

## 固体燃料ロケット推進薬のX線CTにおける輝度ヒストグラム分析

著者	山口 聡一郎
雑誌名	理工学と技術 : 関西大学理工学会誌 = Engineering & technology
巻	23
ページ	27-31
発行年	2016-11-30
その他のタイトル	An analysis of a brightness histogram of X-ray computed tomography of solid rocket motor propellants
URL	<a href="http://hdl.handle.net/10112/10715">http://hdl.handle.net/10112/10715</a>

## 固体燃料ロケット推進薬の X 線 CT における 輝度ヒストグラム分析

山 口 聡一朗\*

### An analysis of a brightness histogram of X-ray computed tomography of solid rocket motor propellants

Soichiro YAMAGUCHI

#### 1. はじめに

宇宙航空産業の発展に向けて商業利用を目的とした固体燃料ロケット・ブースターの低コスト製造化の技術研究が世界各国で進められている。多様な通信衛星や地球観測衛星を数多く打ち上げることで、世界の産業経済が今後大きく変わることが予想される。世界中どこでも携帯電話やインターネット通信ができる全地球情報ネットワーク、自動車・航空機・船舶など陸海空のあらゆる旅客輸送機の全自動運転化、マッハ2～6の超音速で大気圏外を航行する超高速旅客輸送システム、大規模農場や土木工事現場が衛星画像によって常時監視され、農業機械・重機が全自動で現場作業する等、産業輸送機械がネットワークを経由して自動制御され、ビックデータと融合する、世界規模で人と物の動きがより速く活動してグローバル化の流れがより一段と加速して新しい産業経済の形が誕生する。こうした宇宙航空産業の大きな発展を支える基幹技術の1つが、大きな推力が得られて取扱いが容易な固体燃料ロケットである。日本の主力ロケットを用いて人工衛星を打ち上げる場合、その費用は液体燃料ロケットで100億円、固体燃料ロケットで50億円の巨大な費用が掛かる。民間企業で商業衛星の高頻度打ち上げをするには、その費用を現在よりも1～2桁も小さく抑える必要があり、ロケット製造工程とその基本的考え方を抜本的に見直す必要がある。

現在使用されている固体燃料ロケット推進薬の中で最も代表的なものが AP/HTPB 系コンポジット推進

薬である。この推進薬は、燃料剤・結合剤として末端水酸基ポリブタジエン (HTPB) という無色透明の合成ゴムが使用される。これに酸化剤として過塩素酸アンモニウム (AP) という硬質の白色粒子を多量に添加し、ポリブタジエンで粒子間を結合する。その他に燃焼速度を高める金属燃料としてアルミニウム粉末 (Al) や各種添加剤が配合される。酸化剤 AP 粒子が稠密に詰まる隙間をポリブタジエン HTPB が埋め、酸化剤粒子がバラバラにならないように固められたものが AP/HTPB 系コンポジット推進薬である。これはポリブタジエン・アルミ粉末・添加剤が混ざり合った分散媒の中に、AP 粒子がぎっしり詰まった粒子分散系とみなせる。本質的には不均一な物質系である。固体燃料ロケットの大きな比推力と優れた軌道投入精度を両立して得る、気泡混入や空隙発生を抑えて異常燃焼や爆発が起きない確かな信頼性を得るには、AP/HTPB 系コンポジット推進薬における燃焼特性の均一化が求められる。燃焼特性を最も大きく左右するのは酸化剤 AP 粒子である。AP の粒子分散、異なる粒子径の空間分布、粒子形状、粒子配向等が燃焼特性を大きく変える。本研究では X 線 CT 撮像によって AP/HTPB 系コンポジット推進薬における粒子分散を定量評価する方法を提案する。X 線 CT 画像における輝度と画素数 (セル数) を集計した輝度ヒストグラムは、構成粒子の分散に応じてその分布曲線を変化させる。推進薬原料の配合比率から理想とする分布曲線を描画し、推進薬スラリの各部分における分布曲線との相違を比較すれば、AP 粒子分散の均一性を定量評価できることを見出した。

