

放射光CT装置を用いた 非破壊分析の現状と将来の開発

上梶真之

高輝度光科学研究センター/SPring-8

2018.11.13

研究会：Muonによる非破壊分析の可能性

自己紹介

上梶真之（うえすぎまさゆき）

専門

- ◆ 惑星物質科学

履歴

- ◆ 広島大学（学士、修士）
- ◆ 九州大学（博士号取得）
- ◆ SPring-8 (1年半)
- ◆ 大阪大学 宇宙地球、土・山研
- ◆ 宇宙航空研究開発機構 はやぶさ試料キュレーション施設
- ◆ SPring-8 (2016-)

小惑星探査機「はやぶさ」

2010年6月13日

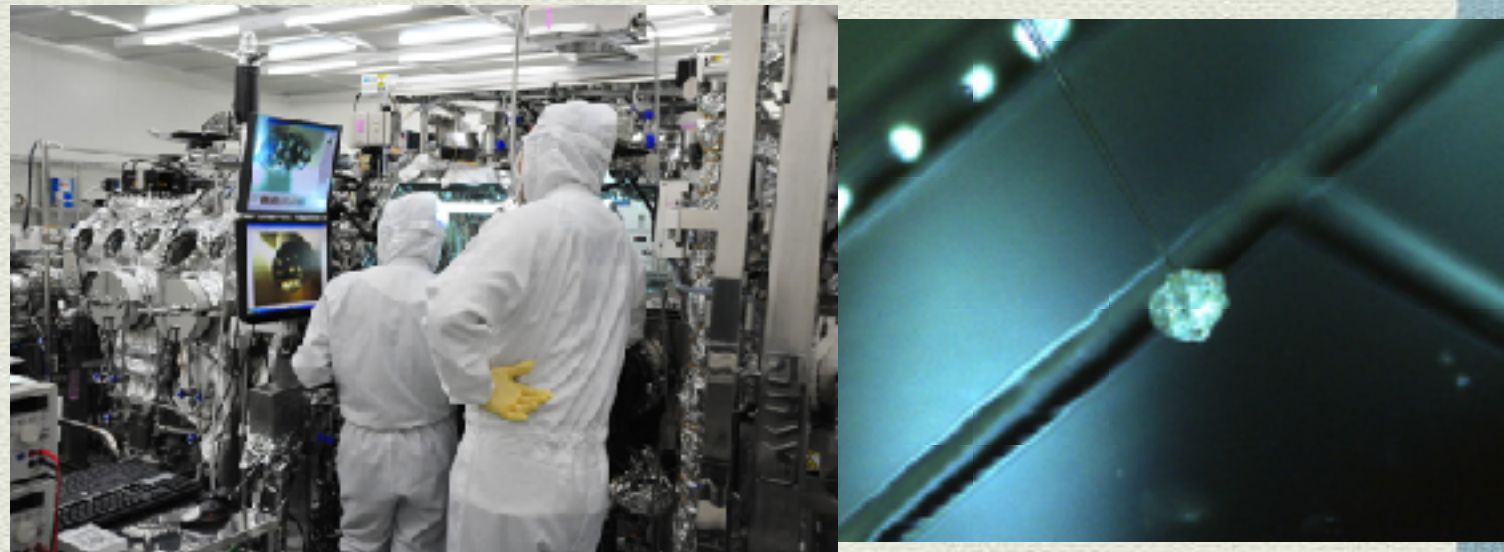


2010年6月13日22時51分 本体の消滅



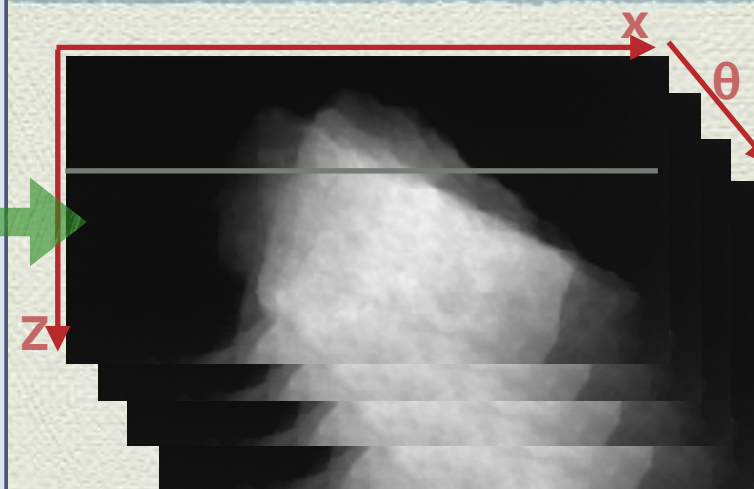
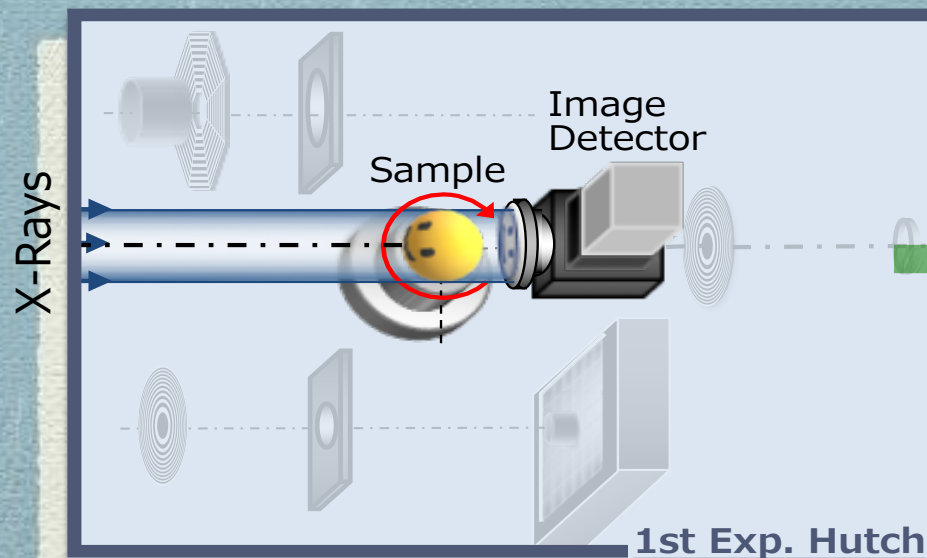
ヘリコプターのサーチライトで照らされ、ヘリの機上から目視で確認されたカプセル。

