 하기 위해 상기 x-레이 빔(115)에 관련하여 상기 샘플의 병진(translation)을 허용하는 (도시되지 않은) 스테이지(414) 위에 장착된 샘플 홀더(sample holder) 내에 홀딩된다.

[0055] 예를 들어, 상기 샘플(10)은, 상기 샘플(10)을 조정하고 회전시키기 위한, 이상적으로는 모터가 달린, 샘플 홀더와 스테이지 시스템을 포함하는 종래의 시스템을 사용하여 조작될 수 있다. 상기 스테이지(414)는, 광 테이블(optical table)(x축)의 평면에서 및/또는 그것에 대한 수직 방향(y축)에서, (z축)을 따라 및/또는 상기 샘플(10)을 조사하는 상기 x-레이 빔(115)의 횡 방향들에서 병진 운동(translation)하도록 설계될 수 있다. 편의를 위해서 여기에 사용된 상기 좌표 시스템(coordinate system)은, 상기 들어오는 x-레이 빔에 의해 규정되는 광 경로(optical path)를 따르는 z축; (상기 광 테이블의 평면에 있는) 상기 들어오는 x-레이 빔(115)에 수직인 x축; 그리고 상기 광 테이블의 상기 (수평) 평면에 대하여 직각(수직) 방향으로의 돌출하는 y축을 가진다.

[0056] 한 예에서, 상기 샘플 스테이지(414)는 시스템 컨트롤러(105)에 의해 컨트롤되며, 중심 회전축 y를 가지고 있다. 그리고 상기 샘플의 위치는, 이 회전축 y가 상기 x-레이 빔(115)의 다이렉트 경로(direct path)에 수직하도록 조정 될 수 있다. 상기 스테이지(414)는, 360° 전체 회전당 20분 내지 24시간의 범위에서와 같이 규정된, 설정 가능한 회전 속도로 또는 충분적 회전 당 0.01° 내지 15° 범위와 같이 설정될 수 있는 단계적, 충분적 회전 운동들로, 회전하는 y축 주위로 샘플(10)을 회전시킬 수 있다(도 4의 각도 Θ 참조). 상기 스테이지는 0°의 회전 위치에 대한 디폴트 기준점(default reference point)을 가질 수 있고, 장착된 샘플의 회전 움직임의 개시(initiation)에서 실제 기준점을 설정할 수 있는 옵션을 제공할 수도 있다. 상기 기준점에 대한 상기 스테이지의 회전 각도는 상기 샘플 스테이징 디바이스(414)로부터 상기 시스템 컨트롤러(105)로 전달된다.

[0057] 예를 들어, 상기 샘플(10)은 상기 스테이지(414)의 베이스(base)로부터 돌출하는 샘플 홀더 상에 홀딩될 수 있다. 상기 베이스는 x-z 샘플 모션 스테이지의 컨트롤 하에 상기 x-z 평면에서 병진할 수 있어, 상기 광 테이블의 평면상에서 상기 샘플의 미세한 포지셔닝(positioning)을 가능하게 해 준다.

[0058] 샘플 회전 스테이지는 상기 샘플 모션 스테이지를 회전시키고 따라서 상기 y축에 평행하게 연장하는 회전 축 주위로 상기 x-레이 빔(115) 내의 상기 샘플 10 또한 회전시킨다. x축 샘플 모션 스테이지는, 예를 들어 상기 샘플의 로딩/loading)를 가능하게 하면서 상기 x축을 따라 상기 샘플을 상대적으로 크거나 또는 총체적 포지셔닝을 위해 제공될 수 있다. y축 (병진) 샘플 모션 스테이지가 또한, 상기 광 테이블의 상부(top)에 대하여 상기 x-레이 빔(115) 내 상기 샘플(10)의 높이를 조정하기 위하여 제공될 수 있다.