原稿受付 平成28年9月9日

\*システム理工学部 物理・応用物理学科 准教授

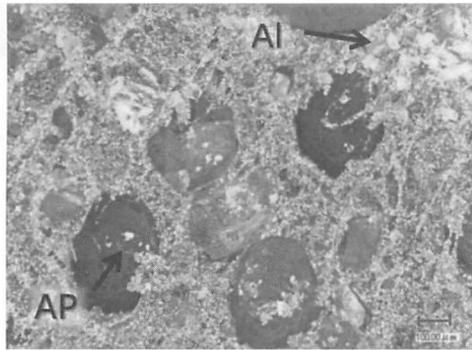


図1 AP/HTPB系コンポジット推進薬の断面写真

## 2. X線CT撮像による推進薬捏和度の分析

X線CTの輝度ヒストグラムから固体燃料ロケット推進薬の粒子分散を統計的に分析する方法を考案した。推進薬内部におけるAP粒子の可視化に成功した研究<sup>[1]</sup>が報告されるようになり、有効な画像診断法として認められつつある。CTは本来、測定物体内部の輪郭・形状を可視化する技術であるが、X線吸収の強さを画素の輝度として表示するので、輝度には成分組成の情報が含まれている。X線CT画像において各輝度に対するセル数を集計したものを輝度ヒストグラムという。輝度ヒストグラムはX線CT画像の表示機能の一部に利用されている。図2に示すように輝度の明るい範囲を指定して表示色を変えて強調表示する(図2左)、あるいは、画像表示させたい部分だけを抽出表示(図2右)する際にこの機能が用いられる。本研究では、本来はCT画像表示の不良現象である部分体積効果を積極的に利用することで、輝度ヒストグラムからAP系コンポジット推進薬内部における空隙の存在の有無やAP粒子の粗密を診断する方法を提案する。これにより、AP系コンポジット推進薬(液体と粒子が混ざる複雑な系)における粒子分散や空隙に関する統計的分析が可能になる。

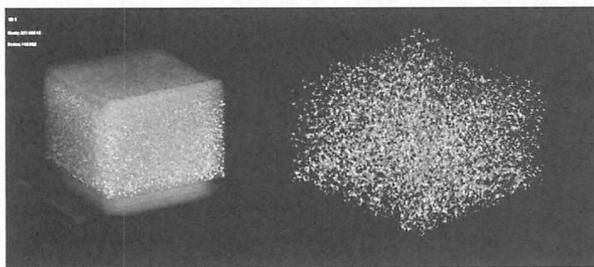


図2 模擬推進薬のX線CT画像。輝度ヒストグラムを使ってX線吸収が強いガラスビーズのみを強調表示。

## 3. X線CTにおける輝度の絶対較正

推進薬のX線CT撮像にX線顕微鏡 nano3DX(株式会社リガク)を使用した。測定条件は管電圧40kV、管電流30mA、画素数3,300×2,500pixel、画素サイズ0.27~4.32μm/pixel、ダイナミックレンジ16bitである。ターゲット電極が銅(Cu)であるため、X線エネルギー8keVの特性X線が光源となる。推進薬試料は、過塩素酸アンモニウム(AP)粒子(粒径φ400,200,50μm)、アルミニウム(Al)微細粉末(粒径φ5μm)、末端水酸基ポリブタジエン(HTPB)の各成分をそれぞれ重量比率AP68%、Al18%、HTPB14%で配合して捏和し、硬化剤を入れて作製した<sup>[2]</sup>。nano3DXは生体組織用CT装置であるため、照射X線エネルギーが非常に低くX線透過が弱い。図3に示すように、推進薬試料を外寸20mm×20mm以内、厚さ1mm以内と薄く小さく加工し、CT画像輝度の較正材料と一緒にラミネートパックすることで、低エネルギーX線源でもX線CT撮像を可能にした。なお一般的な工業用X線CTは、高い管電圧90~230kVによる高エネルギーX線を使うので、X線透過には優れるが連続X線が光源となるため、CT装置特有のビームハードニング(線質硬化)現象を生じて、輝度の絶対較正を難しくする。

