

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 4 月 9 日現在

機関番号：17102

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2012～2013

課題番号：24656439

研究課題名(和文)物理限界を超える超高分解能3Dイメージングの実現

研究課題名(英文)Ultra high resolution 3D imaging close to physical limit

研究代表者

戸田 裕之(Toda, Hiroyuki)

九州大学・工学(系)研究科(研究院)・教授

研究者番号：70293751

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,000,000円、(間接経費) 900,000円

研究成果の概要(和文)：我々は、X線CTの撮像時に、通常は分解能を悪化させる試料回転ステージのブレが高分解能化をもたらすケースを報告した。この研究では、撮像のブレと高分解能化の関係を研究した。SPring-8のイメージングビームラインを用いた単色X線によるCT観察を行った。この実験では、撮像中に人為的にブレを起こさせてCT撮像を行い、3D画像の空間分解能を解析した。その結果、ブレの振幅、パターン、透過像の撮像枚数などの撮像条件と空間分解能の関係を評価することができ、高分解能が得られる条件を明示できた。また、球状黒鉛鑄鉄の疲労試験のその場観察に応用し、高分解能で破壊挙動を明瞭に可視化できることを実証した。

研究成果の概要(英文)：We have reported that the wobbling of a rotation stage, which usually causes the degradation of spatial resolution, in some cases brings high resolution. In this study, we have investigated the relationship between blurring during the acquisition of images and spatial resolution. As a result, we have clarified the relationships among the amplitude and patterns of blurring, the number of projections and spatial resolution, providing the experimental conditions for high resolution images. We have also applied the findings to the in-situ observation of fatigue behaviors in a ductile cast iron, and succeeded in the clear observation of the fracture behavior at a reasonable high resolution.

研究分野：工学

科研費の分科・細目：構造・機能材料

キーワード：X線マイクロトモグラフィー シンクロトロン放射光 空間分解能 その場観察 球状黒鉛鑄鉄

1. 研究開始当初の背景

X線を用いたイメージング技法の空間分解能は、通常 $1\mu\text{m}$ 程度となる。これ以上の高分解能化には、拡大投影できる特殊なレンズを用いる。ただしX線の屈折率は非常に小さく、ある程度の高分解能を得るにもさしわたし数~数十 m にもなる大掛かりな装置が必要となる。

ところで、図1の表は、過去の鉄鋼のX線CT観察における空間分解能である。X線が鉄鋼を透過しにくい事もあり、数~数十 μm と理論分解能を大幅に下回る低い空間分解能に留まっていた。ところが、本年7月の申請者による予備実験で、 $0.59\mu\text{m}$ 以上と逆に理論分解能 ($1\mu\text{m}$: サンプリグ定理が規定する上限値) を超える超高分解能が得られた (図1右)。申請者は、これがX線CTに不可欠な試料回転ステージの回転ブレ

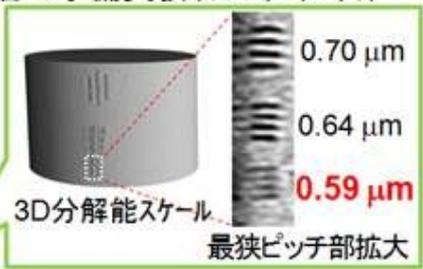
技術として確立する事を目的とする。

Oversampling とは、データ取得に普通より高いサンプリング周波数を用いる事を意味する。本案では、画像のブレが結果的に細かいピッチでの計測と等価となる (図2左下)。多くの余計なデータを取ることで (図2左下)、取得データが補完され高分解能となる (図2右下)。X線CTでは、 $0.05\sim 0.2^\circ$ ステップで取得した数千枚の透過像を1枚の3D像に再構成する。つまり図2の様に同じ画像を多数枚取得する訳ではない。しかし、わずかずつズレた各角度の透過像を再構成過程で積分和する時に、Oversampling 効果が得られるものと考えられる。

従来、回転ステージの Wobbling は分解能を下げる主要因で、Wobbling は極力小さく抑えられている。ところが、予備実験に基づく考察から、Wobbling をむしろ悪化させる

図1 過去の鉄鋼材料X線CT観察例(左)と申請者の予備実験(右:本年7月)