[0059] 상기 들어오는 x-레이 빔과 상기 회전하는 샘플의 상호작용은 상기 라우에 평면 x-레이 검출기(150)의 신틸레이터(420) 상에 포착된 일련의 각도 투사들(60)(도 3A 참조)을 발생시킨다. x-레이 스톱(stop)(418)이 바람직하게 제공되어 상기 x-레이 소스(110\_로부터의 다이렉트 빔을 막거나 감쇠하도록 제공된다. 상기 x-레이 스톱(418)을 사용하여 다이렉트 빔을 막는 이점은 상기 샘플(10)의 상기 그레인 구조에 대해 상기 다이렉트 빔이 거의 아무 정보도 갖고 있지 않다는 점에 있다. 게다가, 그것의 신호 세기가 어떤 회절 빔보다 훨씬 강하기 때문에, 다이렉트 빔을 막는 것은 상기 라우에 평면 x-레이 검출기(150)의 성능을 향상시키며, 상기 신틸레이터(420)에 발생된 미광(stray light)를 줄여준다. 일반적으로 상기 x-레이 스톱(418)의 크기는 상기 x-레이 빔(115)의 발산 특성 때문에 상기 애퍼처(112)보다 더 크다.

[0060] 상기 x-레이 스톱(418)은 몇몇 예들에서 상기 신틸레이터(420) 상의 상기 샘플(10)의 흡수 콘트라스트 투사(absorption contrast projection)를 여전히 수집하도록 부분적으로 투과하도록(partially transmissive) 선택된다. 이 다이렉트 이미지(direct image)는 상기 샘플의 아웃라인(outline)을 재구성하고 상기 컨트롤러(105)에 의한 상기 샘플(10)의 질량 중심을 결정하는데 유용하다.

