X線トモグラフィーの最近の進歩と動向

Recent Progress and Technological Trends in X-ray Computed Tomography

大学院工学研究院機械工学部門 戸田裕之 主幹教授 Hiroyuki Toda

連携記事

X線CTの最近の動向

イギリスのAtkinson Morley病院で初めてX線CTが患者 の診断に用いられたのは、今からおよそ50年前の1971年に なる¹⁾。この新しい可視化技術は、瞬く間に世界各国の病院 に普及した。一方、理工学で産業用X線CTを用いて3Dで観 察されるようになったのは主に今世紀に入ってからであり、 さらにその本格的な普及となると、高々この10年の事であろ う。「3D」というと、最近ではすぐに3Dプリンターが思い起 こされる。しかし、一見地味な観察技術であるX線CTも、着 実に産業に、そして科学技術にと根付きつつある。

産業用X線CTの進歩は、①高空間分解能化、②高エネル ギー化、③高機能化、④インライン化、⑤計測技術化と多岐 にわたる。その詳細は、最近出した拙著²⁾に譲るが、ここで は鉄鋼材料やチタン合金に関わる技術を概観したい。

まず、①に関しては、シンクロトロン放射光を用いたX線 CTの所で述べるフレネルゾーンプレート (以下、FZP)を用 いた高空間分解能の産業用X線CT装置が市販されている。 この場合、試料サイズに制約は大きいものの、100nm程度の 空間分解能でのイメージングが可能である²⁾。ちなみに、文 献2)の図6.15の観察例では、試料直径は約64µmである。次 に、②の高エネルギー化は、鉄鋼部品などをイメージングす るために欠かせない。大がかりな装置を必要とするため限定 的にではあるが、小型電子加速器を用いた MV レベルの産業 用X線CT装置を用い、鉄鋼でも数十cm厚さまでの試料が以 前から可視化されている。この延長として、自動車一台をま るごと計測できる大型産業用X線CTが2013年にドイツ・フ ラウンホーファーEZRT研究所に設置された³⁾。これは、回 転ステージの上に自動車などを縦に立てて撮像するタイプ のX線CTである。一方、我が国では、医療用CTの様なガン トリー式の大型CT (自動車が普通に置かれ、その回りを線 源とカメラを乗せたガントリーが回転する)の設置が検討さ れ、早ければ2021年にも稼働を開始するとされている4。③ 大学院工学研究院 機械工学部門 平山恭介 助教 Kyosuke Hirayama

の高機能化の最たる例は、DCT (回折コントラストトモグラ フィー)法による多結晶組織の3Dイメージングであろう。 実用的な鉄鋼材料の微細な結晶組織をイメージングするまで には至らないが、産業用X線CT装置でDCTを鉄鋼材料に適 用した例も報告されている²⁾。これら①~③は、X線CTの観 察機器としての発展形であろう。

一方、④に関し、10年ほど前から半導体や電子基板の製造 ラインに産業用X線CT装置を組み込み、製品や部品、素材 をインラインで全数検査することができるようになった²⁾。 これは、X線CTの検査機器としての新展開と言える。これに より、不良品低減により大幅な品質向上が可能になる。また、 より最近になって、アルミニウム鋳物の鋳巣のインライン全 数検査も行われている²⁾。これは、自動車製造ラインのサイ クルタイムに合わせた最速1min/scanの高速3D撮像による ものである²⁾。構造材料の品質管理のレベルを劇的に改善す る技術として注目される。装置は若干大がかりになるかもし れないが、将来、鉄鋼製品などにも応用可能な産業技術であ る。最後に、⑤に関しては、ドイツで産業用X線CTを用いた 寸法計測についてのガイドラインが2011年に定められてい る⁵⁾。これは、X線CTの三次元的な計測装置としての利用を 促すものである。例えば、中空や複雑形状の部品の形状を精 密に計測すれば、CADによる3Dモデルとの違いを精密に評 価できる。また、実測の3D形状を用いたシミュレーション や3Dプリンターとの組み合わせなど、X線CTが新しいもの つくり技術の重要な要素になりつつある²⁾。