研究者名	空間分解能	出典
Everette (2001)	6~9 μm	Scripta, 44, 165
Lame (2004)	2.7 μm	Acta, 52, 977
Nakai (2007)	5~10 μm	Zaiyo, 56, 951
Nakahigashi (2008)	10 μm ~	2008B2078 report
Cheong (2009)	19 μm ~	Mater. Sci. Eng., A513, 222
Shobu (2009)	10 μm ~	Zaiyo, 58, 588
Toda (2011)	~0.59 μm	Preliminary exp. (July/2011)



(Wobbling)に起因すると結論した。次頁図2に示すように、適度な回転ブレが生じて微妙にズレた透過像を数千枚撮像して1枚の3D画像を再構成する過程で、微小な画素を用いて撮像したのと同じ効果 (Oversampling 効果) が得られるというものである

2. 研究の目的

本研究では、偶然発見された上記事象を3D イメージングの高分解能化のための基盤

と分解能を最適化できるという逆転の発想が本案の特徴である。Wobbling などのブレ (Blurring) の程度やパターンを人為的に変えて分解能を計測し、高分解能が得られる条件を特定するとともに、これを高分解能化技術にまで引き上げる。これらを総合し、まず高空間分解能が得られる最適なブレ様態、条件などを定量的に提示する。これにより、本案の手法を特に特殊なデバイス等を必要とせず、効果の確実な高分解能化手法として提示する。

3. 研究の方法

3.1 ブレ評価法

大型放射光施設 SPring-8 のイメージングビームラインを用い、単色 X 線を用いた CT 観察を行う。理論分解能が得られるよう、各種条件を最適化する。予備実験を行って試料のブレの程度やパターンを人為的に変化できるようにした後、様々な条件で 3D 画像を取得する。得られた 3D 画像の空間分解能を計測し、ブレの周期、振幅、パターン、透過像の撮像枚数などの各種条件と空間分解能の関係を評価する。

本研究では、このブレに関し、回転ステージによる不可避的なブレ、アクチュエーターによる人工的な振動、材料の緩和挙動によるブレの3種類を試行して手法のスクリーニングを行った。

試料のブレの定量評価を行った後、

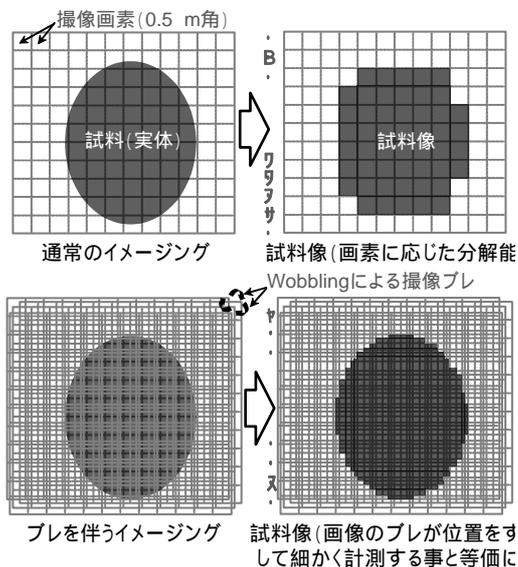


図2 Oversampling (多数回異なる条件で計測して合成)による高分解能化の説明図

SPring-8 実験課題を申請し SPring-8 での X 線 CT でブレを計測した。次年度には、2 回目の SPring-8 マイクロトモグラフィー実験を行い、3D 画像再構成、エッジレスポンス法による MTF (Modulation Transfer Function : 空間周波数とコントラスト応答の関数で分解能評価の指標) 計測、3D 分解能スケールによる空間分解能計測を実施した。これらを総合して空間分解能と実験条件の関係評価、最適なブレ条件を解明した。

3.2 デモンストレーター実験

球状黒鉛鋳鉄 (FCD370 相当 : 化学組成は Fe-3.4%C-2.6%Si-0.05%Mg-0.19%Mn-0.005%S-0.01%P) を供試材とした。1.6×1.6 mm² 断面の角柱状に切断後、角部にレーザー加工でノッチを導入した。疲労き裂伝播試験に先立って行った空間分解能の評価には、鋳鉄ではなくステンレス鋼 (SAF2507) を用いた。鋳鉄では、黒鉛やマイクロ組織で X 線が強く屈折してアーティファクトを生じ、空間分解能の計測が困難である。そのため、組織が非常に単純なステンレス鋼を用いた。ステンレス鋼表面には、予め粒径 0.5μm の炭化タングステン粒子を貼付した。疲労き裂伝播試験の試験片サイズは、0.6×0.6 mm² である。引っ張り軸方向の空間分解能を測定するため、予め引張方向に対して直角に先端半径 0.1 mm のノッチを放電加工で導入した。