- [0061] 몇몇 실시 예들에서, 추가의 필터(416)가 상기 샘플(10)과 상기 신틸레이터(420) 사이에 위치한다. 이는 상기 x-레이 빔에서 어떤 원치 않는 에너지를 필터링하는데 이용될 수 있다.
- [0062] 어느 경우에서든지, 상기 들어오는 회절 x-레이 빔(60)과 투과된(또는 소멸) x-레이 빔(62)(막지 않았다면)는 상기 라우에 평면 x-레이 검출기(150)의 상기 신틸레이터(420)에 의해 저 에너지 광자들로 변환된다(전형적으로 전자기 스펙트럼의 가시 범위 내). 차례로, 있다면 투과된 x-레이 이미지(62)로부터 및/또는 회절된 x-레이 이미지(60)로부터 방출된 저에너지(전형적으로 가시 영역 내) 광자 빔은 상기 라우에 평면 x-레이 검출기(150)의 광학부(optical portion)(430)에 의해 추가로 처리된다.
- [0063] 상기 라우에 평면 x-레이 검출기(150)의 광학부(430)는 전형적으로 광학 확대 렌즈 시스템과 검출기를 포함하는데, 예를 들어, 적절한 필름 또는 CCD(charged coupled device) 또는 CMOS 센서에 기초한 카메라 검출기를 이용하는 것을 포함한다. 상기 검출기에 의해 생성된 상기 이미지는 상기 시스템 컨트롤러(105)에 제공된다.
- [0064] 상기 광학부(430)는 바람직하게는 신틸레이터(420)로부터 하류에 광학적으로 배치된다. 상기 광학부(430)는 바람직하게는 하우징(housing) 내 들어있는 확대 렌즈를 포함한다. 2쌍들(two couplets)이 확대 렌즈로부터의 상기 광신호를 조정(conditioning)하도록 사용될 수 있다. 최종 튜브 렌즈 쌍(tube lens triplet)은 상기 검출기(예를 들어, CCD 카메라) 상에 이미지들을 형성한다.
- [0065] 몇몇 예들에서, 터닝 거울(turning mirror)이 상기 라우에 평면 x-레이 검출기(150)의 광학부에 포함된다. 이는 x-레이들로부터의 손상을 피하고 및 어떤 나머지 x-레이들이 상기 뒤이은(subsequent) 투사 평면 x-레이 검출기(152)로 계속 진행하도록 상기 렌즈들 앞에 위치된다. 현재 실시 예에서, 상기 라우에 검출기(150)은 상기 투사 평면 검출기(152) 상의 이미지들을 취하기 위해 제거된다. 이는 상기 시스템 컨트롤러(105)가 x 또는 y축 모션 스테이지/스위칭 시스템(422)을 이용하여 상기 검출기(150)를 스위칭 아웃(switching out)함으로써 달성된다.
- [0066] 일반적으로 사용될 수 있는 적절한 장치들이, 예를 들어, 2006.10.13.자 윤(Yun) 등에게 발행된 미국 특허 제 7,130,375 B1호에 기술되어 있으며, 그 내용들이 참조에 의해 전체가 여기에 포함된다.
- [0067] 상기 x, y 및/또는 z 방향들에서 상기 라우에 평면 x-레이 검출기(150)의 위치 조정을 더 가능하게 하는 상기 Z-축 모션 스테이지/스위칭 시스템(422)을 이용하여, 상기 라우에 평면 x-레이 검출기(150)가 장착된다.
- [0068] 특정 예들에서, 상기 소스에서 샘플까지 거리 dss(상기 z 방향에서)는 5mm 내지 50cm 사이에 있다. 상기 샘플에서 라우에 검출기까지 거리 dsd1(또한 상기 z 방향에서)는 5mm내지 50cm 사이일 수 있다.
- [0069] 하나의 구성에서, 신틸레이터 물질(420)의 두께는 50 $\mu$ m 와 1mm 사이이다. 그것은 요오드화 셰슘(CsI), 텉스텐산 카드뮴(CdWO4), 기타 등을 채용한다. 그 다음, 상기 광학부(430)는 약 0.4배(0.4X) 이상의 확대를 제공한다. 또 다른 실시 예에서, 신틸레이터의 두께는 10 $\mu$ m와 500 $\mu$ m 사이이며, 상기 광학부(430)는 4배의 확대를 제공한다. 추가적인 실시 예에서, 5 $\mu$ m와 250 $\mu$ m 사이의 더 얇은 신틸레이터(420)가 10배의 확대를 제공하는 상기 광 스테이지(430)과 함께 사용된다. 2 $\mu$ m 내지 200 $\mu$ m의 두께와 함께 20배 이상의 확대를 제공하는 광학부가 또한 사용될 수 있다. 또 다른 예들에서, 상기 광학부(430)은 약 50배 혹은 그 미만의 확대를 제공한다.
- [0070] 상기 들어오는 x-레이 빔과 상기 회전하는 샘플의 상호작용은 상기 투사 평면 x-레이 검출기(152)의 상기 신틸레이터(432) 상에 포착된 일련의 각도 투사들(64)을 또한 발생시킨다. 제2 x-레이 스톱(419)이 바람직하게는 제공되어 상기 x-레이 소스(110)로부터의 다이렉트 빔을 막도록 사용된다. 여기서 다시, 상기 x-레이 스톱(419)을

사용하여 상기 다이렉트 빔을 막는 이점은 상기 다이렉트 빔이 상기 샘플(10)의 그레인 구조에 대해 거의 아무 정보도 갖고 있지 않다는 것이다. 게다가, 그것의 신호 세기가 어떤 회절 빔보다 훨씬 강하기 때문에, 상기 다이렉트 빔을 막는 것은 상기 투사 평면 x-레이 검출기(152)의 성능을 향상시키며, 상기 투사 평면 x-레이 검출기(152)의 상기 신틸레이터(432)에서 발생된 미광(stray light)를 줄여준다. 일반적으로, 상기 x-레이 스텝(419)의 크기는 상기 x-레이 빔 115의 발산 특성 때문에 상기 애피처(112)와 상기 제1 x-레이 스텝(418)보다 더 크다. 그러나 다른 실시 예들에서, 상기 스텝(419)은 감쇠시키는데, 이와 같이 상기 검출기(152)가 다이렉트 빔을 또한 검출하도록 허용한다.

[0071] 투사 검출기 스테이지(424)가 상기 빔 축(115)을 따라 상기 투사 평면 검출기(152)를 지지하고 위치시키도록 이용된다.