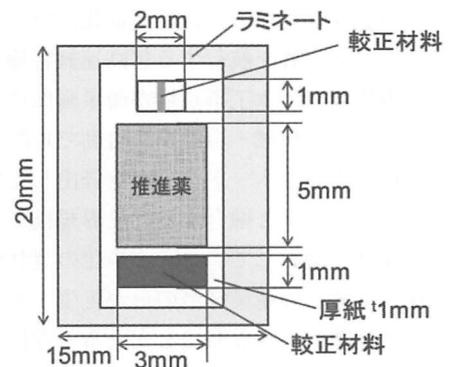


図3 X線CT撮像用の推進薬試料の作製

CTの輝度は各セルにおける線吸収係数 $\mu$ (/cm)を示す。図4のように入射強度 $I_0$ のX線が、長さ $\Delta x$ 、線吸収係数 $\mu$ の様なX線吸収物体の中を透過すると、透過強度 $I$ は次式(1)で表される。

$$I = I_0 e^{-\mu \Delta x} \quad (1)$$

式(1)を変形すると次のように線吸収係数 $\mu$ が得られる。

$$\mu = \frac{-\ln(I/I_0)}{\Delta x} \quad (2)$$

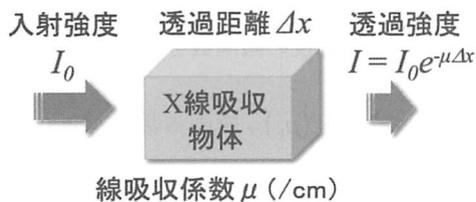


図4 X線吸収とCT画像輝度との関係

$\Delta x$ をセルの一辺長さに選ぶと、各セルの輝度が線吸収係数 $\mu$ となる。セルに含まれる構成物質の体積分率とX線吸収特性に応じて、そのセルが示す線吸収係数 $\mu$ すなわちX線CT画像の輝度が決まる。そのためCT画像に内部形状の輪郭が見えなくても、セルの輝度には構成物質の情報が含まれている。画像の平均輝度(平均線吸収係数) $\bar{\mu}$ 、各成分の輝度(線吸収係数) $\mu$ 、各成分の体積分率 $\rho$ の関係は式(3)で表される。

$$\bar{\mu} = \rho_{AP}\mu_{AP} + \rho_{Al}\mu_{Al} + \rho_{HTPB}\mu_{HTPB} \quad (3)$$

推進薬の各成分の体積分率 $\rho$ に応じた平均輝度 $\bar{\mu}$ が各セルに表示される。これを部分体積効果<sup>[3]</sup>という。ここで図4に示すように模式的に2つのAP粒子を捉えたCT画像について考える。セルサイズを小さく指定した場合(図5左)、部分体積効果によってAP粒子の輪郭線が少しぼやけるものの、高い空間分解能を持つためAP粒子の位置形状がおおよそ見える。一方、セルサイズを大きく指定した場合(図5右)、部分体積効果がさらに強く表れて、粒子全体がぼやけて位置形状さえ判別できなくなる。しかし、各セルの輝度には上式(3)に従ってセル内の推進薬成分の構成情報が含まれている。このようにCT画像に内部形状が見えなくても、本来はCT画像の不良現象である部分体積効果を積極的に利用して、輝度ヒストグラムの分布形から推進薬の成分を統計的に分析することができる。

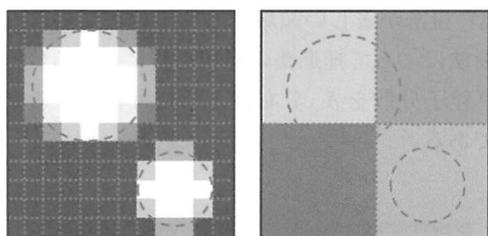


図5 セルサイズの指定が異なる場合のCT画像  
(左:セルサイズ小、右:セルサイズ大)

#### 4. AP系コンポジット推進薬の輝度ヒストグラム

輝度ヒストグラムにおいてAPと分散媒(HTPBとAlの混合)の2つの分布が重なる。図6に推進薬の

X線CT画像(左図)とその輝度ヒストグラム(右図)を示す。CT画像内において明るい多角形に見えるのはAP粒子であり、その周囲にあるやや暗い領域が分散媒である。Al微細粉末の輪郭は明確には映っていないが、部分体積効果によって各セルの輝度に寄与している。APと分散媒の各分布はガウス分布で良く近似でき、先行研究の結果とも合致する<sup>[1]</sup>。輝度ヒストグラムにおける各分布の面積は各成分が占めるセル数に等しく、各成分の体積分率に比例する。推進薬が完全に同様であれば、この比率は推進薬の原料配合比から決まる。また、推進薬全体の輝度ヒストグラムはAPと分散媒の両分布の重ね合わせと一致する。このように輝度ヒストグラムの分布曲線はAPや分散媒の体積分率の情報に含まれている。

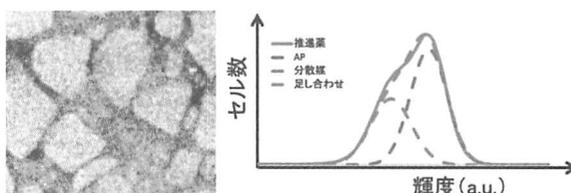


図6 推進薬のX線CT画像(左)と輝度ヒストグラム(右)

APの空間充填率が低くなると、AP分布がより低くなだらかになる。APの空間充填率が異なる3つの領域(空間充填率はそれぞれ95%、77%、48%)の輝度ヒストグラムを図7に示す。各指定領域の面積(セル数)が等しくなるように設定し、輝度ヒストグラムにおける分布曲線の面積を一定に保つ。そのためAPの空間充填率が下がると、高輝度側のAP分布のピーク高さが下がり、低輝度側の分散媒分布のピークが上昇することになる。

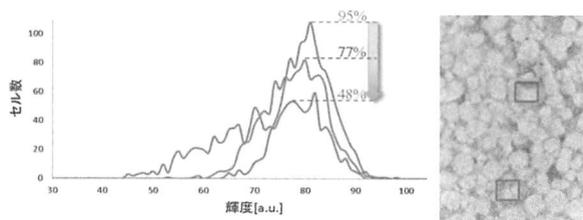


図7 APの空間充填率による輝度ヒストグラムの相違

輝度ヒストグラムの低輝度側において気泡の存在を判断できる。図8はCT撮像断面の深さを僅かに変えることによって、気泡を含む撮像断面(左)と、気泡を含まない撮像断面(右)を選択したものであり、それぞれの輝度ヒストグラムを図9に示す。気泡が含まれていると点線で示される低輝度側に分布が現れる。

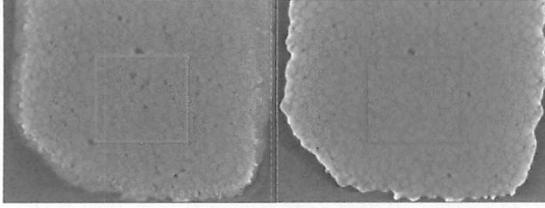


図8 撮像断面の深さが僅かに異なる推進薬のCT画像  
左：気泡を含む撮像断面、右：気泡を含まない撮像断面

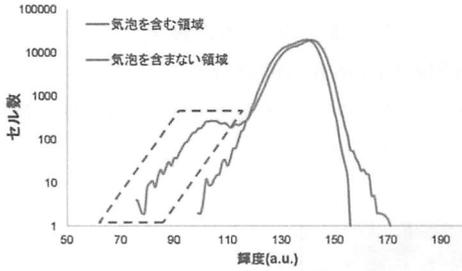


図9 気泡の存在有無による輝度ヒストグラムの違い

物理的には気泡のX線吸収係数 $\mu$ （輝度）は本来0であるべきだが、CT再構成において逆投影法を使う都合上、物質が存在しない領域のセルにも輝度を与える。輝度の絶対較正を確実にするため、X線CT撮像の試料に複数の輝度較正材料と空気層を設定して、推進薬試料と同時撮像する必要がある。推進薬の品質検査としてX線CT診断を導入すると、燃焼特性を左右するAP粒子の分散や、ロケットモーターの安全性・信頼性に関わる気泡の混入等について定量的に評価できるようになる。

### 5. 材料配合比から理想的な輝度ヒストグラムが得られる

原材料の線吸収係数 $\mu$ と体積分率 $\rho$ から理想的な粒子分散に対する輝度ヒストグラムを算出できる。先行研究<sup>[1]</sup>と同様に本研究からもAP系コンポジット推進薬の輝度ヒストグラムがAP粒子のガウス分布と分散媒のガウス分布の足し合わせで表される。したがって推進薬の理想曲線 $f_{calc}(\mu)$ は次式(4)で表される。

$$f_{calc}(\mu) = A_{AP} \exp\left(-\frac{\mu - \mu_{AP}}{\sigma_{AP}}\right)^2 + A_{分散媒} \exp\left(-\frac{\mu - \mu_{分散媒}}{\sigma_{分散媒}}\right)^2 \quad (4)$$