X 線 CT による疲労破壊のその場観察は、特殊小型試験機を用いた。疲労試験では、最大荷重 520 N、最小荷重 52 N とし、周波数 15 Hz の正弦波を負荷した。荷重開始後、60,000、67,000、72,000 および 75,000 cycle で荷重を停止し、最大荷重で保持しながら 3D 画像を取得した。また、72,000 cycle 荷重後に 52, 208, 364, 520N の各荷重段階まで荷重後、順次歪みマッピング用の 3D 画像を取得した。

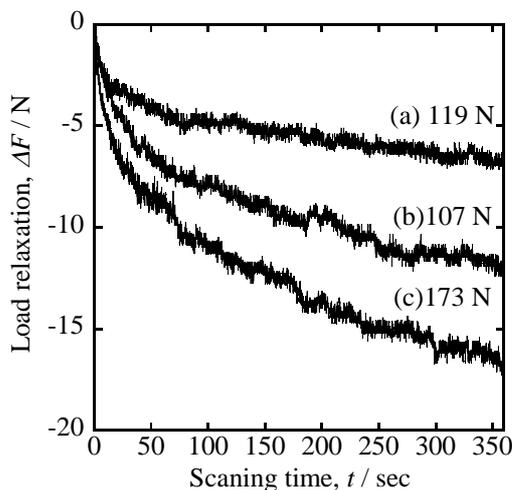


図3 SAF2507 製テスト試料の3つの荷重レベルにおける緩和挙動 : 初期荷重で (a) 119N, (b) 107N and (c) 173N

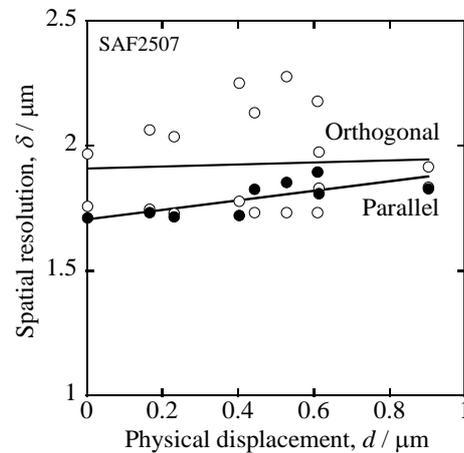


図4 空間分解能とブレ量の関係。SAF2507 試験片を用いた計測結果。図中、「parallel」とあるのは、荷重負荷方向と平行、「orthogonal」とあるのは、同じく垂直な方向を意味する

4. 研究成果

4.1 ブレと空間分解能の関係

撮像時のブレに関し、回転ステージによる不可避的なブレ、アクチュエーターによる人工的な振動、材料の緩和挙動によるブレの3種類を試行して、空間分解能の計測を行った。

その結果、回転ステージの Wobbling は、全く影響がないもの、非常に大きな Wobbling があるもの、分解能程度の Wobbling があるものなどが回転ステージの機構に依存して見られた。概してこれらの Wobbling は制御が難しく、同じ機構であっても Wobbling の程度は回転ステージ個体に依存すると考えられるため、制御に用いるのは不適であると結論された。

次に、アクチュエーターで人工的にブレをもたらす実験に関しては、空間分解能とブレ量の関係を求めることができた。アクチュエーターによる試験片単体の加振はシンプルであり、制御も容易であった。加振と分解能の関係も単純であった。しかしながら、総重量で数 kg にもなる、その場観察用特殊小型材料試験機を架載して加振するのは耐荷重的に問題な上、その場観察用特殊小型材料試験機に装着して過信した場合、試験片の標点間部分の振動は必ずしも単純ではなく、上下方向だけではなく左右方向など複雑な動きをすることが明らかになった。

これに対して、材料の緩和挙動によるブレと空間分解能の計測を行った結果を図3に示す。図3は、ステンレス鋼試料の撮像中に計測された、変位固定での試験片の応力緩和に伴う荷重の低下挙動を示したものである。緩和量は初期荷重 119N の時に最も小さく、173N の時に最大となった。いずれの場合も、荷重