[0072] 어느 경우에든지, 상기 들어오는 회절 x-레이 빔(64)과 투과된(또는 소멸) x-레이 빔(62)(막지 않았다면)은 상기 투사 평면 x-레이 검출기(152)의 상기 신틸레이터(432)에 의해 저 에너지 광자들로 변환된다(전형적으로 전자기 스펙트럼의 가시 범위 내). 차례로, 투과된 다이렉트 x-레이 이미지(62)로부터 및 회절된 x-레이 이미지(64)로부터 방출된 저에너지(전형적으로 가시 영역 내) 광자 빔들은 상기 투사 평면 x-레이 검출기의 광학부(optical portion)(434)에 의해 추가로 처리된다.

[0073] 상기 투사 평면 x-레이 검출기(152)의 상기 광학부(434)는 상기 라우에 평면 x-레이 검출기 시스템(150)보다 훨씬 단순할 수 있다. 이것은 기하학적 확대로 인해 상기 이미지들이 상기 투사 평면 검출기(152) 상에서 더 크기 때문이다.

[0074] 하나의 예에서, 어떤 광 확대도 제공되지 않는다. 대신, CCD 패널 검출기가 상기 신틸레이터(432) 바로 뒤에 사용된다. 예를 들어, 상기 신틸레이터(432)에 1:1 결합(1:1 coupling)으로 플랫 패널 검출기(flat panel detector)가 사용될 수 있다. 그러한 검출기들은 보통 50 $\mu\text{m}$  내지 250 $\mu\text{m}$  범위의 픽셀 크기를 가진다.

[0075] 다른 예에서, 상기 투사 평면 검출기(152)의 광학부(434)는 0.4배의 가시광 확대(visible light magnification)와 13 $\mu\text{m}$ 의 픽셀 크기를 가진 CMOS 센서를 가진다.

[0076] 하나의 간단한 예에서, 상기 라우에 평면 검출기(150)와 상기 투사 평면 검출기(152)는 같은 물리적 검출기다. 상기 빔에 대한 상기 샘플(10)의 각 앵글  $\Theta$ 에 대해, 상기 검출기는 상기 라우에 평면(50)과 상기 투사 평면(52) 사이에서 움직여진다. 이러한 구성은 z와 x축들에서 큰 병진운동 능력(translation capability)을 가진 검출기 스테이지(422)를 필요로 한다.

[0077] 특정 예들에서, 상기 샘플에서 투사 검출기까지 거리 dsd2(또한 z 방향에서)는 10cm 내지 100cm 사이일 수 있다. 상기 투사 평면 검출기(152)에서의 상기 x-레이들의 기하학적 확대는 바람직하게 10과 500 사이이다.

[0078] 여기에 기술된 상기 장치는 또한 시스템 컨트롤러(105)를 포함한다. 상기 컨트롤러는 상기 샘플 물질의 3차원 결정학적 그레인 배향 맵핑을 얻기 위해 필요한 상기 작동들을 수행하는 데 적절한 어떤 프로세싱 유닛(processing unit)일 수 있다. 예를 들어, 상기 컨트롤러(105)는 상기 검출기 시스템들(150, 152)로부터 (상기 샘플(10)이 회전하는 동안 취해진) 다중 이미지들의 이미지 데이터를 수신할 수 있고 및 그레인 배향과 위치의 3차원 재구성들을 수행하기 위한 컴퓨터 시스템일 수 있다. 특정 실시 예들에서, 상기 컨트롤러(105)는 또한 상기 회전 스테이지(414) 및 조사되는 상기 샘플(10)의 회전 각도를 제어한다. 바람직하게는, 또한 상기 컨트롤러(105)는 상기 라우에 평면 검출기(150)와 상기 투사 평면 검출기(152)의 상기 스테이지들(422, 424)을 작동시킨다. 그리고, 구체적으로, 상기 컨트롤러(105)는, 상기 라우에 평면 검출기(150)를 상기 광 경로(optical path)

바깥으로 이동시켜 상기 투사 평면 검출기(152)에 의한 검출을 가능하게 하거나, 또는 상기 라우에 평면 검출기(150)를 상기 투사 평면 검출기(152)의 위치로 이동시켜 그것의 기능을 수행하게 한다.