係数比 $A_{AP} : A_{分散媒}$ は、原料の体積分率比から求められる。各成分の線吸収係数 $\mu_{AP}$ 、 $\mu_{分散媒}$ とその標準偏差 $\sigma_{AP}$ 、 $\sigma_{分散媒}$ は、各成分の単体試料を用いてX線CT撮像実験により得られた実測値を使用する。また、輝度ヒストグラムの分布曲線の面積（セル数）は各成分の体積分率 $\rho$ に比例しているため、次式(5)に示

す画素数の関係式から $A_{AP}$ と $A_{分散媒}$ が決まり、各分布の高さが求まる。輝度の階調数を $N$ とおくと

$$\sum_{k=1}^N f_{calc}(\mu_k) = \text{総画素数} \quad (5)$$

式(4)、(5)をもとに算出した推進薬の理想曲線、APと分散媒の各分布、異なる5つの領域の推進薬における輝度ヒストグラムを重ねてプロットしたものを図10に示す。理想曲線と実測分布は分布形状が非常に良く一致しているが、現状ではまだ理想曲線が全体的に低輝度側へ僅かにずれており、この原因を見つけて理想曲線を補正することが早急の課題である。

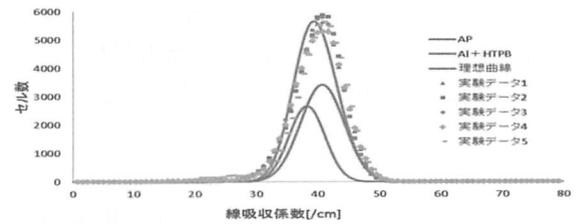


図10 推進薬の理想曲線と実測データ分布

輝度ヒストグラムにおいて、理想曲線 $f_{calc}(\mu)$ と実測曲線 $f_{exp}(\mu)$ の差から平均自乗誤差 $\delta$ を求め、粒子分散を定量評価できる。平均自乗誤差 $\delta$ は次式(6)より求められる。

$$\delta = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{k=1}^N \{f_{exp}(\mu_k) - f_{calc}(\mu_k)\}^2} \quad (6)$$

CT画像内を小領域 $(i, j)$  ( $i, j = 1, 2, \dots$ )に区分し、各小領域において平均自乗誤差 $\delta_{ij}$ を計算してマッピングすると、粒子分散のパラつきを画像表示できる。図11は推進薬のCT画像(左)とその平均自乗誤差 $\delta_{ij}$ をマッピングしたもの(右)である。理想曲線との差が大きいほど明るく表示される。気泡が含まれたり、AP粗密が著しい領域ほど明るい。このような画像診断法によって推進薬の捏和過程における気泡混入やAP粒子分散を $\delta_{ij}$ 分布図として可視化することが容易である。

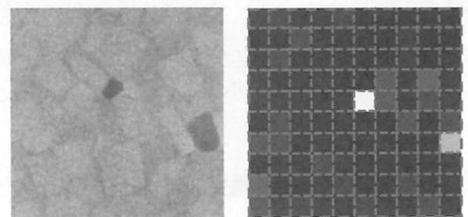


図11 理想曲線からのずれを示す平均自乗誤差 $\delta_{ij}$ マッピング(左：CT画像、右： $\delta_{ij}$ 分布図)

## 6. おわりに

AP系コンポジット推進薬のX線CT診断において部分体積効果を積極的に利用することで、AP粒子の空間充填率や気泡混入等の推進薬内部における粒子分散を定量的に評価できる。推進薬の原料成分の体積分率 $\rho$ と線吸収係数 $\mu$ から輝度ヒストグラム上における理想曲線が描ける。理想曲線と実測分布を比較した平均自乗誤差 $\delta_{ij}$ 分布図から、推進薬の粒子分散や空隙率を容易に可視化できる。

### 〈謝辞〉

X線顕微鏡 nano3DX の使用でお世話になりました  
関西大学 化学生命工学部 電気化学研究室の山縣雅紀  
准教授、および、山本博文研究員に感謝申し上げます。

### 参考文献

- [1] 長谷川宏, 他, “固体推進薬内部の AP 粒子分布の可視化”, 平成21年度 宇宙輸送シンポジウム講演集録 (2010)
- [2] プロペラント専門部会, 「プロペラント・ハンドブック」, 社団法人 火薬学会 (2005)
- [3] 山口功, 他, 「放射線技術学シリーズ CT 撮影技術学 (改訂 2 版)」, オーム社 (2005)