後、変位を固定した直後から応力緩和により荷重が急激に低下し、時間が経つにつれて緩和量は徐々に小さくなる傾向が認められた。緩和挙動は緩やかではあるが、その制御は非常に容易であり、かつ X 線 CT の撮影時間と

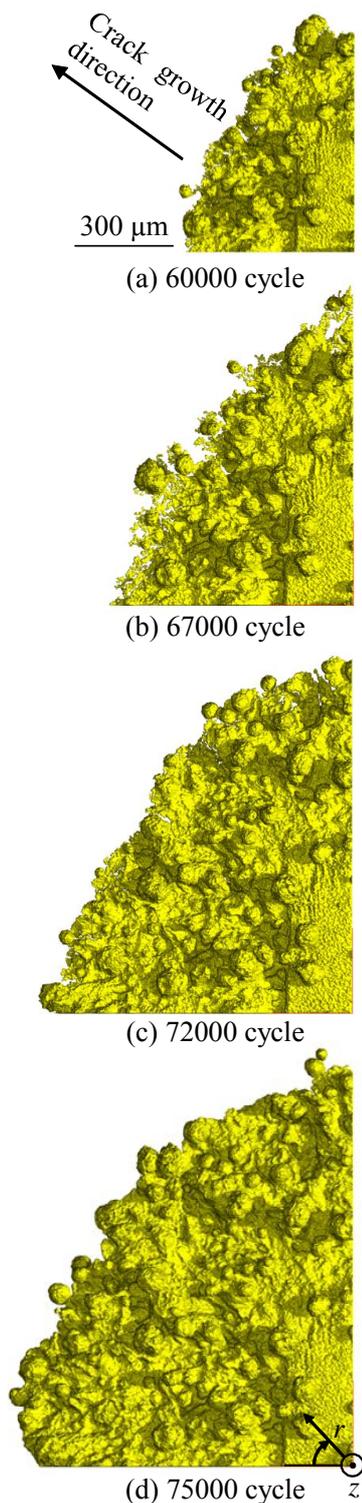


図5 3D 描画した疲労亀裂の上方からの俯瞰図。各図は、(a) 60000 cycle, (b) 67000 cycle, (c) 72000 cycle and (d) 75000 cycle で撮像したもの

も良く対応しているため、材料の緩和挙動によるブレを応用して空間分解能を評価するのが適当であると結論された。以下、その詳細を述べる。

図4に3D画像で計測した空間分解能と緩和による変位との関係を示す。一見して、測定位置によるばらつきが大きいことがわかる。しかしながら、引張軸と直交する方向では緩和による変位と分解能に有意な相関は見られなかった。一般に、この方向の空間分解能は、3D画像の回転中心で最も高くなり、外縁部で最も悪くなる。試料ステージの回転軸を中心とする円筒座標系を考えた時、回転中心から分解能測定位置までの距離を r 、撮像時の投影数を N とすると、円周方向のサンプリング間隔 λ は、 $\lambda = r \sin(180/N)$ となる。サンプリング間隔 λ は測定位置によって異なるが、標点間の直径が約 0.6 mm 角の標準的なシンクロトロン放射光 CT 用試験片では、サンプリング定理に基づく空間分解能の理論値は 0.8 ~ 1.8 μm と変化する。この値と図4の計測結果を比較すると、非常に優れた空間分解能が得られることが分かる。

一方、試験片の引張軸方向では、画像のサンプリング間隔は、検出器の画素サイズによって規定され、この実験の条件では、0.5 μm 程度となる。図4では、引っ張り軸方向で緩和による変位の増加とともに空間分解能が若干低下する傾向が見られるものの、その低下量は最大でも 0.18 μm 程度に留まっており、約 1 μm の理論空間分解能の 1/6 程度に過ぎない。これらの結果を総合すると、応力緩和による空間分解能の制御は容易であり、理論空間分解能とかなり近い高空間分解能が単純なセットアップと若干の予備実験により得られることが分かった。