[0079] 몇몇의 경우에서, 상기 컨트롤러(105)는 상기 샘플(10)을 분석하기 위해 상기 라우에 검출기(150)로부터의 데이터만을 사용하거나 또는 상기 투사 평면 검출기(152)로부터의 데이터만을 이용한다. 그러나, 일반적으로, 상기 라우에 검출기(150)로부터 유도된 정보가 상기 샘플의 분석에 있어서 가장 유용하다.

[0080] 상기 발명의 많은 양상들에서, 상기 컨트롤러(105)는 3차원 결정학적 그레인 배향 맵핑을 생성하기 위해 x-레이 DCT의 원리들을 이용한다. 정립된 DCT 원리들은 몇몇 발행물들에 기술되어 있으며, 이는 모두 참조에 의해 전부 여기에 포함된다. 이러한 발행물들은: W. Ludwig et al., *X-Ray Diffraction Contrast Tomography: A Novel Technique For Three-Dimensional Grain Mapping of Polycrystals. I. Direct Beam Case*, J. Appl. Cryst. (2008) V41, pp. 302-309 (Appendix A); G. Johnson et al., *X-Ray Diffraction Contrast Tomography: A Novel Technique For Three-Dimensional Grain Mapping of Polycrystals. I. The Combined Case*, J. Appl. Cryst. (2008) V41, pp. 310-318 (Appendix B); Martin Knapic, Seminar, 4<sup>th</sup> Year, University of Ljubljana, Faculty of Mathematics and Physics, Physics Department, May 28, 2011 (Appendix C); and U.S. Patent Application Publication No. 2012/0008736A1, to E. M. Lauridsen et al., published on January 12, 2012 (Appendix D).

[0081] 상기 문헌에 기술된 바와 같이(Ludwig et al. (2008). J. Appl. Cryst. 41, 302-309 참조), x-레이 DCT는 종래의 x-레이 흡수 콘트라스트 단층촬영과 몇몇 유사한 점들이 있다. 전형적으로, 상기 샘플 내 그레인들은, 그레인이 상기 회절 조건을 충족시킬 때마다 상기 x-레이 감쇠 계수(coefficient)에 대해 이따금씩 발생하는 회절 공현(diffraction contribution)을 이용하여 이미지화된다. 상기 3차원 그레인 모양들은 대수적 재구성 기술(algebraic reconstruction technique(ART))을 이용하여 제한된 수의 투사들로부터 재구성된다. 배향 공간의 스캐닝(scanning orientation space) 및 상기 대응하는 결정학적 그레인 배향들의 결정을 목표로 하는 것에 기초를 둔 알고리즘들이 또한 개발되었다.

[0082] 상기 투파 및 회절된 빔들을 동시에 획득함으로써(acquisition), Ludwig et al. (2008). J. Appl. Cryst. 41, 302-309에 기술된 기술이 크로스 섹션(cross section)마다 100개 이상의 그레인을 포함한 미변형된 다결정질 샘플들의 연구에까지 확장되었다(G. Johnson et al., J. Appl. Cryst. (2008) V41, pp. 310-318 참조). 여기서, 상기 그레인들은, 상기 x-레이 감쇠 계수에 대한 이따금씩 발생하는 회절 공현을 이용하여 이미지화된다(이것은 그레인이 상기 회절 조건을 충족시킬 때 상기 투파 또는 다이렉트 빔(62)의 강도에 있어서의 감소로서 관찰될 수 있다). 추가적인 회절 빔 정보와 함께 소멸 스폿(extinction spot) 이미지들의 분할(segmentation)이 상당한 스폿 오버랩이 있는 경우에 조차 자동화되었다. 대응하는 다이렉트('소멸') 및 회절된 빔 스폿들을 짹지음으로서(pairing), 강한 분류 및 인덱싱 접근법(robust sorting and indexing approach)이 개발되었다.

