

# 温度制御下での位相コントラスト X 線 CT 測定 低温条件下におけるガスハイドレートの三次元観察

竹谷 敏

産業技術総合研究所・物質計測標準研究部門

軽元素は、最近のエネルギー材料や環境材料に不可欠の構成元素となっており、マイクロ～マクロスケールでの挙動の解析の重要性が高まっている。材料中の軽元素の分布や挙動の直接観察により、材料特性の解明や新たな材料開発にブレークスルーをもたらすことが期待できることから、X 線 CT などその場観察手法が期待されている。水は、最も身近な軽元素で構成される物質の一つであり、X 線 CT における X 線吸収（および CT 値）の基準の物質として用いられている。一方、水は温度変化により、20℃で 0.9982 g/cm<sup>3</sup>、3.984 °C で 1.0000 g/cm<sup>3</sup> と密度変化し、水が凍結し氷になると密度（0 °C のとき 0.9167 g/cm<sup>3</sup>）は液体の水よりも小さくなる。温度変化にともなう水の相変化や密度変化は、身近な現象であるにも関わらず、X 線 CT による現象の観察はほとんど行われてこなかった。これは、一般に用いられている吸収コントラスト型 X 線 CT 測定では、温度変化にともなう水の密度変化を検出するだけの感度は得られず、水と氷の識別も容易ではないことが要因の一つである。

X 線イメージング技術として普及している「吸収コントラスト法」は X 線が物質を透過する際に生じる X 線透過率の差を検出し、「位相コントラスト法」は X 線が物質を透過する際に生じる位相シフトを利用している。位相コントラスト法は、吸収コントラスト法よりも軽元素で構成される低密度な物質に対し、特に高エネルギー領域の X 線を利用することにより、高い密度分解能での測定が可能である。従って、位相コントラスト X 線 CT 測定により、材料やデバイスがその機能を発現する温度環境下での可視化技術の開発は重要である。我々は、位相コントラスト法の中でも特に密度変化に対する感度が高い「X 線干渉法」と、密度に対するダイナミックレンジの広い「屈折コントラスト(DED)法」を用い、位相コントラスト X 線 CT 法による温度制御下での軽元素材料の三次元可視化に取り組んでいる。位相コントラスト X 線 CT 法は試料の温度変化などに対して敏感であり、特殊環境下での測定への応用は困難であった。これまでに、専用の温調装置の開発により、温度-80℃～+95℃までの条件下における位相コントラスト X 線 CT 測定が可能になっている。

今回の発表では、氷と同様に水分子の水素結合ネットワーク中にメタンや二酸化炭素などのガス分子を取り込むガスハイドレートに関し、これまでの研究成果について紹介する。ガスハイドレートは取り込む分子の種類により異なるものの、一般に密度は 0.9～1.1g/cm<sup>3</sup> 程度で、水や氷と同程度である。このため、ガスハイドレートと水や氷とを識別することは、吸収コントラスト X 線 CT では困難であった。位相コントラスト X 線 CT 測定は、35 keV の単色の放射光を利用することにより、非造影で水や氷と共存するガスハイドレートを可視化することの可能な唯一の非破壊観察手法となっている。また最近の研究では、高压容器内でのガスハイドレートの可視化も可能であることが示され、今後の応用利用が期待されている。

本研究の結果は、高エネルギー加速器研究機構、日立製作所、北里大学、九州シンクロトロン光研究センター等との共同の成果であり、高エネルギー加速器研究機構放射光施設の課題（課題番号 2016G666 他）のもと実施してきた。