カプセルの発見状態

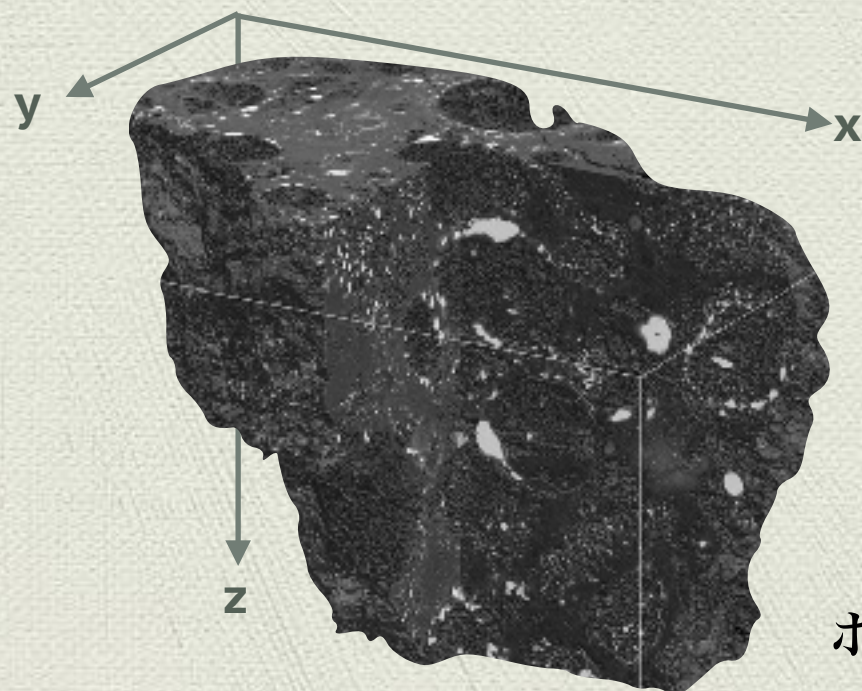


静電制御マニピュレータによるピックアップ作業の様子

Computed Tomography (CT)法の原理

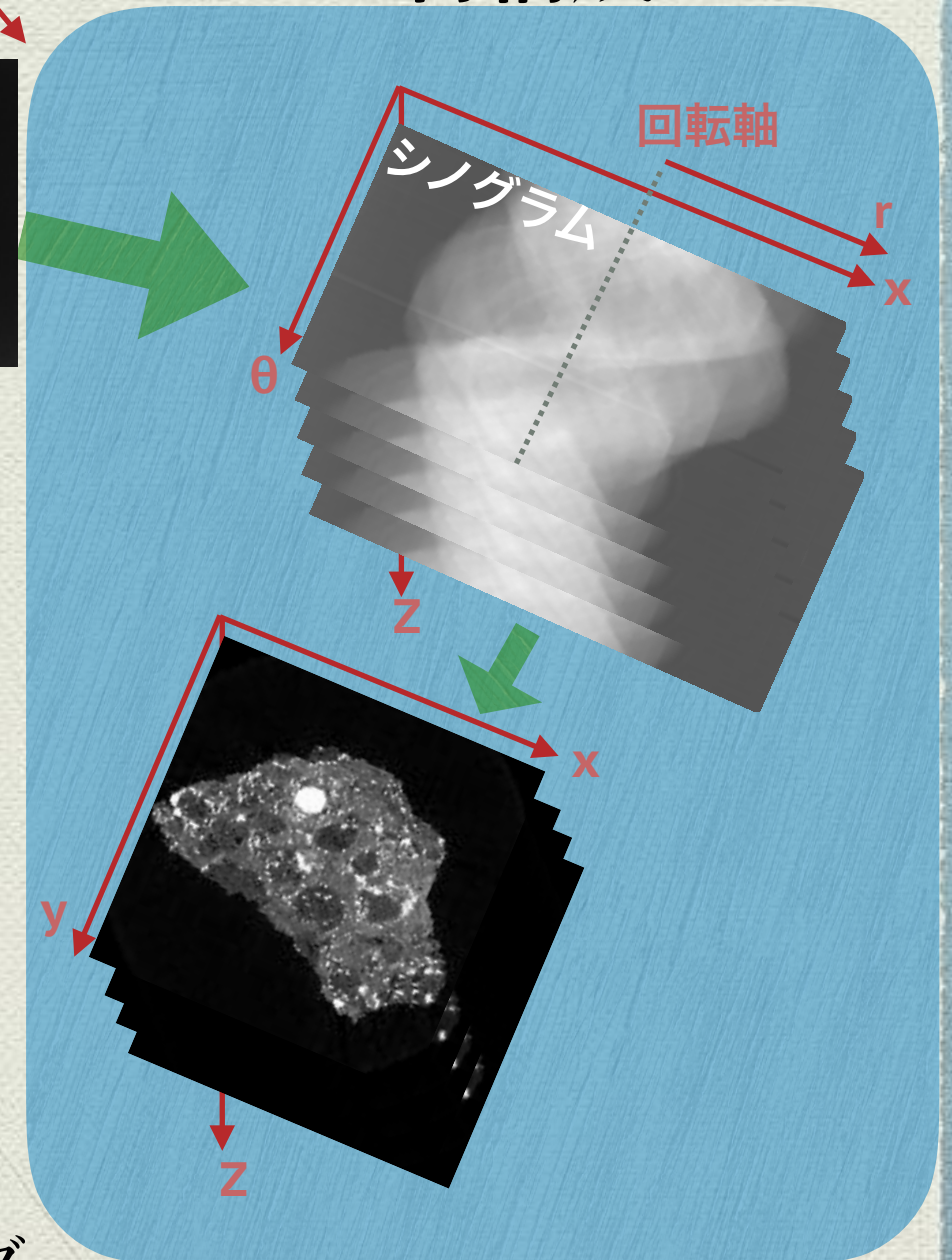


X線透過像を
各回転角毎に撮像



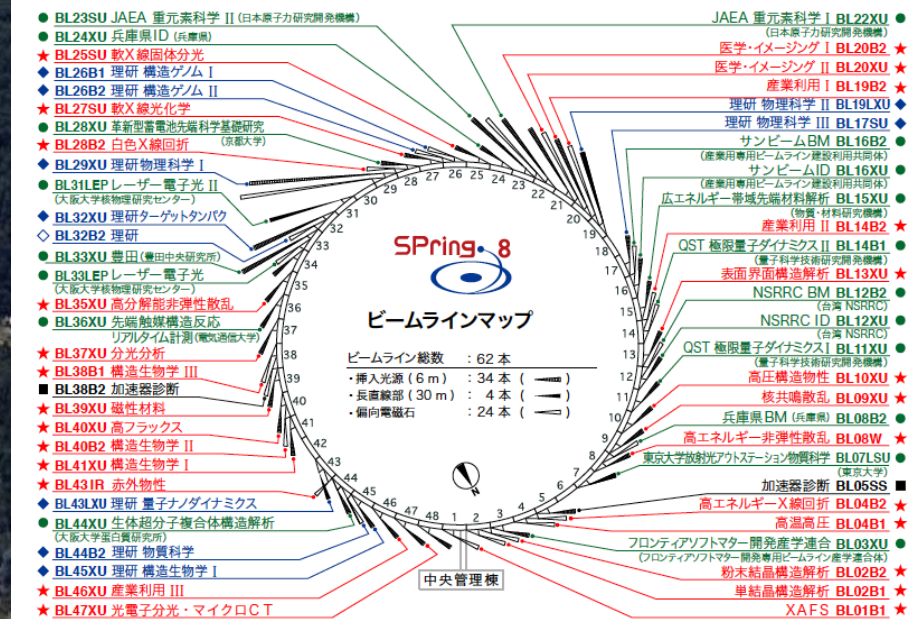
ボリュームレンダリング

3D再構成



e.g. Kak and Slaney, 2011

SPring-8



共用ビームライン : 26

専用ビームライン : 20

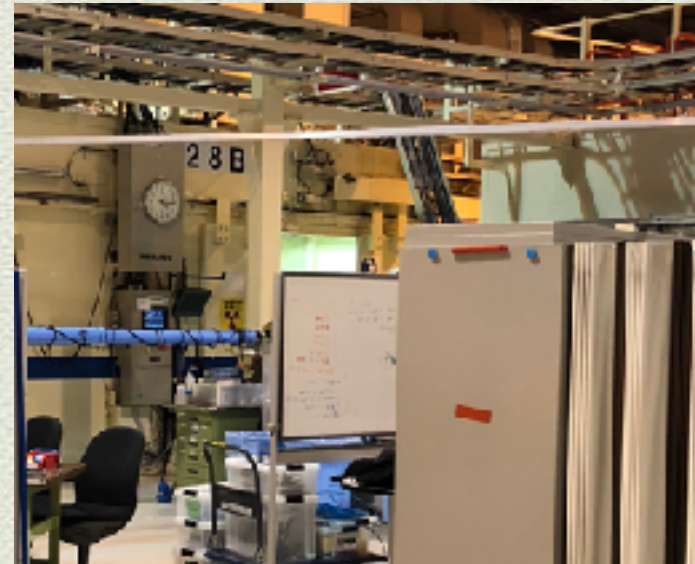
理研ビームライン : 9

計 : 55

SPring-8イメージング関連BLs



BL20B2 中尺BL
Bending
視野 300mm-5mm
分解能 $10\mu\text{m}$
大視野CT



BL28B2
Bending
視野 50mm
分解能 $20\mu\text{m}$
高エネルギーCT



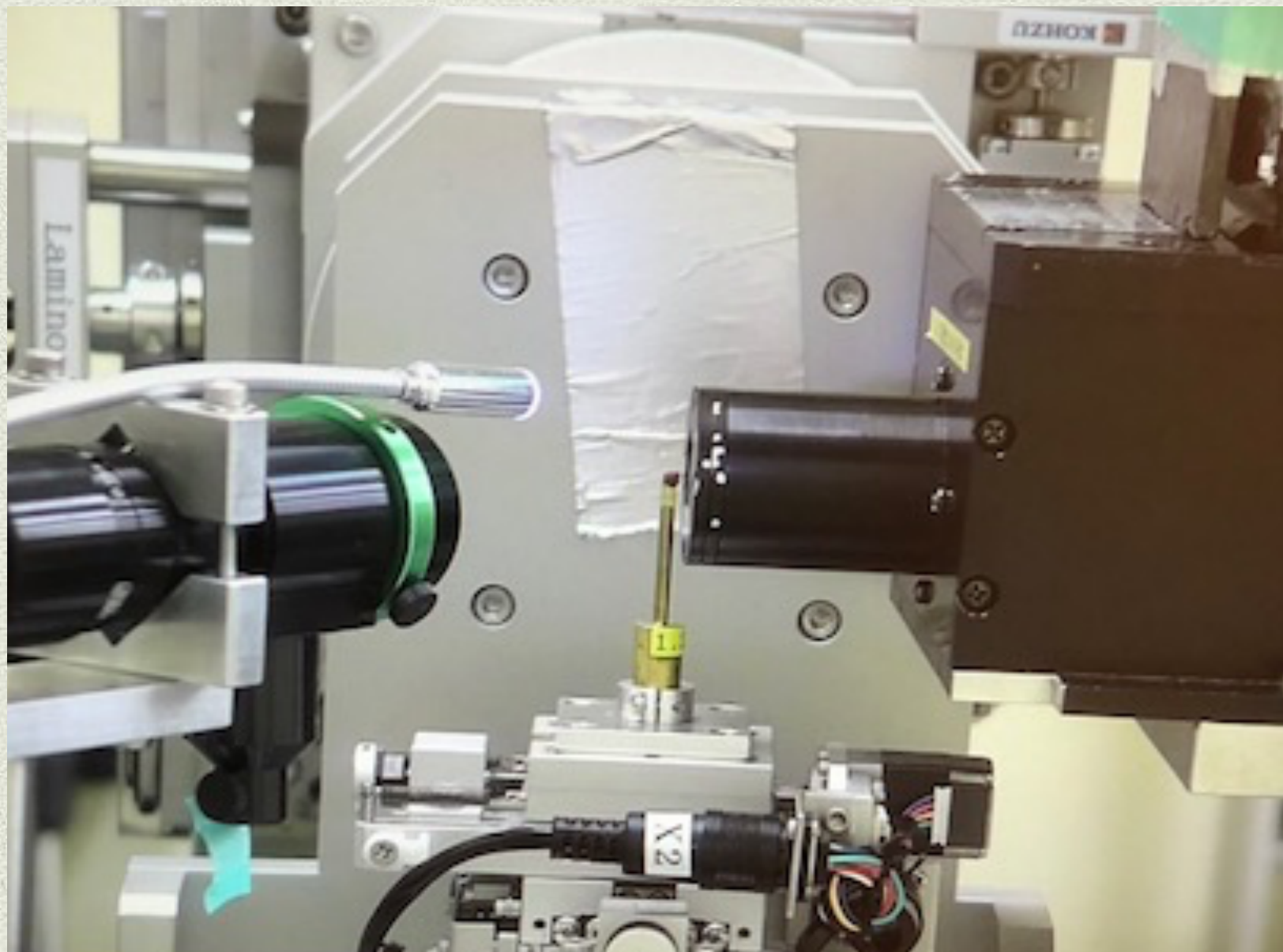
BL20XU 中尺BL
Undulator
視野 5mm-1mm
分解能 $1\mu\text{m}$
総合CT



BL47XU
Undulator
視野
1mm-0.1mm
分解能 $0.1\mu\text{m}$
高分解能CT

試料周りセットアップ例

BL20XU



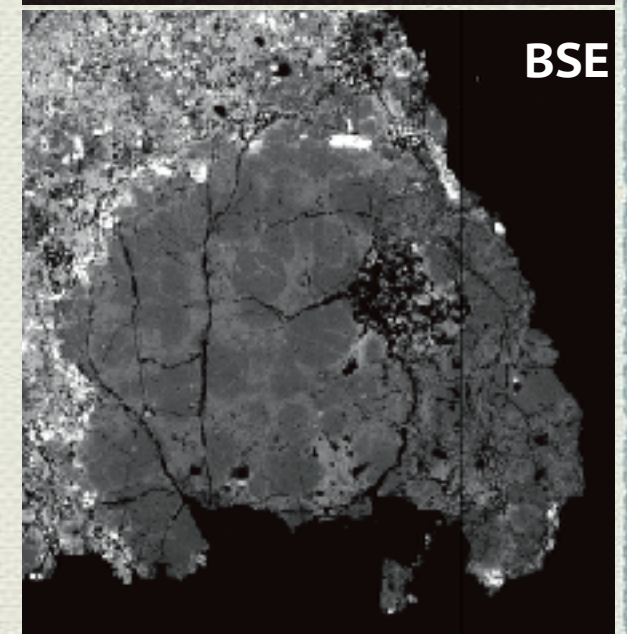
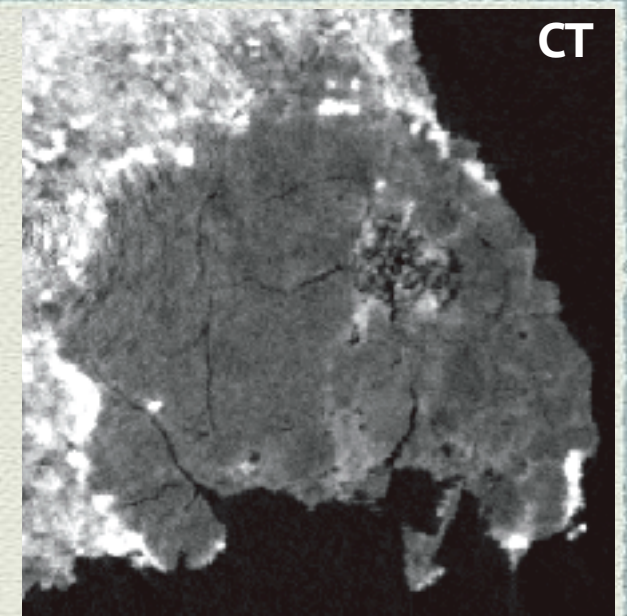
(放射光) X線CTの利点、欠点