[0083] 일반적으로, 본 시스템으로, 상기 샘플(10) 내 각 그레인은, 상기 x-레이 빔 측(115)에 대한 상기 샘플(10)의 모든 각도에서 상기 라우에 검출기(150) 상에 전형적으로 다중, 1-20개의 회절 스폿들이나 선들을 만들어낸다. 이러한 효과는 상기 샘플(10)의 연속적인 회전( $\Theta$ )에 대한 필요성을 제거하기 위해 이용될 수 있다. 덧붙여, 상기 라우에 평면 내 상기 회절 스폿들의 상기 선 기하학적 구조는 상기 "오버랩" 문제를 감소시키는데, 이는 상기 선들이 종래의 시스템들로 검출되는, 더 큰 스폿들보다 더 쉽게 분리될 수 있기 때문이다.

[0084] 하나의 실시 예에서, 상기 라우에 검출기(150)와 상기 투사 평면 검출기(152)에 의해 검출된 영역들(regions)(60, 62, 및 64)로부터의 데이터는 상기 컨트롤러(105)에 전달된다. 투파된 이미지(62)와 회절된 이미지로부터의 회절 스폿들(60, 64)로부터의 신호들을 수신하는 것 외에도, 상기 컨트롤러(105)는 바람직하게, 상기 결정질 물질 샘플(10)이 상기 노출 과정 동안 자동적으로 회전되도록 상기 샘플 스테이지(414)를 또한 제어

한다.

[0085] 본 발명은 바람직한 실시 예들에 대한 참조들과 함께 특별히 도시되고 기술되었으나, 이 기술에 숙련된 사람들이라면 첨부된 청구범위에 포함된 본 발명의 범위에 벗어나지 않으면서 형태나 상세 사항에 있어서의 다양한 변경들이 이루어질 수 있다는 것을 이해할 것이다.

[0086] 예를 들어, DCT를 위한 광대역 x-레이 스펙트럼의 사용은 싱크로트론 복사 소스들에서 고려되지 않아 왔다. 만약 싱크로트론 빔이 다결정질 샘플에 발산하는 광대역 빔을 전달(deliver)하도록 조정된다면(conditioned), 위에 기술된 바와 같은 동일한 방법들이 잠재적으로 채용될 수 있을 것이고, 아마도 단색성의 빔을 사용하는 현재 이용된 방법들에 비해 상당한 성능 이점들을 제공할 것이다. 사실, 상기 광대역 발산 x-레이 빔을 제공하기 위해 실험실 소스 대신 싱크로트론들에서 미활용된, 저 밝기 벤딩 마그네트 빔 라인들(underutilized, low-brightness bending magnet beamlines)이 사용될 수 있다.

