



先端研究施設共用イノベーション創出事業【産業戦略利用】 フォトンファクトリーの戦略的産業利用

課題番号： 2007I006
研究責任者： 米山明男、(株)日立製作所基礎研究所
利用施設： 高エネルギー加速器研究機構 放射光科学研究施設 BL-15C
利用期間： 平成20年1月～12月

屈折コントラストX線イメージング法による有機材料評価の試み Observation of foaming polymer using diffraction-enhanced imaging

米山 明男¹、上田 和浩¹、平野 馨一²
Akio Yoneyama¹, Kazuhiro Ueda¹, Keiichi Hirano²

¹(株)日立製作所基礎研究所、²高エネルギー加速器研究機構
¹Advanced Research Lab. Hitachi, ²KEKPF

アブストラクト： 有機材料のより詳細な非破壊三次元観察および評価を目的として、屈折コントラストX線イメージング法による観察の可能性について検討を行った。本手法はX線がサンプルを透過する際に生じた屈折角を画像化する手法で、吸収による強度の変化を画像化する従来の手法に比べて10倍以上高感度である。電線の絶縁材料である発泡ポリエチレンを観察したところ、内部のポリマーと気泡を高精密に可視化することができた。密度分解能は 20 mg/cm^3 で、各ポリマー相を分離可能な分解能であることがわかった。また、空隙率、動径方向の密度プロファイル、および気泡サイズの算出なども可能で、定量的な評価にも適用できることがわかった。

Abstract: Aiming at fine non-destructive three-dimensional observation of soft materials, feasibility observation using diffraction-enhanced X-ray imaging (DEI) was performed. DEI detects the refraction angle caused by sample as image contrast, and its sensitivity is more than 10 times higher than that of conventional X-ray imaging. The obtained image of foaming polymers revealed a detailed inner structure consisting of air bubbles and the polymer surrounding them. The average air void percentages, density profile, and bubble's size were also quantitatively determined.

キーワード： 屈折コントラスト、有機材料、イメージング、発泡ポリマー

1. はじめに： サンプル内部を非破壊で可視化するイメージング法として、レントゲンやX線CTが医療や製品検査を始めとして様々な分野で広く利用されている。しかし、軽元素はX線に対してほとんど透明であるために、有機材料や生体軟部組織など軽元素で主に構成されたサンプルに対しては感度が低く、詳細に内部を観察することは難しかった。この問題の原理的な解決方法として、サンプルを透過した際に生じたX線の位相変化（位相シフト）を利用したイメージング法（位相コントラストX線イメージング法）が近年注目されている。位相シフトを与える散乱断面積は、吸収を与える散乱断面積に比べて3桁程度高いため、軽元素に対しても感度が高く、より短い測定時間、高い空間分解能、および高い密度分解能での観察が期待できる。これまでに上記イメージング法を用いて、主に生体サンプルの測定が行われ、その有用性

が確認されている。

上記手法を有機材料の評価に適用することができれば、より詳細な形状や密度の評価が可能になるだけでなく、使用するX線の高エネルギー化も可能なため、より大きなサンプルや、金属と組み合わせられた複合材料の非破壊観察・評価への適用なども期待できる。そこで、本研究では、上記イメージング法による有機材料観察および評価の可能性について検討を行った。具体的には、電線材料である発泡PE（ポリエチレン）を同手法で非破壊三次元観察し、内部に含まれる気泡とPEの各種物理量（密度、サイズ、分布）の解析を試みた。なお、位相シフトを検出する方法として、ここではより広い密度ダイナミックレンジの確保が可能な屈折コントラスト法（サンプルによるX線の屈折を下流に配置した結晶の回折を用いて検出する方法）を用いた。

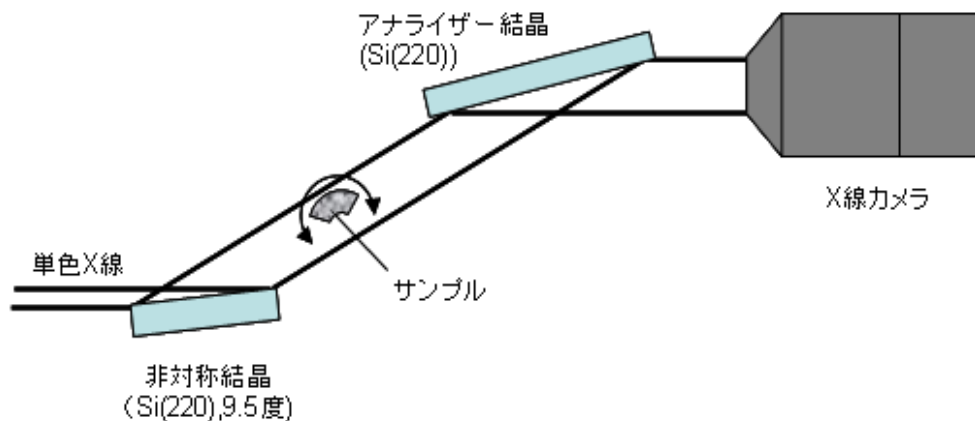


図1 イメージングシステムの概要

2. 実験： 本課題では、図1に示したイメージングシステムを新たに構築し(2008.2~3)、電線の絶縁材料である発泡ポリエチレンの観察(2008.6)を行った。