○利点

- ◆ [高精度・高分解能＋三次元＋非破壊] 観察が可能
=>ただし個々の特徴については必ずしもNo.1ではない
- ◆ 原子番号と密度に比例したコントラストがつくため、電子顕微鏡のBSE画像と似た画像が得られる

○欠点

- ◆ 精度が低い
=>破壊観察の方が精度が高い
- ◆ 情報量が少ない
=>組織を見ることは出来ても、それが何かを知る手段が少ない
- ◆ 重たい元素、大きい物が苦手
=>高分解能で見るためには、試料を視野に合わせて加工しなければならない



様々なCT法

- ◆ 結像型CT

- ◆ マルチスケールCT

- ◆ Dual Energy Tomography (DET)

- ◆ XRD-CT

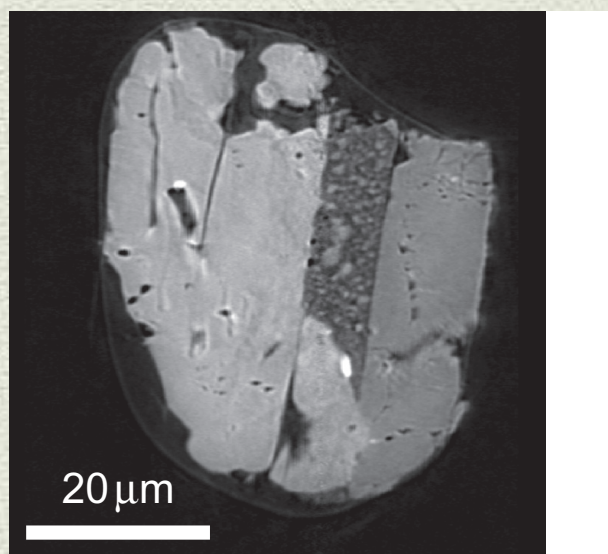
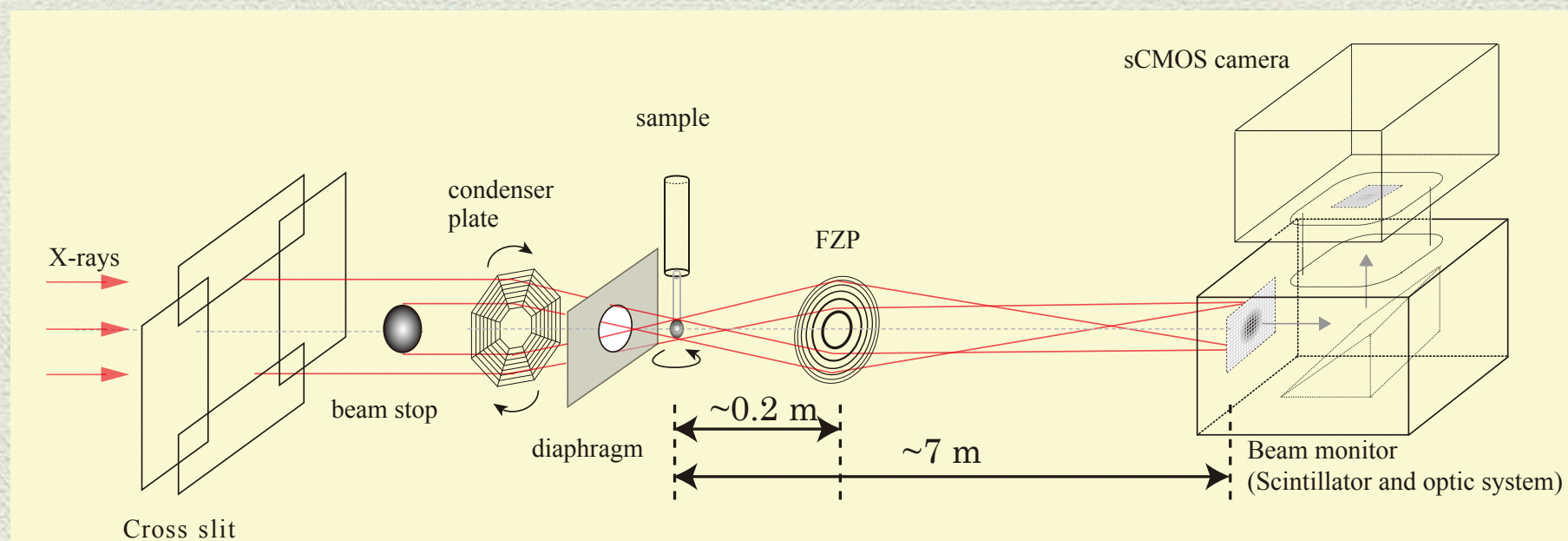
- ◆ 位相コントラストCT

- ◆ 高エネルギーCT (~200keV)

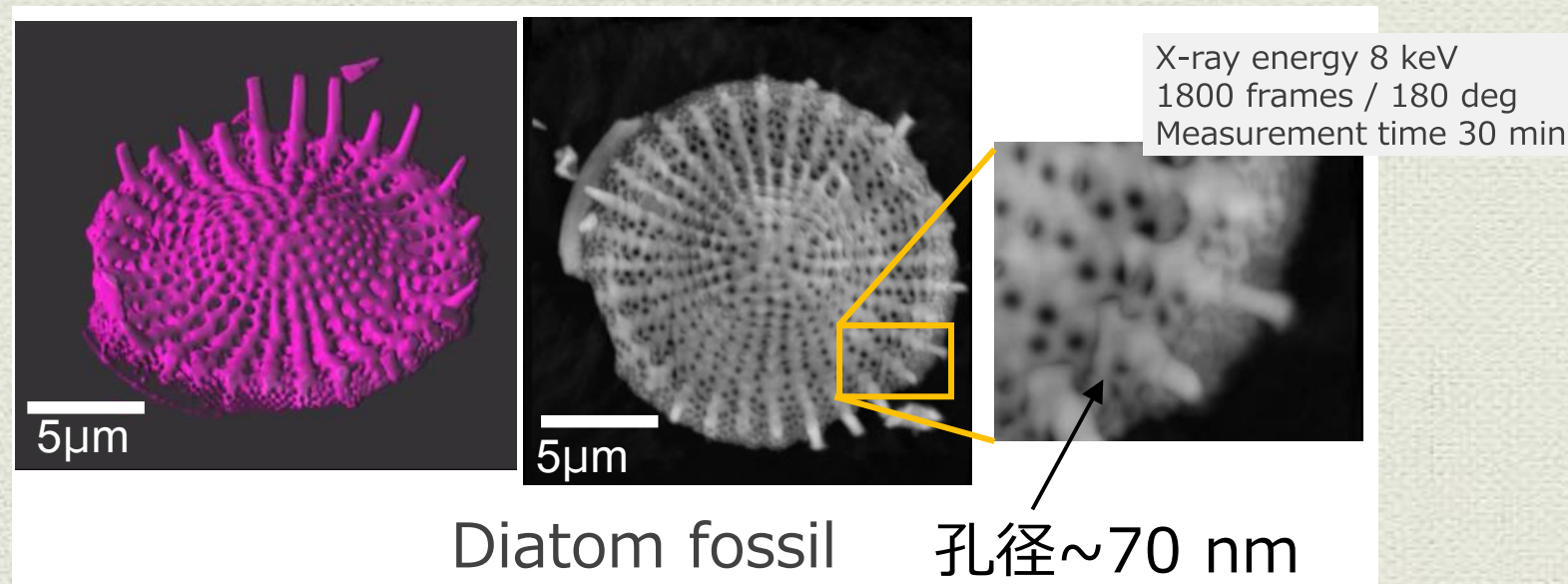
高分解能

情報の多角化

結像型CT (BL47XU)



はやぶさ帰還粒子 RA-QD02-0048
(Tsuchiyama et al. 2011, 2013, 2014)

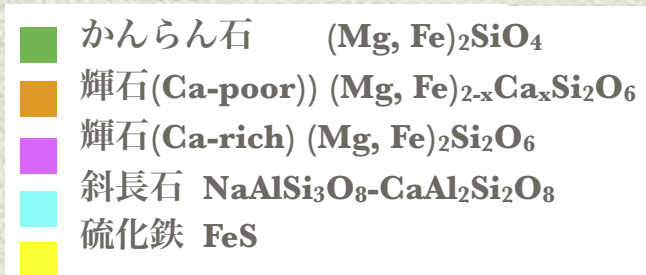


70nm 程度の構造が見えている

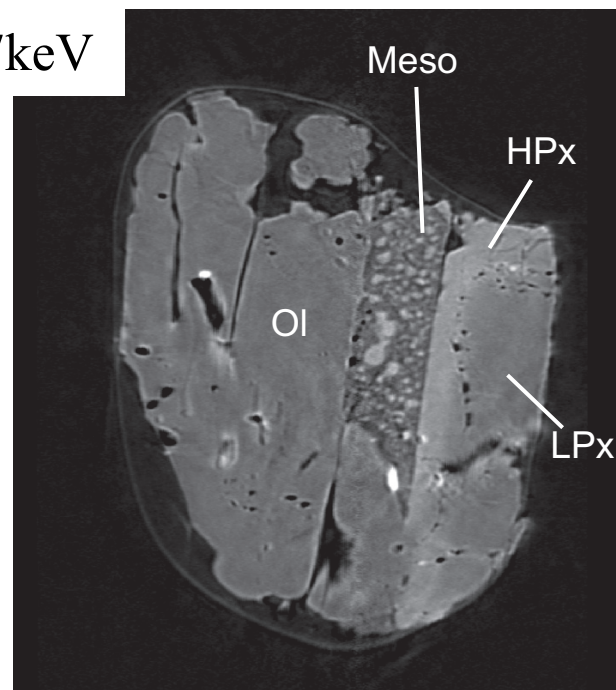
※ただし10keV以下の
X線しか使えない

Dual Energy CT (DET)

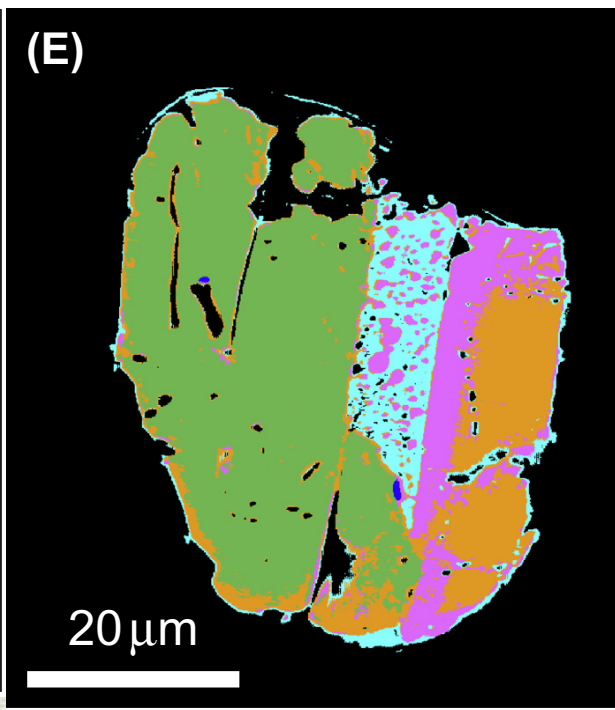
BL47XUの例



7keV

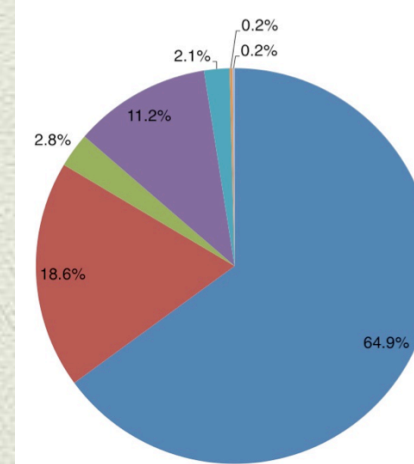


(E)

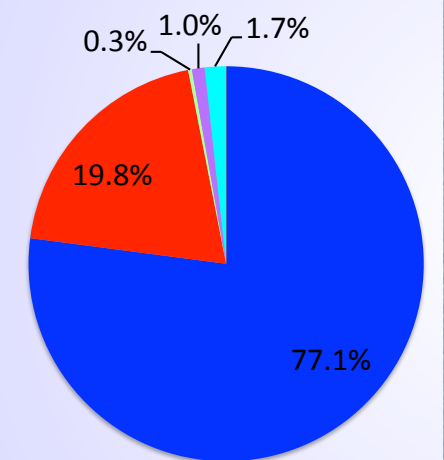


小惑星探査機「はやぶさ」帰還試料
(Tsuchiyama et al. 2011, 2013, 2014)

48 Itokawa Particles by synchrotron CT
(Tsuchiyama et al., 2014)

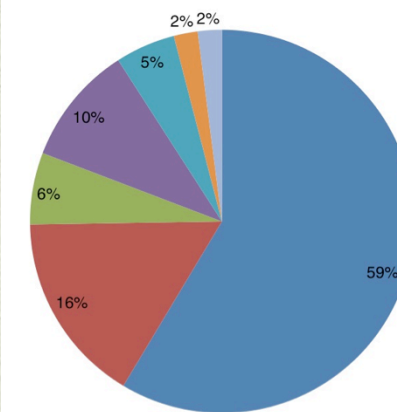


ol
lpx
hpx
pl
FeS
FeNi



はやぶさ48粒子のCTデータ

LL4-6 chondrite by Hutchison (2004)



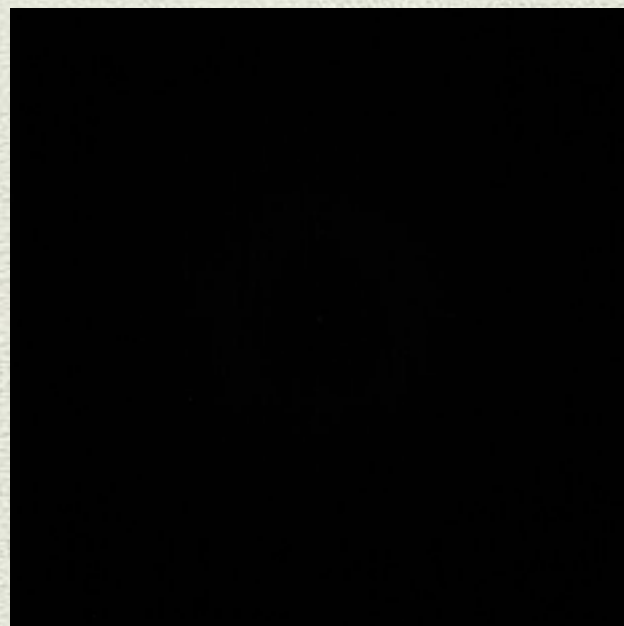
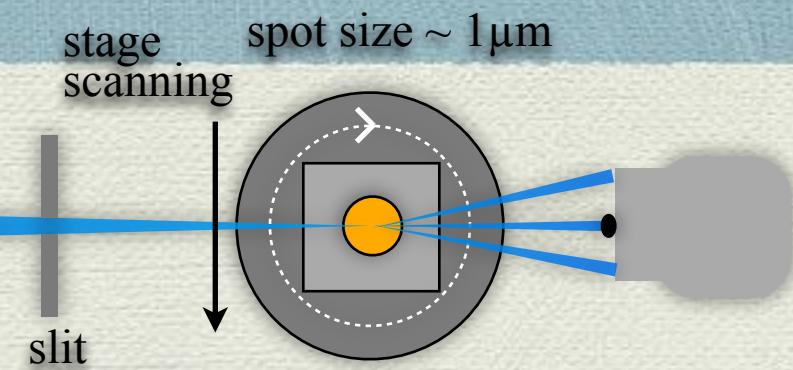
普通コンドライト隕石 (LL4-6)

XRD-CT (BL20XU)

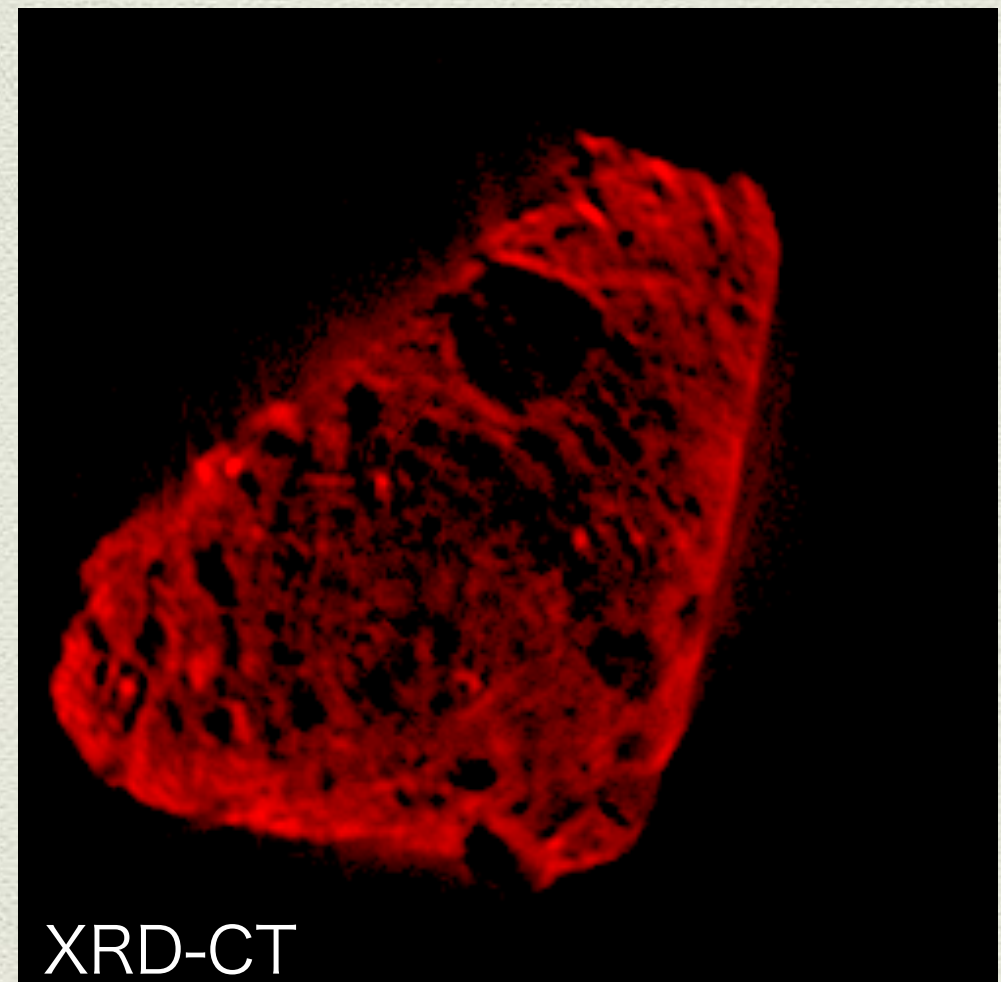
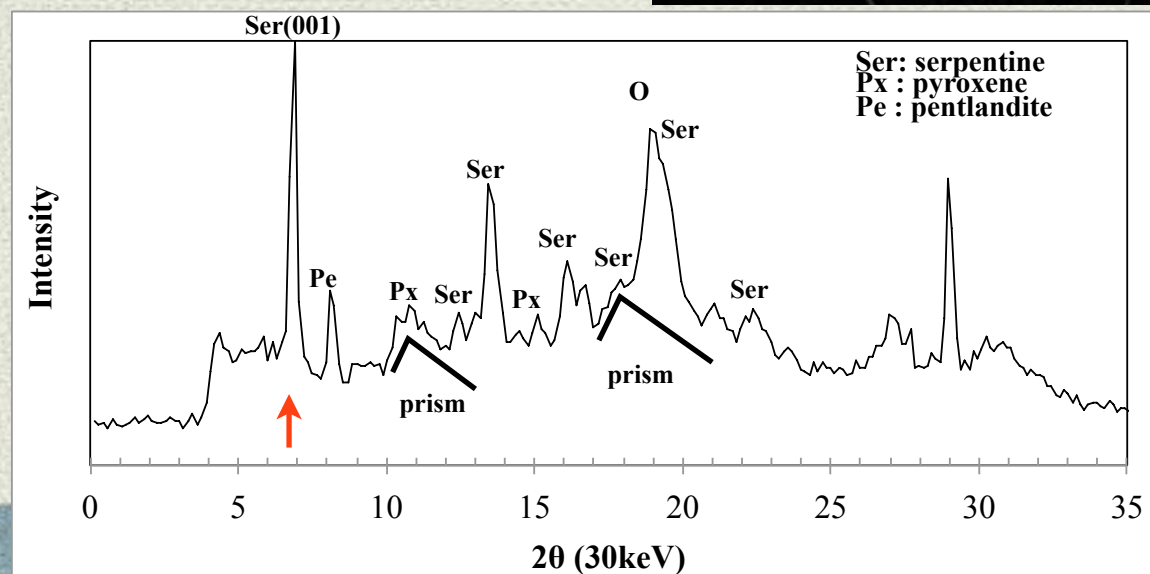
Fresnel Zone plate(FZP)

tuned for 30keV X-ray

X線 (30keV)



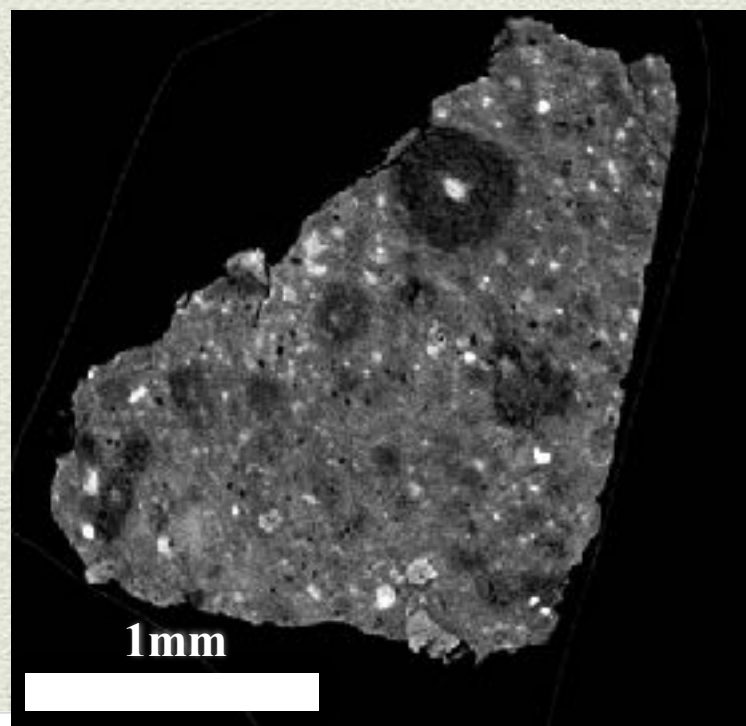
吸收CT



XRD-CT (BL20XU)

マーチソン隕石 (CM2)

absorption CT

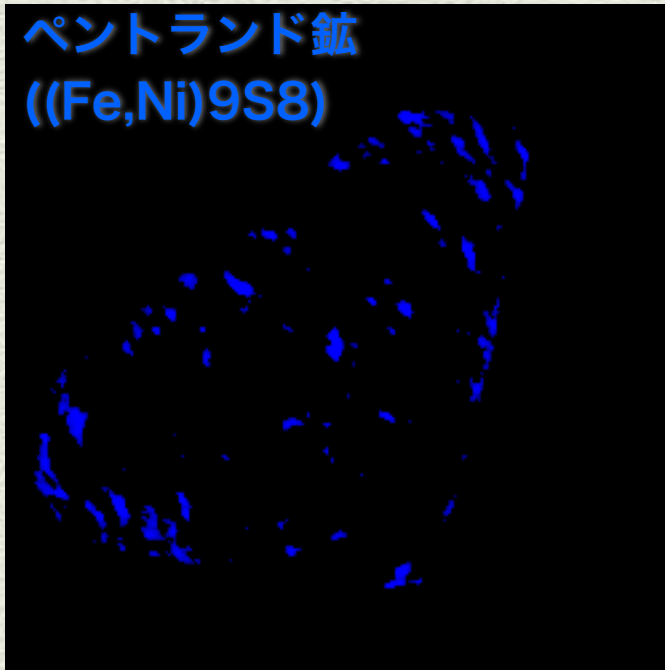


XRD-CT

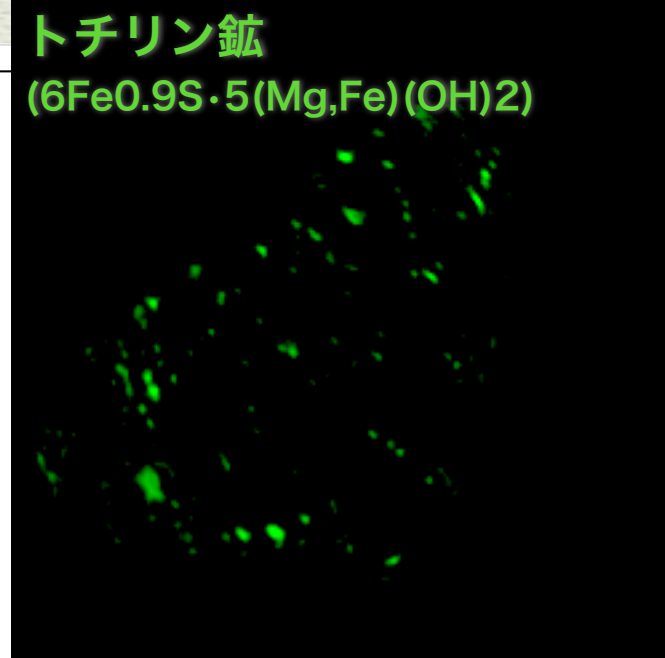
蛇紋石 (antigolite)
 $(\text{Mg,Fe})_3\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$



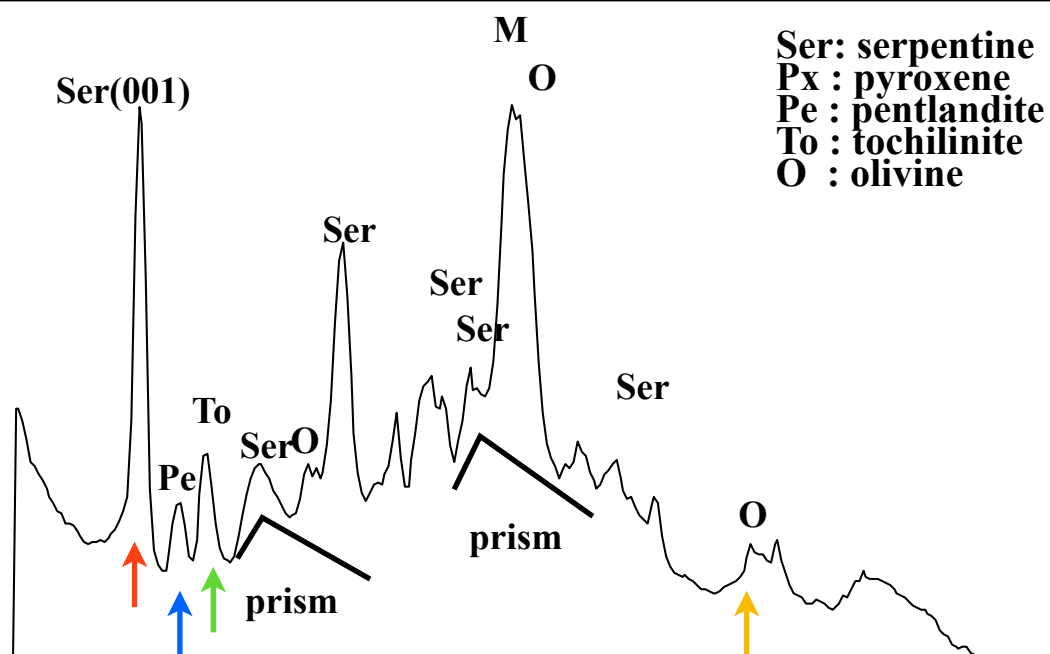
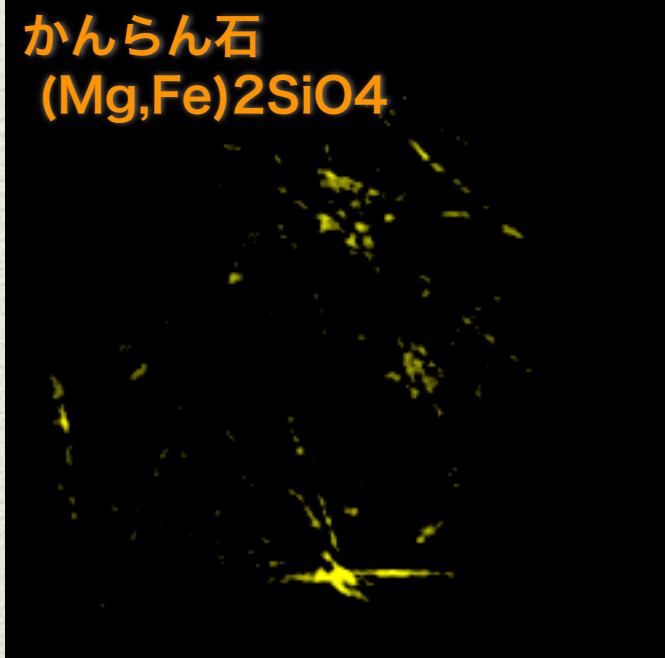
ペントランド鉱
 $((\text{Fe,Ni})_9\text{S}_8)$



トチリン鉱
 $(6\text{Fe}_{0.9}\text{S} \cdot 5(\text{Mg,Fe})(\text{OH})_2)$



かんらん石
 $(\text{Mg,Fe})_2\text{SiO}_4$



位相コントラストCT

Scanning Imaging X-ray microscopy (SIXM,BL47XU)の例

Takeuchi et al., (2012,2013)

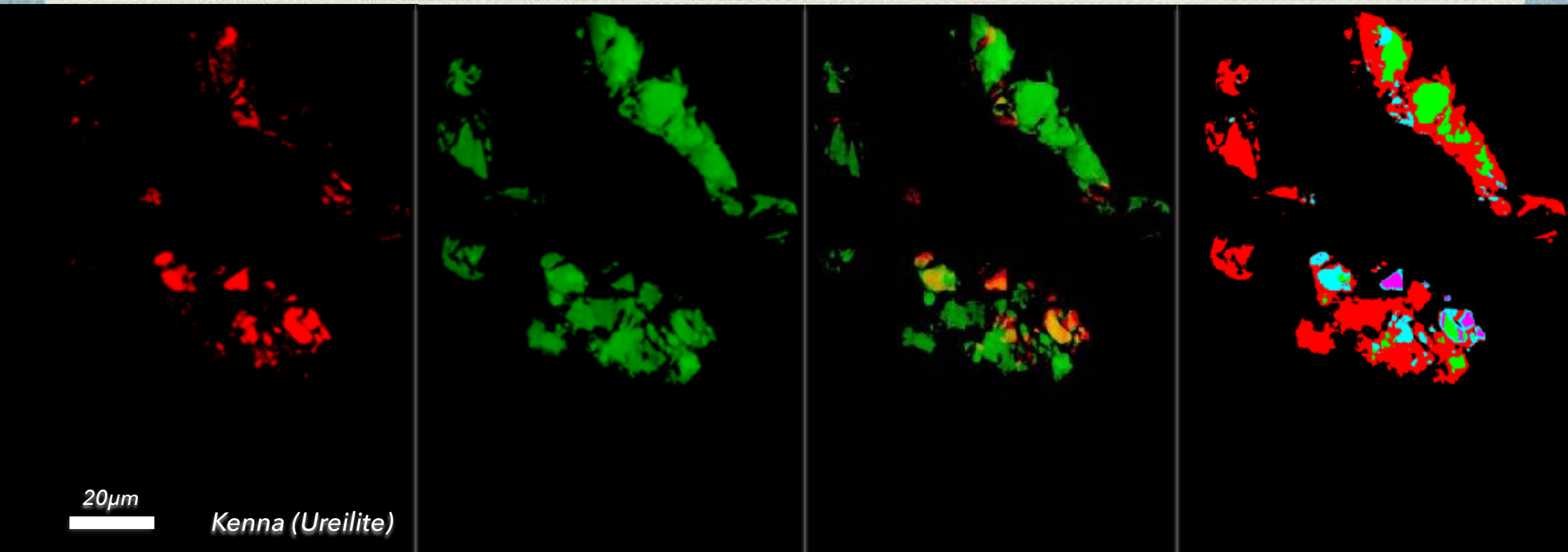


吸収X線CT

位相CT

吸収+位相

相分離



閑話休題

なぜCT？

○破壊分析の方が遙かに精度が高い

組織：吸収CT像 << *FE-SEM, TEM*

元素：*DET*,位相 << *EDS, WDS*

結晶：*XRD-CT* << *EBSD*

放射光実験にも、*XRD, XAFS, SAX*など、高精度分析はある。

が、イメージング、CTは違う

○CTの利点： 非破壊、三次元 => 本当に？

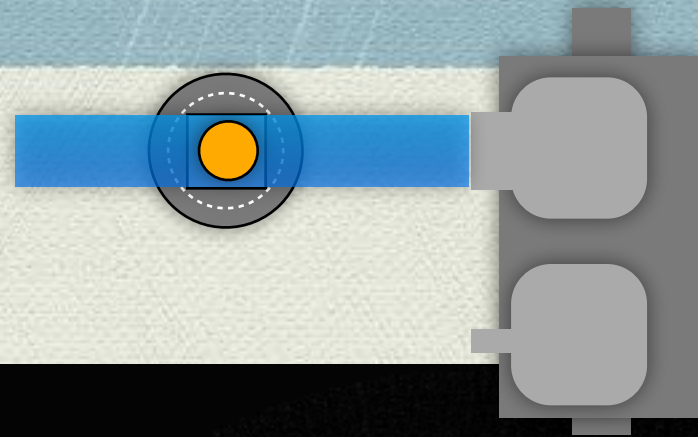
非破壊：視野に試料サイズを合わせなければならない

三次元：シリアルセクションング等、より精度の高い手法もある

はっきり言ってまだ使いづらい

マルチスケールCT (BL20XU)

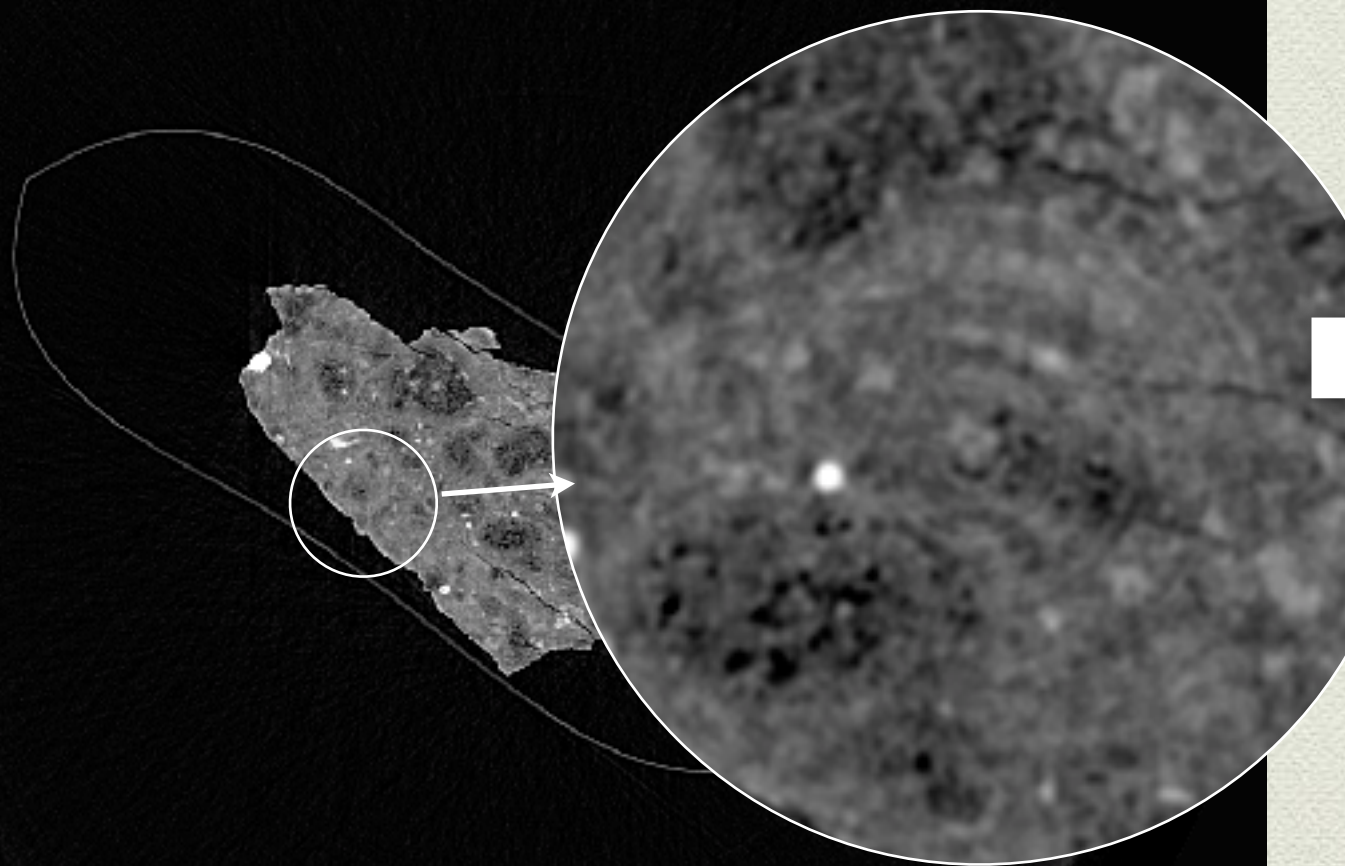
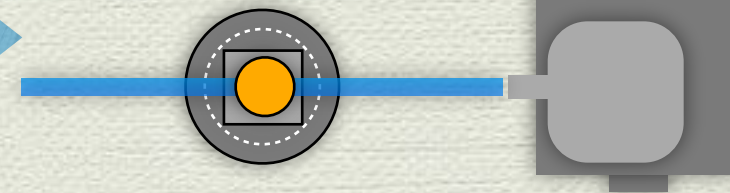
広視野CT



広視野検出器

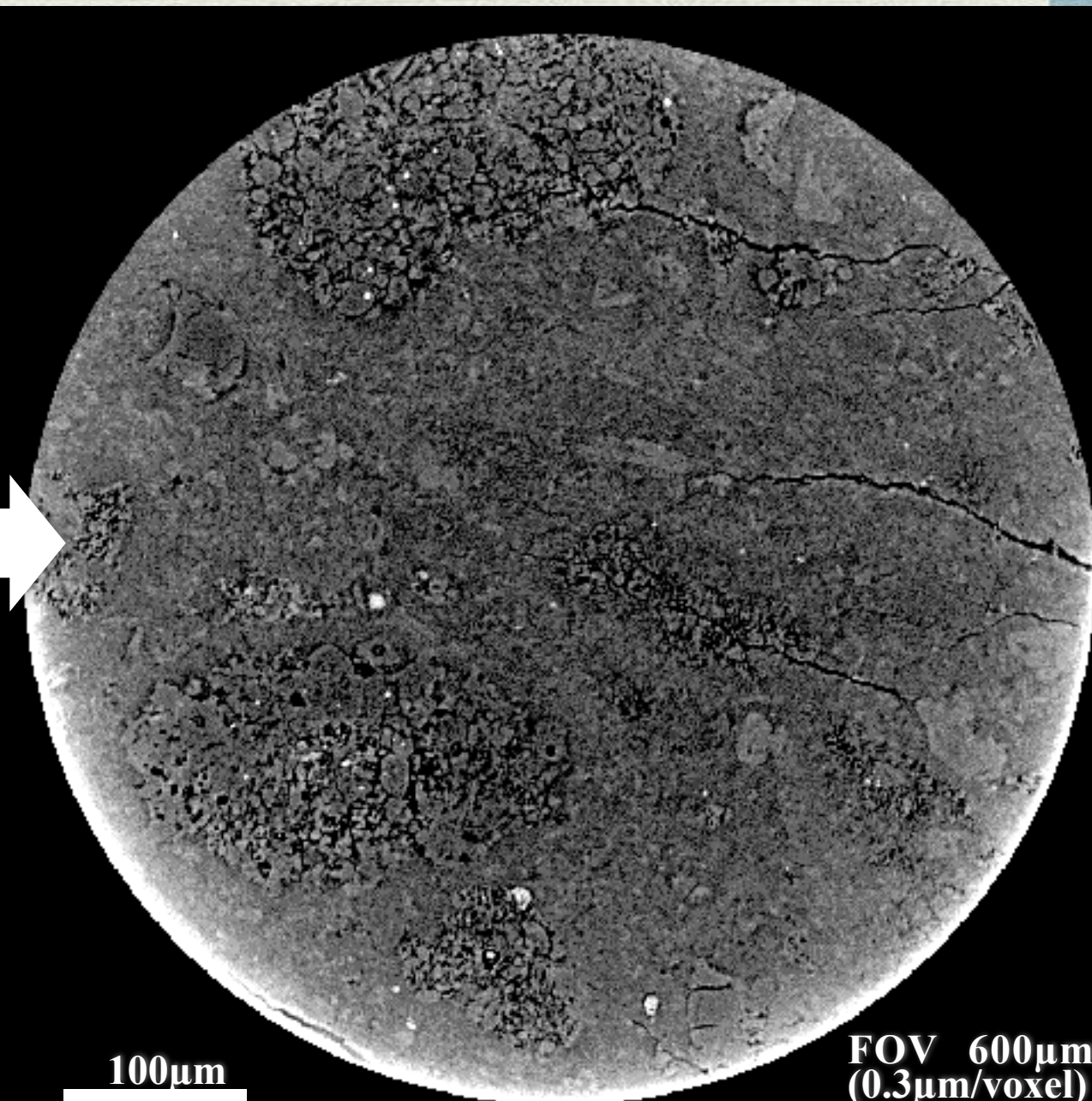
高分解能検出器

高分解能CT



1mm

FOV 6mm (3 μ m/voxel)