### **부호의 설명**

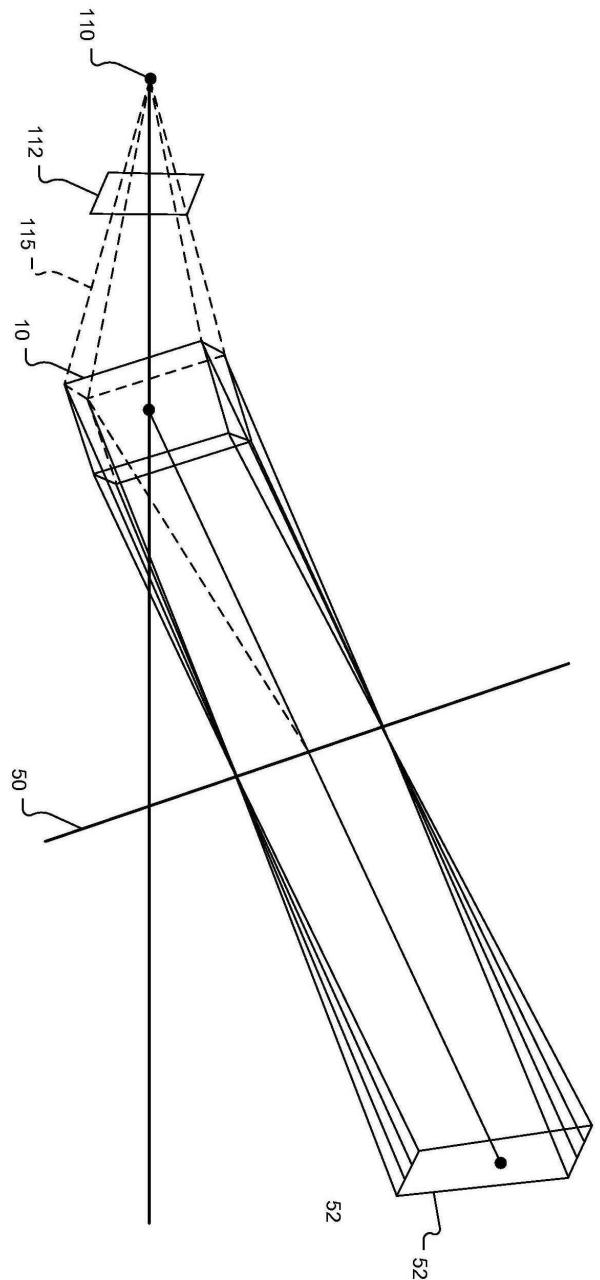
[0087] 105: 시스템 콘트롤러

110: X-레이 소스

422: Z/스위칭 시스템

도면

도면1



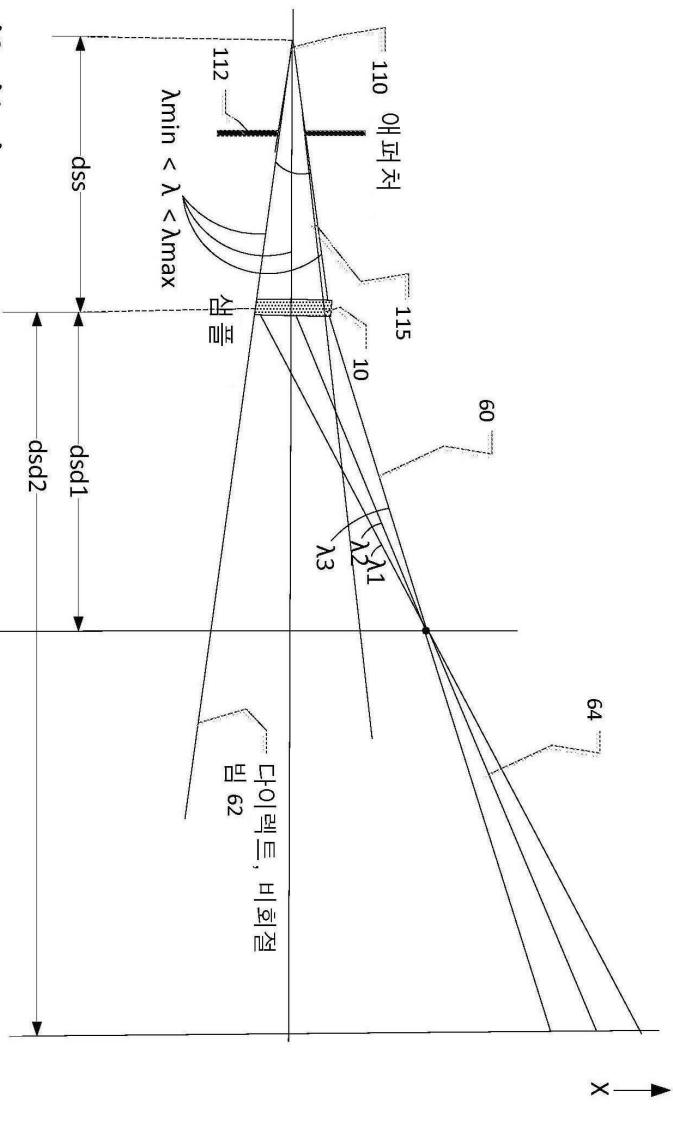
도면2a

$\lambda_{\min} < \lambda_3 < \lambda_2 < \lambda_1 < \lambda_{\max}$

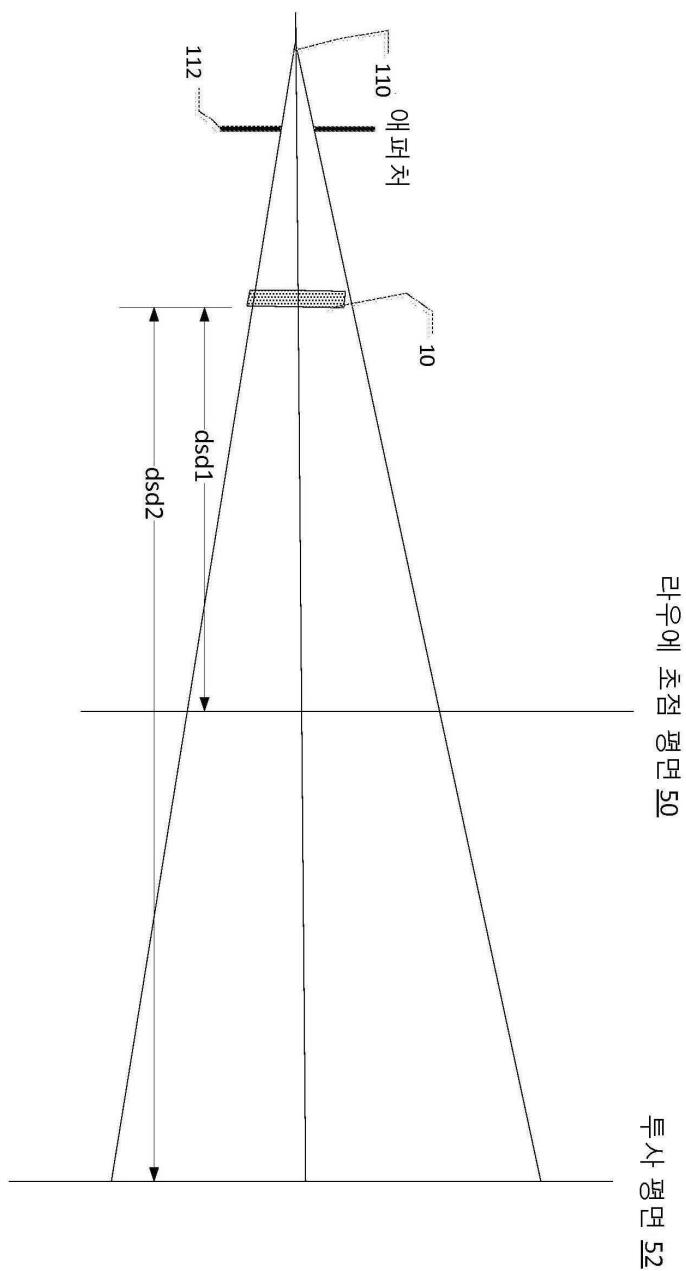
$d_{ss} = d_{sd1}$

라우에 초점 평면 50

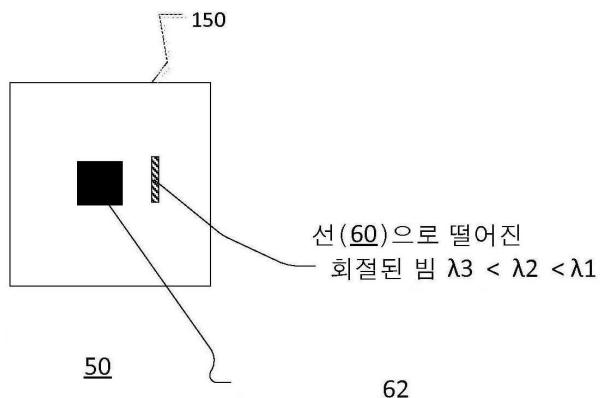
투사 평면 52



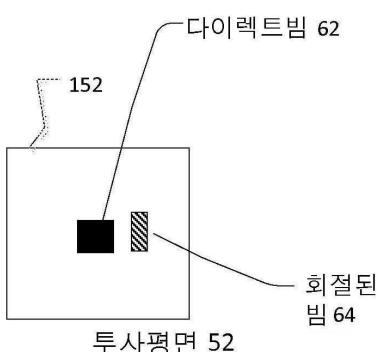
도면2b



도면3a



도면3b



도면4