本システムにおいて入射したX線は、非対称結晶によりコリメート・拡大された後に、ホルダーで保持されたサンプルに入射する。サンプルを透過したX線は、精密回転ゴニオメータ上に設置されたアナライザー結晶で回折された後に、X線画像検出器に入射して検出される。使用したX線のエネルギーは17.8 keVで、検出にはファイバーカップリングのX線カメラ[1]を用いた。また、単色器、非対称結晶、及びアナライザー結晶の回折面としてSi(220)を用いた。なお、試料内部の密度差が比較的大きいために、測定にはアナライザー結晶を回転スキャンし、

各角度で得られた画像からサンプルによって生じた位相シフト算出する計測方法[2]を用いた。

サンプルには、高周波同軸ケーブル(LHPX)の絶縁体である高発泡ポリエチレンを用いた。製品の状態では、外部導体(銅コルゲート)内にあり今回使用したX線のエネルギーでは、X線が透過しないために、絶縁体部分のみ取り出して観察を行った。

3. 結果および考察： 図2に得られた発泡ポリエチレンの三次元ボリュームレンダリング像を示す。測定に要した時間は約2時間である。内部の発泡した気泡を明瞭に可視化できていることがわかる。背景領域において、密度分解能を評価した結果、約30 mg/cm³であり各ポリマー相を分離可能な分解能が得られていることがわかった。(但し、本測定で使用したポリマーは

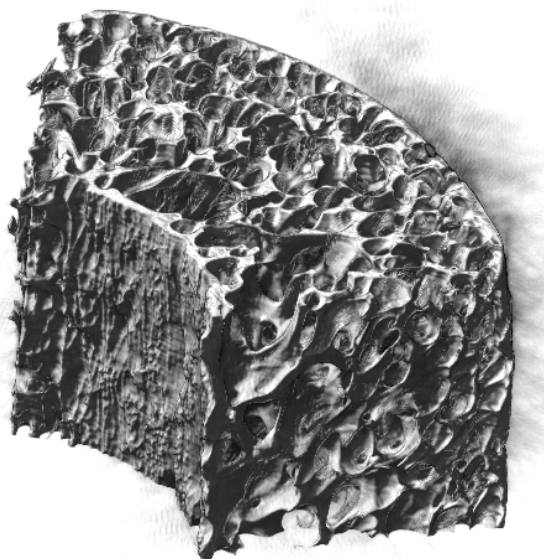


図2 発泡ポリマーのボリュームレンダリング像

各相の領域が 10 nm 程度でブレンドされているために、空間分解能の不足により分離できていない。) また、空隙率を計算した結果、75%で、質量と体積の計算から得られた値 (70%) とほぼ一致した。

図 3 には、製造条件が異なるポリマーを観察した結果 (断面像) を示す。気泡サイズが大きく異なっていることがわかる。定量的にサイズを計算した結果、各々 200 ミクロン (左図) および 370 ミクロン (右図) であることがわかった。また、動径方向の密度プロファイルを計算した結果、気泡のサイズが大きく異なるにも関わらず、平均的な密度はほぼ同じであることがわかった。

4. まとめ: 以上の結果から、屈折コントラスト法は有機材料の観察および定量評価に有用であることがわかった。今後、本手法を用いることにより、非破壊、三次元、かつ高密度分解能で電線の絶縁材料の評価等が可能になり、製品の信頼性向上や、製造プロセスの改善に大いに役立つものと考えられる。また、絶縁材料のみならず、各種の有機材料への適用も期待できる。

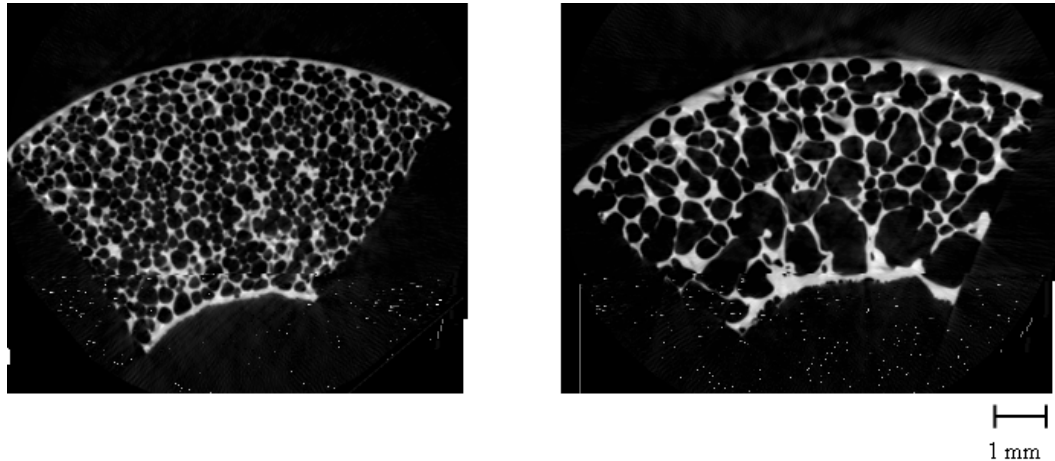


図 3 製造条件の異なる発泡ポリマーの断面像

参考文献

- [1] A. Yoneyama, et al., JJAP 46, 1205 (2006)
- [2] I. Koyama, et al., JJAP 44, 8219(2005)

成果発表状況:

学会および論文発表

- (1) 米山明男他、屈折コントラスト X 線イメージング法による発泡ポリマーの観察、イノベーションつくば 2008 (2008)
- (2) 米山明男他、屈折コントラスト X 線イメージング法による発泡ポリマーの観察、第 26 回 PF シンポジウム 2009)
- (3) A. Yoneyama, et al., High-density resolution imaging of soft materials using X-ray diffraction enhanced computed tomography, Appl. Phys. Lett., 投稿中

新聞発表

- (1) 2009 年 3 月を予定。