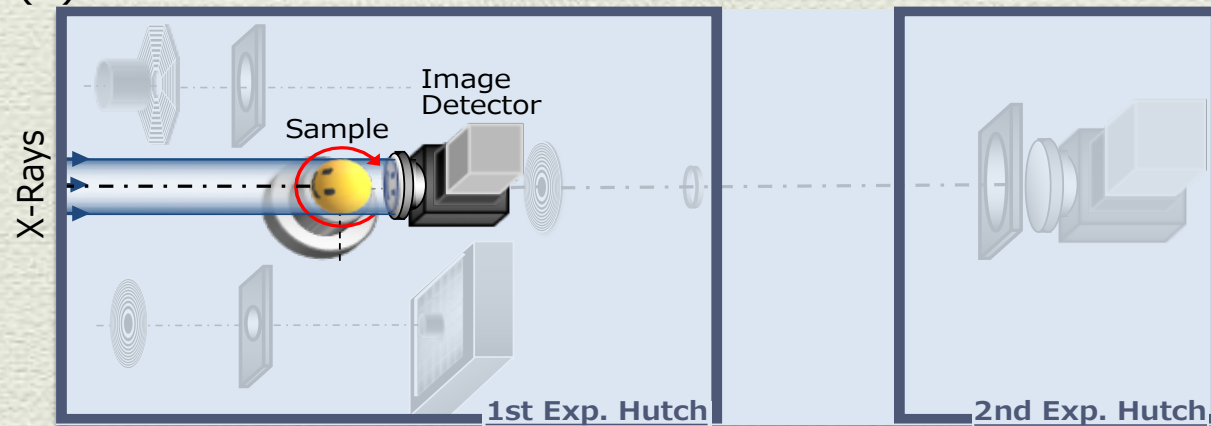
100 μ m

FOV 600 μ m
(0.3 μ m/voxel)

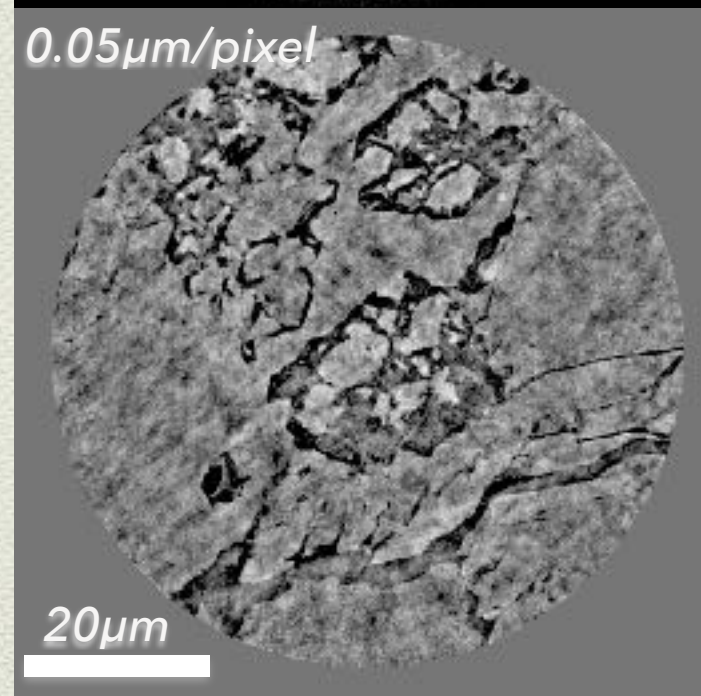
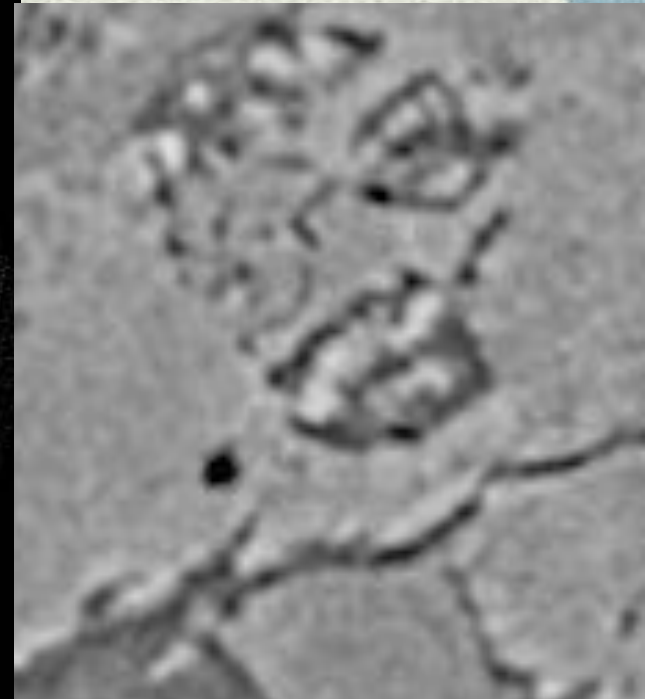
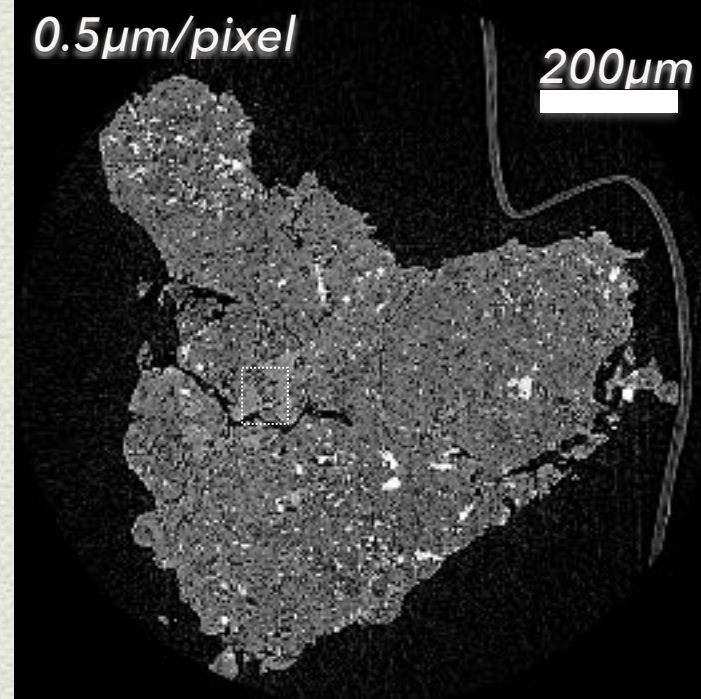
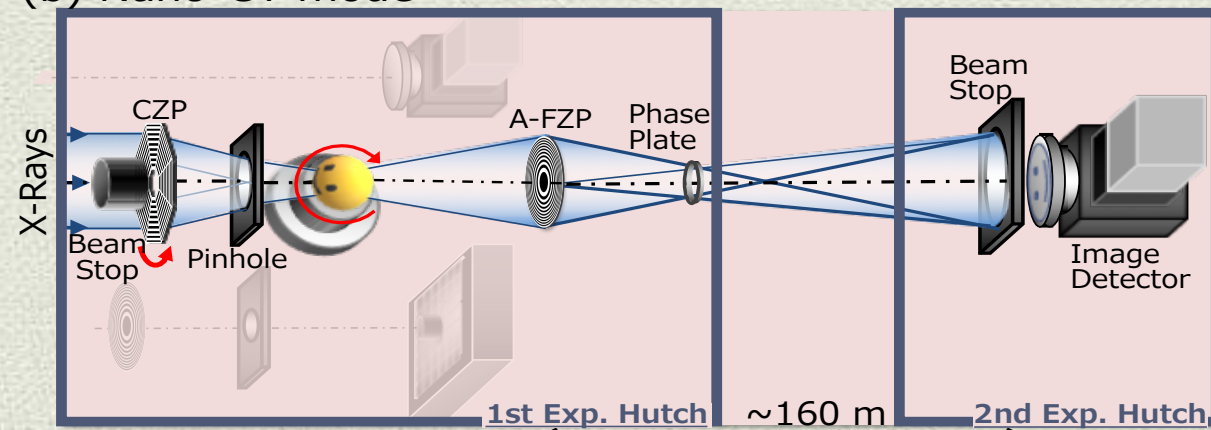
マルチスケールCT-i (BL20XU)

投影CT+結像CT (20-30keV)

(a) Micro-CT mode



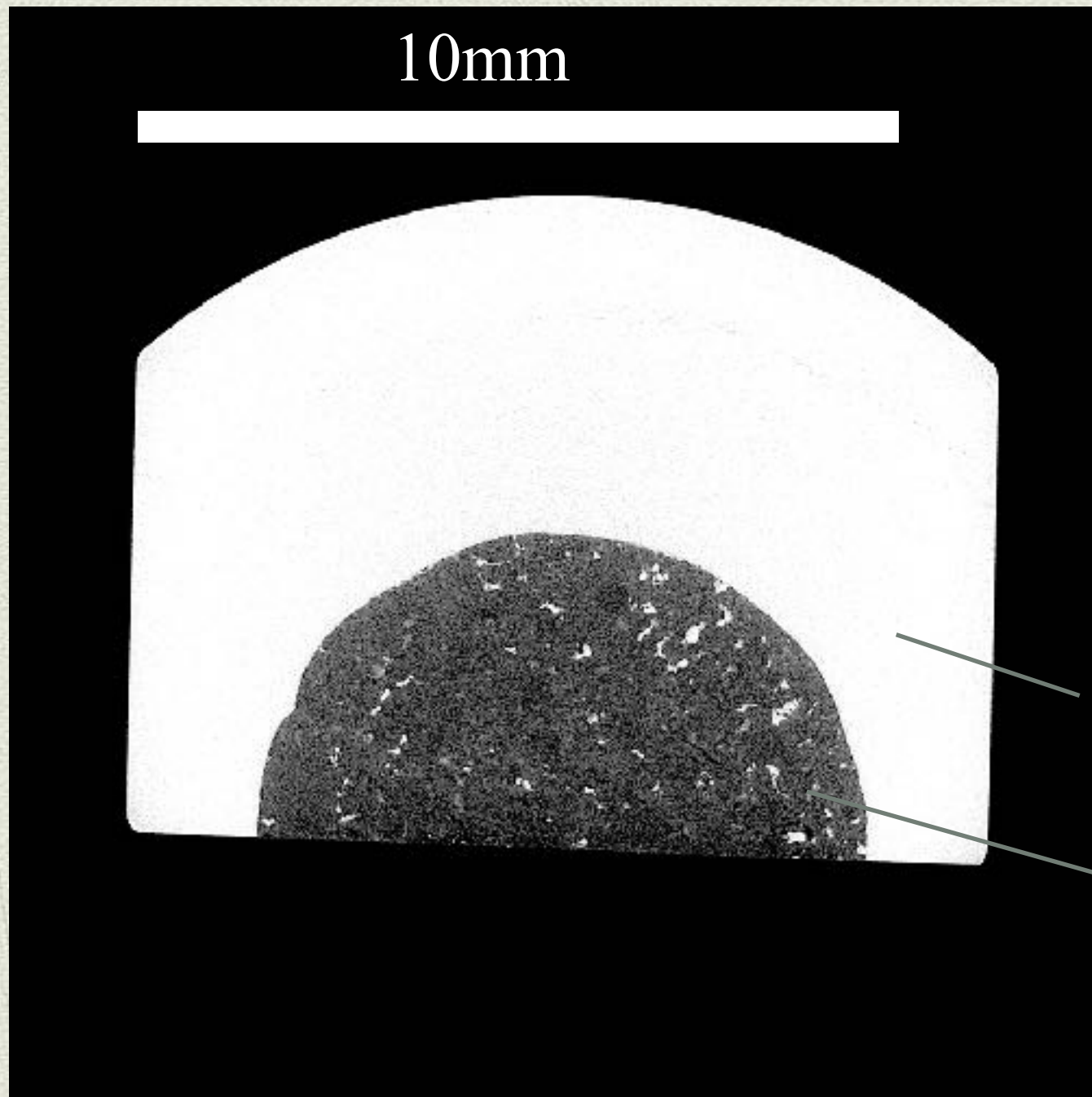
(b) Nano-CT mode



140nm程度の分解能を
20-30keVのエネルギー
のX線で達成

Orgureil (CI)

高エネルギーCT (BL28B2)



○実験条件

- ◆ X線エネルギー 200keV
- ◆ 投影数：1800投影
- ◆ 露光時間：40msec
- ◆ 11.16 μ m/pixel

SUS

隕石(LLコンドライト)

閑話休題

なぜ非破壊？

流通、医療、保安などの産業・生活分野において、非破壊検査は必須である。しかし、非破壊分析は破壊分析に精度はどう頑張っても追いつかない。そのため、研究者にとって非破壊分析は

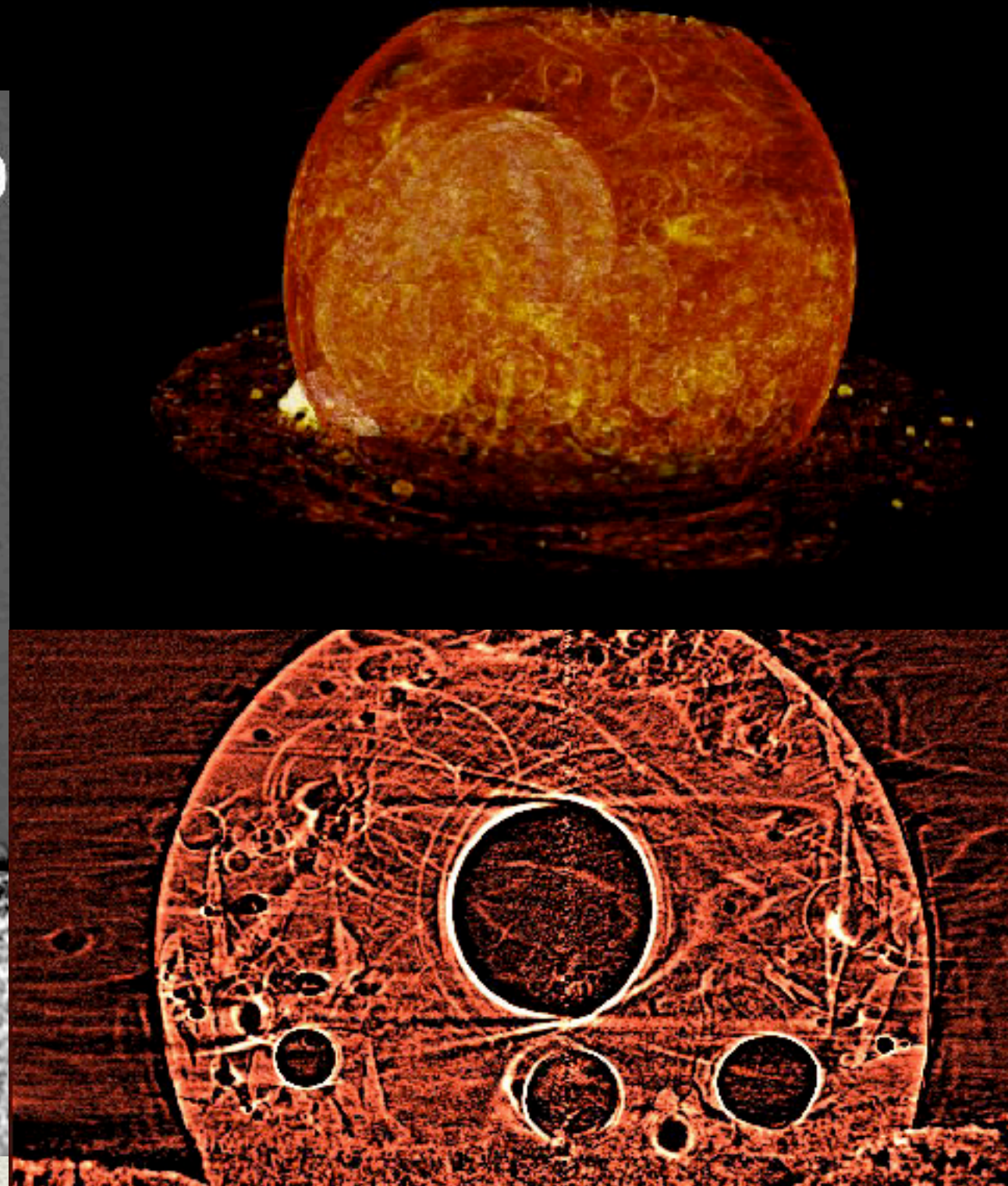
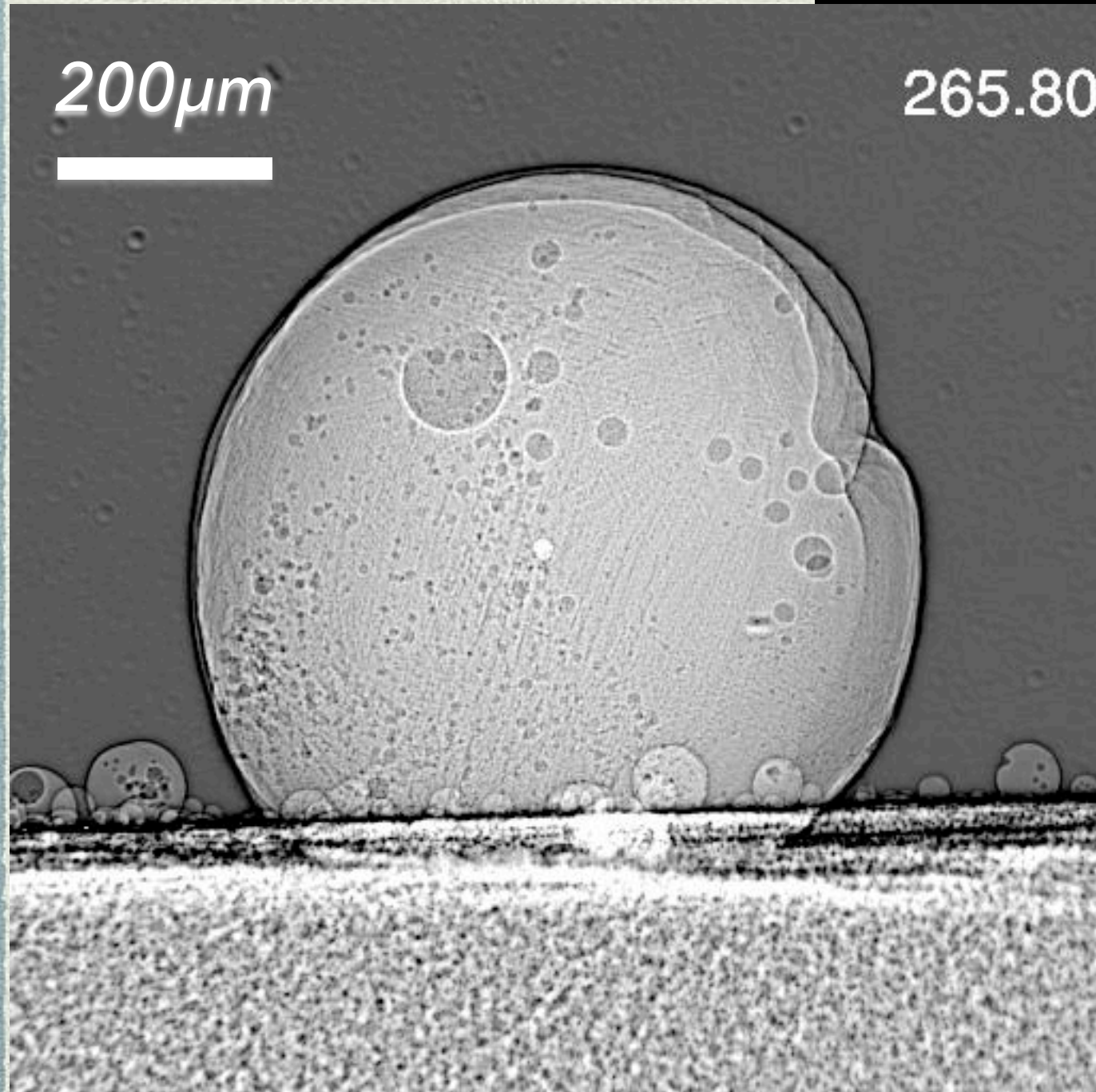
「どうしてもない理由で渋々使うもの」
あるいは

「破壊分析の精度をより向上させるための予備実験」である。

=>学術の世界で、非破壊そのものは売りになりにくい

売りになるのはやっぱり、その装置でしか出来ないこと

その場観察：岩石メルトの結晶成長



様々なCT法 - まとめ 1 -

手法	長所	短所
結像型CT	高分解能 ($< 0.1\mu\text{m}$)	視野が狭い($<100\mu\text{m}$)
Dual Energy Tomography (DET)	元素組成分布がわかる	使用できるX線エネルギーが限られる ($\equiv$ 試料サイズが限られる)
XRD-CT	鉱物組成・分布がわかる	時間がかかる (1スライス10時間)
位相コントラストCT	軽元素で出来た相が見やすい	ノイズが多い、解析が大変
マルチスケールCT	10mmの試料の中の、 μm 観察	操作が複雑、解析が大変
高エネルギーCT	Fe等の重元素の相が見やすい	軽元素の相がコントラストがつきにくい

様々なCT法 - まとめ 2 -

各ビームラインの特徴

	BL20B2	BL20XU	BL47XU	BL28B2
視野*	5-300 mm	1-5 mm	0.1-1 mm	50 mm
分解能*	10 μ m	1 μ m	0.1 μ m	10-50 μ m
エネルギー	8-70keV	8-60keV	10-60keV	~200keV
撮影時間	20-60分	5-20分	20-30分	5-20分
可能な手法 (投影CT以外)	DET 位相CT	結像型CT XRD-CT 位相CT DET (元素制約有) マルチスケールCTi マルチモードCT	結像型CT DET 位相CT マルチスケールCT	

* ボクセルサイズは視野を1000-2000分割した程度

今後

◆ 大視野化

=>スキャンニングCTの開発

◆ ダメージ評価

=> 有機物などは、X線による損傷を受ける事が考えられる。

各分析のダメージを測定し、その影響を調べる必要がある。

◆ 試料準備環境・データ解析環境の整備

=>試料準備用グローブボックスの整備、大気遮断ホルダの開発、試料保管場所の整備など

=>ソフトウェア開発、大容量ストレージ整備、リモート解析環境の整備

◆ 高性能化、高分解能、高濃度分解能化

=> 光学素子の性能向上等

=>ユーザーインターフェースの最適化、局所CT法の高精度化等