上記①~⑤のうち、産業的な製造技術に関わる④と⑤を除 き、X線CTの観察機器技術としての利用に関わる①~③に 関しては、より高品位なX線であるシンクロトロン放射光を 用いた技術がそれらを先導している。次節以降では、ここ数 年内の大きな技術の進歩を中心に、これを概観する。シンク ロトロン放射光を用いたX線CTは、単に物体の3D形状等を 計測したり、物質内部のミクロ・ナノ組織を3D観察するた めだけに用いられる訳ではない。むしろ、その高輝度を活か して数~数十枚の3D画像セットを連続取得し、ミクロ・ナ ノ組織や破壊などの時間発展挙動の観察に用いられることの 方が多い。この様な観察を4D観察、得られる画像を4D画像 と称する。その場合、微小な線源サイズ、高い干渉性、高エネ ルギー分解能を伴った単色化、およびX線エネルギーを自由 に変更可能といった様々な長所を活かして、高い空間分解能 や優れたS/N比、高コントラスト、短時間露光が可能になる。 この意味で、シンクロトロン放射光を用いて行うX線CTは、 X線CTのフラッグシップと言える。最後に、これらの特徴を 両技術に関して表1にまとめておく。

この他、質の高い単色X線により得られた3D画像から直 接、ないしはいわゆるマルチモーダルCT (Multimodal CT) の技法により各種物理量を3D/4Dマッピングできることも、 構造材料に関わる学術で各種現象解明をもたらす科学研究の 強力なツールとなる。これも上記③の範疇であろう。例えば、 力学的な歪み、応力拡大係数(K)やJ積分、亀裂先端開口変位 などの機械工学的な諸量、さらには多結晶金属の結晶組織、結 晶方位や損傷、元素濃度、転位や空孔などの材料工学的な諸 量の3D/4Dマッピング技術である^{2,6)}。これらの計測は、他の 手法では得られにくい優れた実証性をもたらしてくれる。本 稿では、これらのいくつかについても最新の試みを紹介する。

シンクロトロン放射光を用いた X線CTの高空間分解能・ 高エネルギー化

2.1 高空間分解能・高エネルギー化の基盤技術

X線の結像光学系を用いて拡大投影等をしない通常の投影型X線CTでは、空間分解能の物理的な上限は、約1µmとなる²⁾。SPring-8などの第3世代以降の放射光施設では、主として直径2mm程度までの比較的小さな試験片を用いて、こ

の空間分解能1µmで3Dイメージングすることがルーチンの 計測となっている。これ以上の空間分解能を得るためには、 FZP、複合屈折レンズ、カークパトリックーバエスミラー(以 降、KBミラー)、そして最近では多層膜ラウエレンズなどの X線集光素子をX線源と試料の間、ないしは試料と検出器の 間に設置してX線顕微鏡を構成し、X線トモグラフィー法に よって3D画像を得ることになる。

このうち、代表的な技術は、FZPを用いたものである。 SPring-8の高空間分解能イメージングビームラインであ るBL20XUでは、著者が知る限り世界最大の結像型X線CT (図1 (a)) を利用できる^{7,8)}。BL20XUは、総延長250mという 世界最長のイメージング用ビームラインであり、2つの実験 ハッチが光源からそれぞれ80mと245mの位置にあることを 利用し、実験ハッチ1に試料とX線集光素子、照明系などを、 そして実験ハッチ2に検出器を設置できる。この様にするこ とで高い拡大倍率を稼ぐことができ、100nmレベルの超高空 間分解能X線CTを実現できる。また、SPring-8のBL20XUに おける結像型X線CTの特徴として、図1(b)に示す投影型X 線CTを併設することによるズームイン・ズームアウト観察 が挙げられる。一般にX線顕微鏡では難しい空間分解能レベ ル(観察倍率)の切り替えが、SPring-8では、数分以内という 短時間でしかもワンタッチの操作で可能である。高性能でし かも実用性も高い結像型X線CTと言える。

著者らの2005年の結像型X線CT実験では、9.8keVのX線 エネルギーを用いてAl-Ag合金の析出物を観察した⁹⁾。FZP は、図2に示すように、円盤状の回折格子で、中心から外側に 向けて、同心円状の回折格子の間隔が徐々に狭くなるという 構造を持つ²⁾。m次光に対するFZP自体の空間分解能は、最 も外側の格子間隔(最外輪帯幅)の1.22 / m倍となる。回折格 子は、タンタルや金等の金属膜を電子ビーム露光によりエッ チングして作製されるので、高空間分解能用FZPの場合、ア

表1 産業用X線CTとシンクロトロン放射光を用いたX線CTの比較:それぞれの主なメリットとカバーする用途の範囲。黒 (重要) ~白(対応不可)のグラデーションの濃淡により、両技術がカバーする技法の範囲を模式的に示している

用途	主 なメリット	
	産 業 用 X 線 C T 装 置	シンクロトロン 放 射 光 C T 装 置
インライン検査	工業製品・素材の信頼性大幅向上	_
高エネルギー観察(MeV)	汎用装置より試料さらに大型化	_
汎用3D観察	ルーチン化・大型試料・ユーザーフレンドリー	高分解能・高画質(ノイズ・コントラスト)・エネルギー可変
(超)高分解能観察	ルーチン化・ユーザーフレンドリー	短時間撮像・超高分解能・高エネルギー・高画質
マルチモーダル化	簡便な多結晶イメージング実施可(DCT)	多様で高度な技法利用可・高空間分解能 (吸収端差分, 3D-XRD, XAFS, 蛍光X線, DCT…)
位相コントラスト観察	高分解能観察時のコントラスト補強	高コントラスト・多様な技法選択可
4D観察(高速CT)	—	実時間イメージング・動的現象(凝固など)対応



図1 シンクロトロン放射光施設 SPring-8のイメージングビームラインBL20XUにお ける(a)結像型および(b)投影型X線CT装置のセットアップ



電子顕微鏡写真

図2 FZPの(a)全体像(光学顕微鏡)、および(b)回折格子の一部 (走査型電子顕微鏡)²⁾

スペクト比 (溝の深さ対幅の比)の大きな溝加工が必要とな り、基本的にこれが利用できるX線エネルギーのボトルネッ クとなる。2005年に行った実験で用いた9.8keVという低いX 線エネルギーは、この制約によるものである。この時に用い た試験片は、断面が約50µm角の髪の毛より細い針状試料で あった。その試験片を手研磨で作製してくれた卒論生の苦労 が偲ばれる。もし、この時代に鉄鋼材料を結像型X線CTでイ メージングしていれば、アルミニウム合金と同じ透過率を得 るため、試料直径がわずか3.5µm位になっていたはずである。

ところで、SPring-8の竹内らは、2017年にアポダイゼー ションFZP (A-FZP) なる新しいX線集光素子を発表してい る¹⁰⁾。A-FZPは、図3の断面の模式図に示す様に、外周に向 かうにつれて溝が徐々に浅くなる構造を持つため、最外輪帯 の溝は浅くて良く、加工技術の制約は大幅に緩和される。こ のため、高エネルギーX線で高空間分解能が得られるという



図3 アポダイゼーションFZPの断面の模式図²⁾

金属屋には大変有り難い特徴がある。SPring-8/BL20XUで は、2017年5月には20keVで、翌2018年5月には30keVで、 アルミニウムやチタン、鉄鋼などの金属材料の高空間分解能 3D/4D観察が実現されるに至っている^{8,11,12)}。そしてその後、 一般ユーザーの利用にも供されるようになっている。これ は、A-FZPを用いた結像型X線CTを基本に、照明系の改善に よるS/N比の向上や熱的安定性の担保など、様々な改良や工 夫を凝らした結果である。

2.2 位相コントラストイメージング

高いX線エネルギーでのイメージングでは、屈折率、特にX 線の吸収に関連する複素屈折率の虚部βがβ∞E⁴に従い急 激に低下する。このため、高エネルギーでのX線イメージン グ、特に高空間分解能のイメージングでは、コントラスト低下 が問題となる。一般に、X線の屈折や位相差に関する複素屈折 率の実部はδと表され、実部δと虚部βの比であるδ/βは、 鉄鋼に対して20keVで40、30keVで85程度の値をとる。した がって、高エネルギーでは、異相間の線吸収係数差を利用す る吸収コントラストイメージングよりも、異相間の密度差に よる位相シフトを利用した位相コントラストイメージングの 方がはるかに高いコントラストが得られる。 実際、上述の2017年からの一連の結像型X線CT実験では、 図1(a)に示すように、位相板をA-FZPの後側焦平面に置き、 0次光と高次光がπ/2の位相差を持つようにすることで位 相コントラストを得る、ツェルニケ位相差顕微鏡²⁾としてい る。位相板を用いる方法は、ケーラー照明と組み合わせた場 合、FZPの後側焦平面で0次光と回折光を空間的に分離しや すいという利点があり、FZPを用いた結像型X線CTと組み 合わせて用いられることが多い。ケーラー照明に用いるコン デンサーゾーンプレートも、ここ数年の改良により輝度で数 倍と高効率化されており、S/N比の向上を通してコントラス トの改善にも寄与している。

2.3 4Dイメージング

著者らが最近最もよく使う材料試験機を図4に示す。シン クロトロン放射光を用いたX線CTの実験装置は、産業用X 線CT装置の筐体などと比べかなり大きなシンクロトロン放 射光施設の実験ハッチに設置される。そのため、回転ステー ジ上とその付近には、室温で大気中の広いユーティリティー スペースがある。図4の様な材料試験機や昇温炉などをそこ に設置することで、負荷や温度変化など、様々な外乱下の材 料内部の挙動を高倍率観察することができる。著者らも、こ れまで引張試験機、疲労試験機、クリープ試験機などを用い た連続観察を行ってきた²⁾。シンクロトロン放射光の高輝度 を活用し、数~数十枚の3D画像連続セットからなる4D画像 を取得してミクロ・ナノ組織や損傷・破壊などの時間発展挙 動を解析することは、X線CTでシンクロトロン放射光を用 いる重要な意義の一つである。

著者らは、これまでに二相綱など鉄鋼材料の相変態や損 傷・破壊挙動、疲労亀裂伝播挙動、クリープ破壊挙動、二相 チタン合金の微小疲労亀裂の伝播と亀裂開閉口挙動、高力ア



図4 シンクロトロン放射光施設 SPring-8 のイメージン グビームライン BL20XU で用いる材料試験機の例

ルミニウム合金の応力腐食割れ、水素脆化、ナノボイドの発 生・成長挙動などを観察してきた²⁾。このうち、後段では、鉄 鋼材料に関わる最新の研究成果をいくつか紹介する。

2.4 世界における高空間分解能・高エネルギーイメージング の現状

この節では、世界各国の最近のトライアルの状況をまと めておく。欧州の代表的なシンクロトロン放射光施設であ るESRFでは、KBミラーを用いX線エネルギーを29keV前 後としたホロトモグラフィー観察が行われている。Requena らは、既に2009年にアルミニウムやチタンの3D観察結果¹³⁾ を、そしてLandronらは2012年にDP鋼の観察結果¹⁴⁾をそれ ぞれ報告している。一方、米国のシンクロトロン放射光施設: NSLS-IIでは、微分位相コントラスト(以下、DPC)イメージ ングによる観察が行われている。2019年には、Gillらが腐食 による亀裂進展の観察結果を報告している¹⁵⁾。

KBミラーには色収差がないため、29keVという高いX線 エネルギーにも対応できる。SPring-8のFZPを用いた結像型 X線CTの様に、倍率を切り替えるため光軸上から簡単に出 し入れすることはできないものの、試験片の位置を動かすだ けで倍率切り替えができるというメリットがある。ただし、 ESRFでKBミラーの光学系に組み合わされるホロトモグラ フィー法では、検出器の位置を変えながら何枚もの透過像を 取得する必要があり、負荷をかけたまま行う4D観察への展 開が難しい。実際、上述のLandronらは、DP鋼に引張負荷を かけながら4D観察を試みたものの、ひどい干渉縞の発生に より4D観察を断念している¹⁴⁾。また、DPC法を4D観察に展 開するためには、撮影時間の関係でホロトモグラフィー法よ りさらに高いハードルがある。実際、DPC法で4D観察に挑 戦した例は、これまで報告されていない。

総じて、高エネルギーで金属材料を3D/4Dイメージング し、内部のミクロ構造や損傷・破壊挙動などを超高空間分解 能、かつ高コントラストで観察する技術においては、2020年 現在、SPring-8のイメージング用ビームラインがその特徴あ るX線集光素子を活かし、世界を一歩も二歩もリードしてい ると言っても過言ではない。

2.5 著者らの最近の実施例

SPring-8で行った鉄鋼材料の超高分解能観察例を図5に 示す⁸⁾。これは、2018年6・7月にFe-0.1C-5Mn-1Si材の残留 オーステナイトの変態挙動を見たものである。この時には、 図4の材料試験機を使いて試料を引張りながら、A-FZPを用 いた結像型X線CTで4D観察した。参考までに、同図(f)に は、同じ実験中に投影型X線CTで撮影した試料の全体像を 示す。これらは、比較的初期のトライアルのため、X線エネル

9





図5 シンクロトロン放射光施設SPring-8のイメージングビームラインBL20XUで(a)-(e)結像型および(f)投影型X線 CTを用い、図4の材料試験機でFe-0.1C-5Mn-1Si材に引張負荷をかけた時の残留オーステナイト相のIn-situ変態挙動。ツェルニケ位相差顕微鏡を用いた結像型X線CTの観察例。(a)中のAは、図6で表示するオーステナイト粒

X-ray CT)

ギーを20keVとして直径100µmの細径試験片を用いている。 しかし、X線エネルギーを30keVないし37.7keVに上げるこ とで、シンクロトロン放射光を用いた投影型X線CTで通常 用いられる程度の直径500µmの試験片でも、図5と同等、な いしそれ以上の画質、空間分解能が得られている⁸⁾。図5で は、残留オーステナイト粒とその外部負荷による変態(消滅) が明瞭に観察できる。負荷をかけた場合には若干のアーティ ファクトが見られるものの、セグメンテーションや画像解析 で問題となる様なレベルではなかった。図6は、図5に見える 多数のオーステナイト粒のうちの一つを3D/4D 描画したも のである¹⁶⁾。まず、オーステナイト粒の複雑な3D形状が見 て取れる。また、外部負荷に伴い、一つのオーステナイト粒 でも局所的に先行して変態する部分と変態がかなり遅れて生 じる部分がある。これは、炭素濃度分布などオーステナイト 安定性のオーステナイト粒内での局所的な不均一性、および 周囲のフェライトやオーステナイト粒との干渉効果によるも のと明らかにされている¹⁶⁾。

著者らは、日本鉄鋼協会の産発プロジェクト展開鉄鋼研究 に『4Dイメージング実現による鉄鋼材料研究の飛躍的高度化』 なる研究テーマで採択され、2011年度~2013年度に投影型X 線CTを鉄鋼材料に応用するための基盤研究を行った¹⁷⁻²⁰⁾。当 時は、結像型X線CTを鉄鋼に応用することは思いも寄らな かった。このプロジェクトでは、投影型X線CTを用い、DP 鋼などの鉄鋼材料の二相組織を可視化することを試みた。結



図6 図5に示したオーステナイト粒Aとその負荷に伴う変態・消滅 挙動を3D描画したもの

果として、Paganinら²が2002年に発表した単一距離位相回 復法を用いることで、フェライト/マルテンサイト、フェラ イト/オーステナイトなど、両相の密度差が1%に満たない 場合でも鉄鋼の二相組織を分離して観察することが可能で あった^{2,18)}。これは、現在のツェルニケ位相差顕微鏡と比較 しても遜色ないレベルの高コントラストである。しかしなが ら、単一距離位相回復法の画像処理プロセスはローパスフィ ルターとして機能するため、空間分解能が有意に低下すると いう短所がある^{17,18,20)}。例えば、2017年に発表した文献21) の研究では、シンクロトロン放射光を用いた投影型X線CT の空間分解能約1µmが実測で約2.8µmにまで低下した。これ は、最新の結像型X線CTと比べて1桁以上劣る。この様に、 この段階では実用鋼の微細なミクロ組織を明瞭に3D可視化 することは、容易ではなかった。

シンクロトロン放射光を用いた X線CTの高機能化

3.1 X線CTのマルチモーダル化の可能性

シンクロトロン放射光を用いたX線CTのさらなる高機能 化のためには、X線CTでは計測できない元素濃度や結晶学 的情報等を得られる先端3D/4D分析計測技法とX線CTと を組み合わせることが有効である。これをX線CTのマルチ モーダル化と呼ぶ。その他、2006年にSchroerらが初めて報 告したX線小角散乱のトモグラフィーやX線トポグラフィー を用いたトモグラフィーがあるが²⁰、これらは鉄鋼などへ直 ちに応用するのは困難であろう。

元素濃度のトモグラフィーとしては、吸収端差分イメージ ングやXANESトモグラフィー、蛍光X線トモグラフィー等 が挙げられる。吸収端差分イメージングは、我々の産発プロ ジェクト展開鉄鋼研究でも鉄鋼材料への適用可能性を検討し た²²⁾。一方、多結晶組織を可視化できるトモグラフィー法と して、液体金属修飾法、回折コントラストトモグラフィー法 (以下、DCT法)、X線回折援用結晶粒界追跡法(以下、DAGT 法)や3D-XRD法などが挙げられる²⁰。産発プロジェクト展 開鉄鋼研究では、液体金属修飾法の鉄鋼材料への適用可能 性も検討した。しかし、アルミニウムにおけるガリウムやイ ンジウムのように、鉄鋼材料の結晶粒界を簡便に3D現出で きるドーパントは、残念ながら見つからなかった。やはり、 XRDを援用した手法が必要との結論に至った。

3.2 X線CTのマルチモーダル化の実例紹介

DCT法やDAGT法など、多結晶組織のトモグラフィー技術は、Techno Scopeでも触れられている。これらは、アルミニウム合金やチタン合金などの軽金属を用いて開発・応用されてきた。いずれも何らかの形でX線回折法(以下、XRD法)を利用するものである。具体的には、スリットやX線集光素子で細く絞ったX線のペンシルビーム(DAGT法:図7(c))、



図7 シンクロトロン放射光施設 SPring-8のイメージングビームライン BL20XU における (a) 結像型および (b) 投影型 X線 CT装置、および (c) それらに併設する細束 X線回折実験のセットアップ

厚み5~10µm に絞ったファンビーム (3D-XRD法)、ないし は試料全体をカバーするビーム (DCT法)を用い、試料を回 転させながら必要に応じてビームを走査させることで、試料 内の全ての局所領域に全ての方向からX線を照射する。この 様にして得られた回折斑点を解析することで、局所的な結晶 方位の3D分布が得られる。以下では、2019年7月に行った、 投影型X線CTとペンシルビームによるX線回折を組み合わ せた例 (図7 (b) と (c))を紹介する。



(a) Diffraction patterns (b) Diffraction patterns obtained with a $\phi \ 1 \ \mu m$ obtained with a $\phi \ 10$ focused beam μm focused beam

 図8 (a) 通常のFZP、および (b) A-FZPでX線ビームをそれぞれ1µm および10µmまで集光し、図5と同じFe-0.1C-5Mn-1Si材をFZP の後側焦平面に置いて得た y (200) などのX線回折斑点

図8は、従来のFZPとA-FZPにより集光したビームを前出 のFe-0.1C-5Mn-1Si材に照射した時の回折斑点を示す¹⁶⁾。X 線集光素子の改良により、より明るく明瞭な回折斑点が得ら れている。次の実験例では、DAGT法^{2,23)}を活用し、DAGT法 で利用する液体金属修飾法の代わりに結像型X線CTで得ら れたオーステナイト粒の3D画像を用いることで、結晶粒と 回折斑点の対応付けをした¹⁶⁾。試料を回転すると、特定の結 晶粒は、ブラッグ条件を満たしたいくつかの試料回転角でX 線を回折する。そのうちの一つの試料回転角に注目すれば、 ペンシルビームをラスタースキャンすることで、図9に示す 様に同一結晶粒から得られる同一結晶面からの回折斑点の集 合体は、結晶粒の投影形状を与える。同一結晶粒について、X 線回折が生じたいくつかの試料回転角の結晶粒投影形状が得 られれば、その結晶粒の3D形状を再構成できる¹⁶⁾。通常のX 線CTでは、試料を回転させながら、典型的には1800~3600 枚の投影データを取得し、高精細な3D再構成像を構築する。 一方、この実験の場合には、ブラッグ条件を満たしたX線回 折斑点の集合体が数枚得られるだけなので、それを用いてご く粗く結晶粒像を再構成することになる。

XRDデータを用いた3D/4Dイメージングは、図10の様 に試料を塑性変形させた場合にも適用できる¹⁶⁾。図10では、 負荷歪み2.3%の段階で明瞭に回折斑点が確認できる。アル ミニウムの実験例では、負荷歪みで27%まで変形させても、



(d) Grain reconstruction from a set of the ticlustered XRD spots shown in (a) – (c).

図9 異なる3方向からペンシルビームを入射してラスタースキャンしたときの、ある特定の結晶 粒に関するXRDスポットのクラスタリングが(a)~(c)。それを用いて結晶粒形状を粗く 3D再構成したものが(d)



図10 A-FZPを用いてX線ビームを直径約1µmまで集光し、図5と 同じFe-0.1C-5Mn-1Si材をA-FZPの後側焦平面に置いて得た γ(111),γ(200)などのX線回折斑点。(a)無負荷と(b)引 張歪み2.3%

DAGT法による多結晶組織の3D再構成と結晶方位分布の3D マッピングが可能であることを確認している²³⁾。

ところで、XRDの援用は、ミクロ構造の3D/4D形態、結晶 方位分布、塑性歪み分布^{2,23)}に加え、第4の情報をもたらして くれる。図11は、図10の様なペンシルビームで得た回折斑 点データから修正Williamson-Hall法に基づき各結晶粒の転 位密度を計算し、その外部負荷に伴う変化を求めたものであ る¹⁶⁾。この様な検討により、オーステナイト粒の変態機構や 粒毎の変態開始条件について検討されている。

4 おわりに

今年度は、ご紹介したようなシンクロトロン放射光を用い たX線CTの実験に、新たに高速・精密回転ステージを導入 する。これにより、3章で紹介した最近の実験からさらに一 歩進め、図7の(a)~(c)の投影型X線CT、結像型X線CT、 およびペンシルビームを用いたX線回折を一所、かつ同時に 実施できるようになる。これにより、図5・図6の結像型X線 CTと投影型X線CTを切り替えながら行うマルチスケール観 察と、図8~図11のXRD実験による結晶方位マッピング/転 位密度計測などのマルチモーダル解析とを1本の試験片の連 続観察で同時に適用できる環境が整備される。これを上手に 活用すれば、集中的で高度な評価・解析により、三次元/四 次元的に複雑で局所的な各種現象の理解が容易になるものと 期待される。

シンクロトロン放射光を用いた真のマルチモーダル解析 は、上で述べた結晶方位等の3D計測に加え、弾性・塑性歪 み、元素濃度、転位密度、およびKやJ積分、CTODといった 破壊力学量などの3D/4D計測を必要に応じて組み合わせ、 これらと3D/4D画像とを突き合わせて評価することにある。 また、シンクロトロン放射光を用いた真のマルチスケール解



図11 A-FZPを用いてX線ビームを直径約1µmまで集光し、図5と 同じFe-0.1C-5Mn-1Si材をA-FZPの後側焦平面に置いて得た γ(111),γ(200)などのX線回折斑点の拡がりから算出し た各オーステナイト粒の転位密度変化

析は、関心領域にズームイン・ズームアウトできる超高分解 能・高コントラスト3D/4Dイメージングである。これらを 併用し、一本の試験片の1回の連続観察結果を集中的に解析 すれば、確度の高い学術知見が手に入る。ごく最近の高エネ ルギーX線CTの実現により、この様なイメージベースの学 術手段で鉄鋼材料までカバーできるようになった事は、誠に 喜ばしい。我が国の優れたシンクロトロン放射光施設やそこ での高度なイメージング実験、そして特徴ある先端解析技術 群を駆使し、鉄鋼材料をはじめとする構造材料の研究を高度 化できる時代がようやく到来したと感じる今日この頃であ る。

謝辞

本報で紹介した研究は、SPring-8 の重点パートナーユー ザー課題 (2016A0076, 2016B0076, 2017A0076, 2017B0076, 2018A0076, 2018B0076, 2019A0076, 2019B0076) で実施され たものである。また、それらに対しJSPS科研費 17H01328の 助成を受けた。ここに記して謝意を表する。

参考文献

- G.N.Hounsfield : The British Journal of Radiology, 46 (1973), 1016.
- 2)戸田裕之:X線CT一産業・理工学でのトモグラフィー 実践活用,共立出版,(2019)
- 3) M. Salamon, 長井超慧:精密工学会誌, 86 (2020), 295.
- 4)中山力: 日経xTECH/日経ものづくり, (2018)
- 5) 例えば, VDI/VDE 2617-13: VDI, Duesseldorf, 2011, (2011)

- 6) H. Su, H. Toda, K. Shimizu, K. Uesugi and A. Takeuchi : Acta Mater., 176 (2019), 96.
- A.Takeuchi, K.Uesugi, Y.Suzuki, S.Itabashi and M.Oda : J. Synchrotron Rad., 24 (2017), 586.
- K. Hirayama, H. Toda, H. Su, K. Okamura, Y. Suzuki, A. Takeuchi, M. Uesugi and K. Shimizu : Acta Mater., (2020), under review.
- 9) H. Toda, K. Uesugi, A. Takeuchi, K. Minami, M. Kobayashi and T. Kobayashi : Appl. Phys. Lett., 89 (2006), 143112.
- A.Takeuchi, K.Uesugi, Y.Suzuki, S.Itabashi and M.Oda : J. Synchrotron Radiation, 24 (2017), 586.
- H.Toda, C.Kadogawa, H.Fujihara and A.Takeuchi : Materialia, 11 (2020), 100667.
- 12) K.Shimizu, H.Toda, K.Uesugi and A.Takeuchi : Metall. Mater. Trans. A, 51 (2020), 1.
- 13) G.Requena, P.Cloetens, W.Altendorfer, C.Poletti, D.Tolnai, F.Warchomicka and H.P.Degischera : Scr. Mater., 61 (2009), 760.
- 14) C. Landron, E. Maire, J. Adrien, H. Suhonen, P. Cloetens and O. Bouazizd : Scr. Mater., 66 (2012), 1077.
- 15) S.K.Gill, M.Ge, H.Yan, K.Sasaki, Z.Liang, H.Isaacs, K.Kisslinger, L.Ecker and Y.S.Chu : J. Electrochem. Soc., 166 (2019), C3320.

- 16) K. Hirayama, H. Toda, K. Okamura, Y. Suzuki, A. Takeuchi, M. Uesugi and K. Shimizu : Acta Mater., (2020), under review.
- 17) D.Seo, F.Tomizato, H.Toda, K.Uesugi, A.Takeuchi,
 Y.Suzuki and M.Kobayashi : Appl. Phys. Lett., 101 (2012), 261901.
- H. Toda, F. Tomizato, R. Harasaki, D. Seo, M. Kobayashi,
 A. Takeuchi and K. Uesugi : ISIJ Int., 56 (2016), 883.
- D. Seo, H. Toda, M. Kobayashi, K. Uesugi, A. Takeuchi and Y. Suzuki : ISIJ Int., 55 (2015), 1483.
- 20) H.Toda, F.Tomizato, F.Zeismann, Y.Motoyashiki-Besel, K.Uesugi, A.Takeuchi, Y.Suzuki, M.Kobayashi and A.Bruckner-Foit : ISIJ Int., 52 (2012), 516.
- 21) H.Toda, A.Takijiri, M.Azuma, S.Yabu, K.Hayashi,
 D.Seo, M.Kobayashi, K.Hirayama, A.Takeuchi and
 K.Uesugi : Acta Mater., 126 (2017), 401.
- 22) M. Kobayashi, H. Toda, A. Takijiri, A. Takeuchi, Y. Suzuki and K. Uesugi : ISIJ Int., 54 (2014), 141.
- 23) H.Toda, T.Kamiko, Y.Tanabe, M.Kobayashi, D.J.Leclere, K.Uesugi, A.Takeuchi and K.Hirayama : Acta Mater., 107 (2016), 310.

(2020年8月12日受付)