以下には、従来は高空間分解能撮像が難しいとされた鉄系材料で疲労試験のその場観察を行い、その実用上の優位性をデモンスト

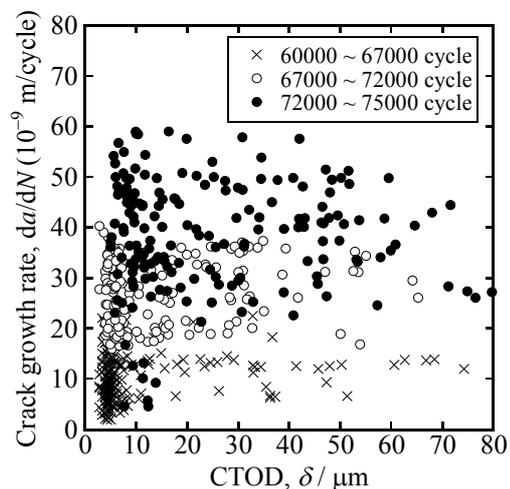


図6 CTOD とき裂進展速度の計測値の関係。いずれも各負荷サイクル段階の平均値として示している

レーター研究として検証する。

4.2 球状黒鉛鑄鉄の疲労き裂伝播挙動可視化への応用

図5に疲労き裂伝播挙動を3D描画したものを示す。き裂前縁はスムーズではなくジグザグであること、そして黒鉛とき裂の頻繁な合体が生じていることなどが高分解能観察により明瞭に分かる。試験片への繰り返し負荷開始後、60,000cycle程度までに試験片角部にコーナーき裂が発生し、それが徐々に進展している様子も明瞭に観察できる。

次に、図6は、各疲労サイクルにおけるき裂長さを計測し、角度 θ の関数として表示したものである。図中には、計測したき裂先端開口変位(CTOD)の分布も合わせて示している。図中のハッチング部分は、き裂先端が黒鉛と合体した領域を示している。これらの領域では、き裂先端にある黒鉛の存在により、局所的にCTODおよびき裂長さが大きく計測されている。これに加えて、き裂が黒鉛と合体した直後にき裂進展が減速、ないしは一時停止し、き裂長さが若干短くなる傾向が認められる。このように、高分解能での観察により、図5に示すような可視化だけではなく、より精密な定量的解析も可能であることが分かる。

また、図6に示すように、き裂進展速度も高精度に計測可能であり、図に示すように、特にCTODが $10\mu\text{m}$ 以下の場合にCTODとき裂進展速度に明瞭な比例関係が認められた。一方、CTODが $10\mu\text{m}$ 以上の領域は、き裂と黒鉛の合体による見かけのき裂進展速度が明瞭に計測できていることが分かるとなっている。

4.3 まとめ

鉄系材料でごく最近報告された、物理限界に近い高空間分解能での3Dイメージングを評価・検討した。負荷変位固定時の応力緩和に伴う局所変位の増加とともにブレが生じ、得られた実効空間分解能の絶対値が $1.8\sim 1.9\mu\text{m}$ 程度と、鉄系材料であっても各種4Dイメージングが充分高い空間分解能を担保できることが実証された。

次に、これを球状黒鉛鑄鉄の疲労き裂進展の3D/4D可視化および定量評価に用いた。複雑なき裂前縁形状や加減速の多い不規則なき裂伝播挙動が明瞭に可視化でき、またCTODやき裂伝播速度、材料内部の高密度歪みマッピング(本報告では割愛)なども可能になった。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

〔雑誌論文〕(計 1 件)

・清水一行, 戸田裕之, 山口森彦, 小林正和, J.-Y. Bufere, 上杉健太郎, 竹内晃久, 鈴木

芳生, 球状黒鉛鑄鉄における疲労き裂伸展, 日本鑄造工学会第162回全国講演大会, 山梨大学, (2013)

・ Hiroyuki Toda, Fukuto Tomizato, Ryo Harasaki, Dowon Seo, Kentaro Uesugi, Akihisa Takeuchi, Yoshio Suzuki, Masakazu Kobayashi, 3D/4D High Resolution Observation of Steels, The 8th Pacific Rim International Congress on Advanced Materials and Processing, Hawaii Waikoloa, (2013)

〔図書〕(計 0 件)

〔産業財産権〕
出願状況(計 0 件)

名称:
発明者:
権利者:
種類:
番号:
出願年月日:
国内外の別:

取得状況(計 0 件)

名称:
発明者:
権利者:
種類:
番号:
取得年月日:
国内外の別:

〔その他〕
ホームページ等

6. 研究組織

(1) 研究代表者 (戸田 裕之)

研究者番号: 70293751

(2) 研究分担者 (なし)

研究者番号:

(3) 連携研究者 (なし)

研究者番号: