マイクロフォーカスX線CTの鉄鋼分野への応用

Application of Micro Focus X-Ray Computed Tomography to the Steel Field

日鉄テクノロジー(株) 研究試験事業所 物理解析部

門 講 座

表面微小領域分析技術-6

久保田直義 Naoyoshi Kubota 日鉄テクノロジー(株) 研究試験事業所 プロセス・CAEソリューション部

印波真之 Masayuki Inba

日鉄テクノロジー(株) 研究試験事業所 物理解析部

佐々木雅之 Masayuki Sasaki 日鉄テクノロジー(株) 研究試験事業所 物理解析部

草間一徳 Kazunori Kusama

し はじめに

インターネットで"X線CT"を検索すると、医療現場で利 用されている身体の内部構造を可視化した画像の例がまず目 に留まる。X線CTとはX線コンピュータ断層撮影法(X-ray Computed Tomography)のことであり、非破壊で物質中の 内部構造を3次元的に可視化できる分析技術である。産業用 として利用されるX線CTの測定目的は多岐にわたるが、大 別すると、非破壊で外観からは確認できない測定対象内部の 異物・空隙・欠陥、析出物や介在物などの存在状態の確認と、 それらの寸法計測等、統計的評価を含む各種画像解析により 内部構造を調査することにある。

X線を用いた身近な撮影技術であるレントゲン撮影との対 比で考えると、まずレントゲン撮影では、被写体を透過した X線をフィルムや撮像素子に記録することで、被写体の表層 から内部にわたる情報を画像として得ている。これに対し、 X線CTでは被写体に対して360°全周のX線透過像を撮影 し、計算による画像再構成によって断層像を得るという違い がある。また、X線CTでは、撮影箇所を移動して得た連続断 層像から被写体内部の3次元構造を観察することが可能であ る。よってX線CT装置は、ハードウェアとして高精細な画像 データを短時間で得るための技術、ソフトウェアとして実態 に忠実な画像を短時間で再構築するための技術、さらには3 次元の画像データを元に各種画像解析を行うための技術、の 3つの技術的要素から構成されている。

歴史的には1950年前後より研究開発が進み、1970年代に 人体頭部をスキャンするための医療用X線CT装置として初 めて商品化された¹⁾。その後、産業用X線CT装置が商品化さ れるまでに10年が必要であった。産業用装置は、試料の形 状、構造、密度や構成元素が様々であり、かつ求められる空 間スケールもマイクロメートルからメートルにわたるなど 要求性能が広範囲にわたる反面、撮影に伴う被ばく線量低 減(試料ダメージ)については基本的に考慮する必要がなく、 ハード・ソフトウェア両面で医療用装置と設計思想が大き く異なる。産業用装置は、図1に示すように、数μm程度の極 微細な内部構造を調査するためのナノX線CT装置から自動 車エンジンレベルの大きさの構造物を調査する加速器型X線 CT装置まで、それぞれの目的に応じて異なる仕様の装置が 開発・商品化されており、試料のX線透過性や測定可能な試 料寸法、分析精度等一長一短があるため、ユーザーはそれら を使い分けて利用する。その中で、マイクロフォーカスX線 CT装置は、X線源が数マイクロメートルまで絞られている 点が大きな特徴で、高空間分解能の画像を得ることが可能で あり、微小な異物や空隙等の検出に用いられる。

鉄鋼分野においては、1980年代から応用研究が始められて いる。田口ら²⁾ は医療用装置を用いて、鉄鋼材料に対応でき るようX線管を高エネルギーのものに変更する等の改良を施 し、SUS304中のポロシティ測定に成功している。また坂輪 ら^{3,4)} は、医療用CT装置とそれ専用に設計した乾留炉を用い て非破壊その場観察を行い、石炭乾留過程における石炭の膨 張・収縮挙動、軟化溶融層の変化および亀裂生成挙動等を明 らかにした。また稲角ら⁵⁾ はX線を透過し難いFe含有量の高 い焼結層に対し、高エネルギーX線CTを用いて空隙構造の 調査と解析を行っている。

現在までにX線CT装置の進化のみならず、他の分析技術 との複合解析とも相まって、応用範囲は拡大・深化してお り⁶⁸⁾、今後もX線CTは鉄鋼分野の様々な場面で活用が期待 される。本解説では、マイクロフォーカスX線CTの基礎につ いて概要を述べると共に、近年の応用例を紹介する。



図1 各種X線CT装置の測定領域



X線は物質中を通過するとき、光電効果やコンプトン散乱 によってX線の強度が減衰していく。これら相互作用が起こ る確率は、X線のエネルギーや物質の密度、物質を構成する 元素の原子番号に依存し、線減衰係数 μ という量で表され る^{9·11)}。強度 I_0 の単色X線が一定の向きで均質な物質に入射 し、距離sを通過して減衰を受けた後の強度Iは次式で示され る。

 $I = I_0 exp(-\mu s)$ (1)

上式より、 I_0 が一定の時、Iを測定すれば物質内部構造と相関 する情報、すなわち μ とsの積が得られることがわかる。X線 CTでは、式(1)を変形して物質通過前後の強度比の対数を 投影pと定義した量、すなわち次式が用いられる。

 $p \equiv \ln\left(\frac{I_0}{I}\right) = \mu s$ (2)

図2に示すように、X線の入射位置rと回転角 θ を変数とした $p(r, \theta)$ は、X線の入射方向に対して物質中の微小距離dsを 通過した時の μ を線積分した量として表すことができ、

$$p(r,\theta) = \int_{-\infty}^{\infty} \mu(x,y) ds$$
 (3)

ここで、r軸はX線入射方向に対して直交する方向にとり、回 転角 θ はx軸とr軸のなす角としている。r軸への1次元投影 として、 $p(r, \theta)$ を物質のある断層に対してあらゆる方向か ら測定すると、その断層各位置での μ の分布を計算すること



図2 X線CTの概略図と座標系の定義

ができる。この計算はRadonの定理に基づいており、CT画 像を再構築する計算は、測定で得られた左辺の関数*p*(*r*, *θ*) から右辺の関数μ(*x*, *y*)を求める計算を行う。実際の計算で は、物質中を多数の画素に分割した離散値を用いて数値計算 を行うことになり、計算時間やメモリ使用量を考慮してフィ ルタ補正逆投影法や畳み込み逆投影法等の計算手法が用いら れる。この再構成の過程で、フィルタ処理と呼ばれる変換時 の重み付けに相当する操作を行うが、空間分解能の低下や虚 像が発生する原因にもなるため、再構成された画像を確認し ながら適切な処理が必要となる。ラボ型X線CT装置では、こ



図3 X線CT装置の構成図 (Online version in color.)

(a)



図4 マイクロフォーカスX線CTで得られたセラミックス多孔体 の断層像

れら一連の処理は自動化されているものもあり、ユーザーの 負荷は少ない反面、 試料によっては得られた CT 画像の判断 に注意を要する。

以下、典型的なX線CT装置を示し、その特徴を説明する。 図3に測定装置の構成を示す。直径約4μm微小白色X線源 からコーン状に放出されたX線を試料に照射し、透過してき たX線を2次元検出器で検出してX線透過像を得る。試料を 360°回転させながら、各回転角で透過像の撮影を繰り返し、 多数の透過像を用いて数学的に再構成し、X線CT像にする。 例えばX線源にタングステンを用い、管電圧300kVを使用し た場合、X線が貫通できる試料の厚みは鉄換算で40mm、ア H450mm、重量は20kg程度まで対応できるが、空間分解能 との兼ね合いもあるので、目的に応じて最適な試料サイズに加 工を行う場合もある。なお、空間分解能は最大倍率時で10µm





レベルが期待できる。図4に具体例としてマイクロフォーカ スX線CTで得られたセラミックス多孔体の断層像(3次元 像の1断面)を示す。黒色部分は空隙、灰色部分は母相のセ メントバインダー、白色部分は鉱物である。 空隙が多数存在 し、その位置や大きさも様々であり、これら空隙を定量的に 解析した結果を図5(a)、(b)に示す。(a)は空隙体積の大き さで色分けした結果を断層像上に重ね書きしたもので、(b)



はその分布のヒストグラムである。外部と繋がっている空隙 (黒)は解析対象から除外しているが、画像で見ると大きな 空隙が目立つものの、ヒストグラムで見ると小さな空隙(< 1mm φ)の数が圧倒的に多いことがわかる。この他にも、例 えば各空隙間距離の2体相関関数などの解析により、空隙が 材料中の特定の位置に集まっているのか、均一に分散して存 在しているのかを定量的に評価することが可能である。

3 X線CTの応用例

3.1 断面構造の観察

非破壊で内部構造を観察した例を2つ紹介する。1つ目は、 微粉鉱石の焼結利用を目的とした研究において、所定の粒径 範囲内に焼成された造粒物 (グリーンボール:GB)の粒子構 造観察である¹²⁾。図6にマイクロフォーカスX線CTにて観 察した粒子断面像を示す。ペレット原料 (PF):焼結原料 (SF) =3:1の試料を4.0から6.7 mmに縮分採取し、約15 mm径、 50 mm高さの樹脂製容器に装入後、照射X線管電圧200 kV, X線管電流50 µAにて測定した。得られたX線CT像を約0.2 mm刻みの断面図として出力し、全28個のGBについて、密 度差を表す輝度や形状等に基づき目視にて核粒子の有無を判 断した。左側 (a) が容器全体像の断面図の一つ、右側 (b) (c)

$15 \text{mm} \Phi \times 50 \text{mm}$



図6 マイクロフォーカスX線CTにて観察した造粒物の粒子断面像

がそこから各々1個のGBを拡大した断面図である。目視判 断した核粒子と付着粉層の境界を(b)(c)中に破線で示した。 その結果、80%以上の粒子は(c)に代表される様な核粒子の 周囲に付着粉層を有する粒子(C型粒子)であることが確認 できた。また、1.0~1.5 mm程度の核粒子を複数個有するC 型粒子が複数合体したと思われる(b)に示すような粒子も6 個程度確認された。一方、核粒子を有しておらず全量1 mm 未満の粒子のみから構成される粒子は観察されなかった。こ のように、造粒過程やPF/SF配合比を変化させた時の造粒物 構造に及ぼす影響を非破壊で確認することができる。

2つ目は、耐火物れんがの破壊現象を解明する目的で、亀 裂の進展状況を非破壊観察した例である¹³⁾。図7および8に、 それぞれ、MgO-20% CおよびMgO-10% Cれんがの (a) 疲 労試験載荷中期、(b) 載荷末期の試料内部の亀裂発生状況 を示す。実験では破壊に至る前で繰り返し荷重負荷を中断 し、その時点でのサンプル内部の亀裂発生状況を観察した。 試料サイズは30 mm × 30 mm × 30 mm であり、 照射X線管 電圧90 kV, X線管電流110 µAを用いた。得られたデータを 0.09 mm間隔で高さ方向に300枚以上の2次元画像にスライ スし、各画像を1枚ずつ観察してサンプル内部の亀裂位置を 確認した。MgO-20% Cれんがでは、載荷中期までは大きな 亀裂は確認されず、載荷末期で大きな亀裂が観察された。一 方、MgO-10% Cれんがでは、載荷中期でも亀裂が観察され、 載荷末期に比較的大きな亀裂が進展・分岐している様子が観 察された。この例で示されたように、同一の試料の経時変化 を非破壊で連続観察できることもX線CTの大きな特徴であ る。

3.2 3次元構造の観察

X線CTで得られた3次元構造データを元に数値解析を行 い、3次元平均応力分布を非破壊で評価することができる¹⁴⁾。 図9 (a) ~ (d) はFe含有コークスの強度を向上させる目的 でコークス製造時に配合するバインダーの割合を変化させた ときのX線CT像である。バインダー配合割合は試料A, B, CおよびDが、それぞれ0、5、10および15wt%である。コン トラストはX線吸収量が少ないところを黒、多い所を白で表 示しており、黒い部分は気孔、灰色の部分はコークス基質で あり白い部分は灰分あるいは鉄粒子を示している。これらに 二値化処理等を施しFe含有コークスの3次元構造モデルを 作成し、ナノインデンテーション法等で実測した物性値と合 わせて数値解析を行い、3次元応力分布を求めた結果を図10 に示す。このような結果を試料間で比較したところ、バイン ダーを配合することによって石炭粒子の密着性が向上するこ とで気孔間距離の厚い部位が増加し、コークス強度に影響を 及ぼすことが明らかとなった。このように、X線CT像を元に



図7 MgO-20% Cれんがの(a) 疲労試験載荷中期、(b) 載荷末期の試料内部の亀裂発生状況



図8 MgO-10% Cれんがの(a) 疲労試験載荷中期、(b) 載荷末期の試料内部の亀裂発生状況



(a) Sample A (HPC: 0 wt%)



(c) Sample C (HPC: 10 wt%)



(b) Sample B (HPC: 5 wt%)



Black: Pore Gray: Matrix White: Iron

(d) Sample D (HPC: 15 wt%)

図9 バインダーを配合したFe含有コークスのX線CT像。バインダー配合割合は(a) 試料Aが0 wt%、 (b) 試料Bが5 wt%、(c) 試料Cが10 wt%、(d) 試料Dが15 wt%。図中のコントラストは、X線吸収量が少ないところを黒、多い所を白で表示しており、黒い部分は気孔、灰色の部分はコークス基質であり白い部分は灰分あるいは鉄粒子



図10 Fe含有コークスの3次元構造データを元に数値解析を用いて 算出した3次元応力分布 (Online version in color.)

各種解析が可能で、他にもシンターケーキ中の温度変化に対 する反応挙動¹⁵ や、多孔質岩石中の空隙の物質移動について の解析¹⁶ 等、様々な解析が行われている^{17,18}。

3.3 他の分析技術との複合解析

最後に、マイクロフォーカスX線CTと水銀圧入式ポロシ メーターを用いて、複合的に焼結鉱中の気孔サイズを評価し た例を図11、12に示す。水銀圧入法は原理上、数100 µm以 下の気孔径分布は測定できるが、それ以上のマクロな気孔径 分布は測定できない。一方、マイクロフォーカスX線CTは 数10µm以上の気孔観察は可能だが、微細気孔の観察はでき ない。しかし両者を併用することでそれぞれの短所を補完で きる。本例では、最初にマイクロフォーカスX線CTで気孔構 造を分析した後、同一試料を水銀圧入式ポロシメーターで測定 することにより、微細な気孔から粗大な気孔までの気孔構造を 評価した。図12の測定例では、気孔径2µmと300~400µmに ピークがあり、またマイクロフォーカスX線CTと水銀圧入 法とで重なる気孔領域についても、おおむね分布傾向は一致 している。さらに、マイクロフォーカスX線CT解析領域で は画像解析で閉気孔か開気孔かの識別も可能である。このよ うに複数の分析技術を組み合わせる事で、X線CTのみでは 分からない情報を得る事ができる。またX線CTによる内部 構造の可視化から構造体の強度解析や構造体内部のガス流 れ解析などシミュレーション技術との併用も検討されてい Z^{19,20)}



マイクロフォーカスX線CTについて、分析原理の概要と ともに応用例について述べた。X線CTに興味をお持ちの読 者で、まずはテスト的な測定を検討されている場合は、デー





図11 焼結鉱の写真 (左図) とX線CT像 (右図) (Online version in color.)



図 12 水銀圧入法および X線CT像の画像解析より求めた気孔径分布 (Online version in color.)

タ処理にノウハウがあるのでメーカーデモ測定や受託分析各 社を利用されることをお勧めする²¹⁾。

近年のX線CTの技術的な動向としては、ハードウェア各 コンポーネントの進化もさることながら、他の観察技術同 様、コンピュータの高性能化に伴ってデータ解析の進化が著 しい。研究レベルでは、縞走査法の採用により数ミリ秒の高 速で測定を行う時間分解X線CT²²⁾や、複数の低解像度画像 から高精細な原画像を再構成するベイズ推定に基づいたベ イズX線CT技術²³⁾が開発されており、どちらも高速のX線 CT観察が期待される。また、中性子を用いた CT技術も開発 されている。中性子はX線の場合と比較して大きな試料が測 定可能で、水素をはじめ軽元素に感度が高い等の特徴があ り、コンクリート中の水分分布を測定した例も報告されてい る²⁴⁾。このように、Radonの定理に立ち返ると、物質の投影 情報を平面情報に変換する数学的な操作がCT技術の要であ り、その意味でプローブは限定されない。見たい対象が捉え やすい空間分解能と感度をもったプローブを目的に応じて利 用することで、応用範囲を拡大していくことができる潜在力 をもった非破壊観察技術であり、今後も発展が期待される技 術分野である。

謝辞

本講座記事の執筆にあたり、多大なご助言を頂きました内 藤誠章博士 (元日鉄テクノロジー株式会社参与) に心より感 謝申し上げます。

参考文献

- 1) 富澤雅美, 山本輝夫: 電気学会誌, 136 (2016), 755.
- 2) 田口勇, 中村滋男: 鉄と鋼, 71 (1985), 1685.
- 3) 坂輪光弘,白石勝彦,桜井義久,下村泰人:燃焼協会誌, 66 (1987) 4, 259.
- 4) 白石勝彦, 桜井義久, 坂輪光弘: 鉄と鋼, 73 (1987) 15, 1861.
- 5) 稲角忠弘, 笠間俊次: 鉄と鋼, 78 (1992) 7, 1061.
- 6) 田口勇, 田中幸基: 鉄と鋼, 72 (1986) 10, 1629.
- 7) K. Nushiro, N. Oyama and K. Igawa: ISIJ Int., 39 (1999)12, 1239.
- 8) 葛西栄輝, S.Komarov, 主代晃一, 中野正則: 鉄と鋼, 92 (2006) 12, 96.
- 9) 高橋亮:表面技術, 66 (2015) 12, 594.
- 10) 中野司, 中村光一, 染谷利明, 大塚浩士: 情報地質, 8 (1997) 4, 239.
- 11) 中野司, 中島善人, 中村光一, 池田進: 地質学雑誌, 106 (2000) 5, 363.
- 山口泰英, 上城親司, 松村勝, 川口尊三, 樋口謙一, 野村 誠治:鉄と鋼, 103 (2017) 6, 254.

- 13) 日野雄太,吉田圭佑,清田禎公,桑山道弘:鉄と鋼,100(2014) 11, 1371.
- 14) 内田中,山崎義昭,松尾翔平,齋藤泰洋,松下洋介,青木 秀之,濱口眞基:鉄と鋼,105 (2019) 10,957.
- 15) 川口卓也, 笠間俊次, 稲角忠弘: 鉄と鋼, 78 (1992) 7, 1053.
- 16) 中島善人:地学雑誌, 114 (2005), 1032.
- 17) 原恭輔, 松村勝, 樋口謙一: 鉄と鋼, 107 (2021) 6, 502.
- 18) 小山元道, 澤口孝宏, 津崎兼彰: 鉄と鋼, 104 (2018) 4, 187.
- 19) 小山元道, 澤口孝宏, 津崎兼彰: 鉄と鋼, 104 (2018) 4, 187.
- 20) 戸田裕之,山口正剛,松田健二,清水一行,平山恭介,蘇 航,藤原比呂,海老原健一,板倉充洋,都留智仁,西村克 彦,布村紀男,李昇原,土屋大樹,竹内晃久,上杉健太朗: 鉄と鋼,105 (2019) 2, 240.
- 21) 例えばhttps://www.nstec.nipponsteel.com/technology/ ndi-measurement_service/ndi-measurement_service17/
- 22) W. Yashiro, C. Kamezawa, D. Noda, and K. Kajiwara : Applied Physics Express, 11 (2018), 122501.
- 23) 福田航,前田新一,兼村厚範,石井信:電子情報通信学会 技術研究報告,109 (2009), 267.
- 24) 舟川勲, 沼尾達弥, 飯倉寛: 土木学会論文集E2, 67 (2011), 596.

(2022年5月31日受付)