

研究論文

シンクロtron光を用いた屈折コントラスト X 線 CT 撮影 技術の構築

村井崇章^{*1}、野本豊和^{*2}、杉本貴紀^{*3}、杉山信之^{*2}、小久保弘樹^{*2*3}

Establishment of the X-ray Computed Tomography System with the Refraction Contrast Method at Aichi Synchrotron Radiation Center

Takaaki MURAI^{*1}, Toyokazu NOMOTO^{*2}, Takanori SUGIMOTO^{*3},
Nobuyuki SUGIYAMA^{*2} and Hiroki KOKUBO^{*2*3}

Research Support Department^{*1~3}

X 線 CT 技術は、非破壊で試料の内部構造を観察可能な技術として、近年非常に注目されている。しかし、密度差の小さい材料系ではその差が識別できないことが大きな課題となっている。本開発では、あいちシンクロtron光センター県有ビームライン BL8S2 に屈折コントラスト法による X 線 CT 撮像システムを構築し、酒米の心白構造など従来の X 線 CT 技術では識別が困難な試料系に対する可視化を可能とした。

1. はじめに

X 線 CT 撮影は、物質の内部構造を非破壊で観察できる技術として、近年注目を集めている。従来は医療分野で人の体内の病巣位置の特定などに利用されてきたが、工業材料へも応用されるようになってきている。例をあげると、炭素繊維強化プラスチック(CFRP)では、内部の炭素繊維がどのように配向しているのかに関心があるが、直径数 μm 程度の非常に微細な繊維であるため、撮像系に非常に高い分解能が求められていた。近年ではX線源や検出器の発達により、高い分解能をもつことから CFRP のような材料系での X 線 CT 撮影が可能となっている。

しかし、どのような材料でも観察可能というわけではなく、適用が難しい条件もある。X 線 CT 撮影では、得られる像の濃淡は、X 線の通り抜けやすさ(透過能)に依存するため、特に密度差が非常に小さな材料系では透過能に差がなく識別は困難となる。例えば、二次電池材料で利用される Li イオンバッテリーでは、金属 Li の析出に関心があるが、Li は軽元素であるため、非常に密度が小さく、大気などとの区別が困難であることから、現在では断面観察などの破壊分析で確認するほかない。それ以外にも、基本的に炭素、酸素などで構成されている有機材料系などでは、CFRP の炭素繊維、樹脂のように大きな密度差を持った構造、あるいは元素組成が大きく異なる組織構造をもつものを除いて、構造

の識別が困難な場合が多い。

研究開発の分野では、こうしたわずかな密度差の材料系における 3 次元での構造情報が必要とされていることから、本開発では、「知の拠点あいち」重点研究プロジェクトⅢ期「シンクロtron光と先端計測技術によるモノづくり産業の加速」というテーマのもと、県内企業と大学、行政との連携によって開発を実施した。

このテーマでは、X 線 CT 技術の課題を解決する方法として、位相コントラスト法による X 線 CT 撮影を用いた。この方法は、X 線が物質を透過する際に生じる位相変化を増幅、画像化させることで、微小な密度差の材料系においても顕著な差として識別可能とする技術である。位相変化を強度情報に変換させる方法としては、X 線による干渉を用いる方法や回折格子を用いる方法などいくつか種類があるが、本開発では、アナライザ結晶を用いた屈折コントラスト法を採用した(図 1(c))。

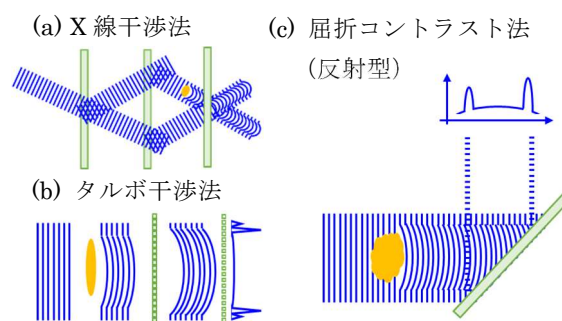


図 1 位相コントラスト法の種類

^{*1} 共同研究支援部 シンクロtron光活用推進室(現あいちシンクロtron光センター) ^{*2} 共同研究支援部 シンクロtron光活用推進室 ^{*3} 共同研究支援部 計測分析室

この X 線 CT 撮影システムをあいしシンクロtron光センターに整備・活用することで、先に挙げた産業界での研究開発における課題を解消、それによる企業の技術開発の促進を目的に開発を行った。

本報告においては、研究課題の一つとして酒米の CT 観察を行った結果を報告する。酒造りに適した米の特徴として、粒が大きく、たんぱく質の含有量が低いことに加えて、心白発現率が高いことが挙げられる。心白は、米の内部にできた隙間の大きな構造で、柔らかく麹菌の入りやすい特性などから、酒造りで非常に重要な要素となっている。しかし、この心白構造は、断面の観察などのみで評価されており、空間的な分布や体積などについての知見はないことから、本開発での可視化を試みた。

2. 実験方法

2.1 屈折コントラスト法 X 線 CT 撮影システムの構築

本開発は、名古屋大学砂口准教授の有する従来の研究シーズリを基に装置の設計を行い、Aichi SR ビームライン BL8S2 に X 線暗視野を用いる屈折コントラスト X 線 CT (XDFI-CT) 撮影システムの構築を行った。

装置構成としては、既設の非対称モノクロコリメータ結晶(Si(111)結晶、非対称角:5.52deg)と X 線検出器(浜松ホトニクス製 X 線 CMOS カメラ C14120-20P)に加えて、新設の角度分析板として配置したラウエ型 Si(111)結晶(直径 40mm の円形、厚さ 72 μ m)と光学機器毎の位置調整用の神津精機製ゴニオメーターを用いた。

図 2 に装置構成の模式図を示す。本 X 線撮影システムでは、BL8S2 の二結晶分光器で分光された X 線を、Si の非対称モノクロコリメータで拡大・平行化させ、アクリルの筒からなるサンプルホルダに照射し、屈折・透過した X 線を Si のラウエ型アナライザ結晶により屈折角度を強度に変換し X 線カメラにて撮像する構成となっている。

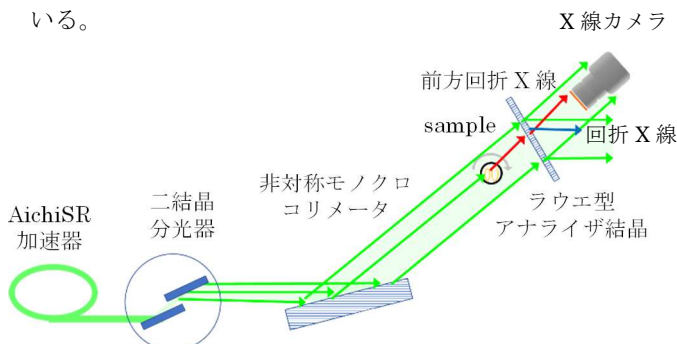


図 2 XDFI-CT 撮像システムの模式図
(高コントラスト撮像系)

また、前述の装置構成の場合は、高感度・高コントラストの撮像が可能となるが、様々な屈折率を持つ材料系の測定の際には、撮像法のダイナミックレンジを超えて

しまうことで、再構成後のコントラストの低下、アーティファクトの発生が起きてしまう。そこで、高すぎるコントラストを抑制した装置構成にすることで、密度差の大きな試料に向けた装置構成の検討も行った。図 3 に、コントラストを抑制した装置構成の模式図を示す。基本構成は同じであるが、非対称モノクロコリメータによる拡大・平行化を行わず、直接サンプルに X 線を照射する構成となっている。

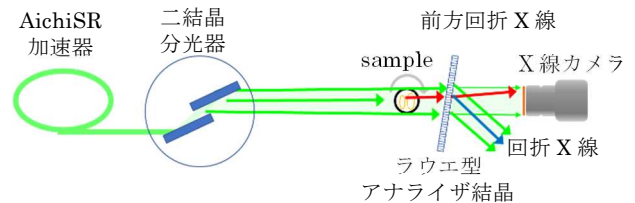


図 3 XDFI-CT 撮像システムの模式図
(低コントラスト撮像系)

2.2 測定用試料の作製

XDFI-CT 撮像システムでわずかな密度差の試料を観察するためには、測定視野内に極端に大きな密度差が生じないように工夫する必要がある。今回対象とした米は、デンプンを主とした有機物で構成されていることから、試料は、アクリルのサンプルホルダに、デンプンと密度差の近いアガロースゲルを充填し、そこに試料を埋没させて測定を行った。アガロースゲルは、純水 100ml 中にアガロースを 1g 加え、100℃で加熱しながら溶解させた。この際、ゲル内に空気層が入らないようにゲルが固まる直前に試料を入れた(図 4)。使用した試料は、酒米として山田錦を、比較対称の粳米としてコシヒカリを用意した。特に酒米は、精米した状態では、吸水により容易に割れが入ってしまうため、どちらも玄米の状態の米を用いた。

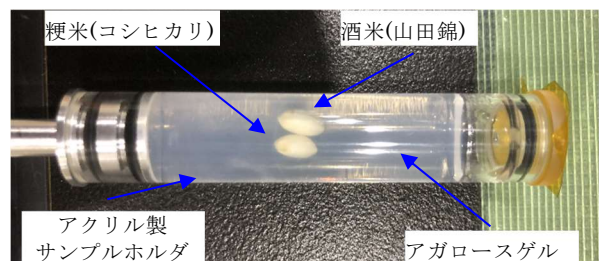


図 4 XDFI-CT 測定用サンプル

2.3 XDFI-CT 撮像システムによる測定

今回測定する試料は、密度差の小さな試料系であるため、高コントラスト撮像系の配置で測定を行った。アナライザ結晶の角度は、試料がない状態で前方回折 X 線の強度が 0 になるように調整を行った。

CT 測定条件として、入射 X 線は 20keV、試料を 0~360deg 回転させながら、露光時間 5 秒で、2000 枚

CT 投影像の撮影を行った。

3. 実験結果及び考察

3.1 XDFI-CT 撮像システムの分解能の評価

本装置の空間分解能は、X 線マイクロチャート(JIMA 製 RT RC-02B、黒線部タングステン、白色部 SiO₂)の測定を行い、評価を行った。チャートには縦横に線幅を変えた細線が描画されているため、X 線の投影像で認識できる線幅を調べることでより分解能を確認することができる。図 5 に測定に用いた X 線マイクロチャートの模式図と分解能の評価で用いた領域の拡大図を、図 6 に実際に CT 撮像システムで撮影した 4 μ m ならびに 2 μ m の線幅の X 線チャートの投影像を示す。今回構築した CT 撮像システムは、製作可能なラウエ結晶の厚みを元にシミュレーションを行った結果の空間分解能を目標値としているが、高分解能仕様の装置構成では縦 2 μ m、横 4 μ m 程度の分解能となり、目標としていた 3 μ m 以下の空間分解能を概ね達成することができた。縦方向と横方向の分解能の差は、BL8S2 の光学系に由来するもので、横方向はシンクロtron 光自体の発散角に起因するものであるのに対して、縦方向は設置した非対称モノクロリメータなどでシンクロtron 光を分光・平行化させていることから、若干分解能がよくなっていると考えられる。

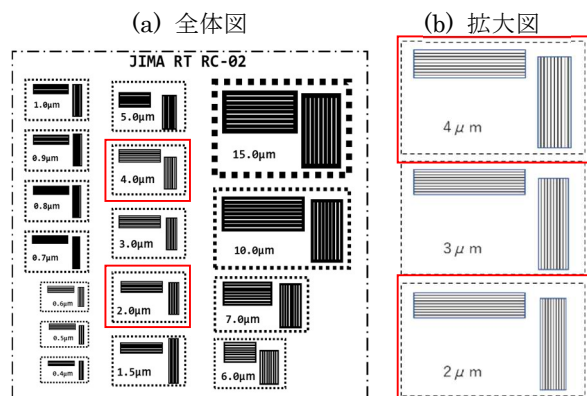


図 5 X 線マイクロチャートの模式図

(a) 高コントラスト仕様 (b) 低コントラスト仕様

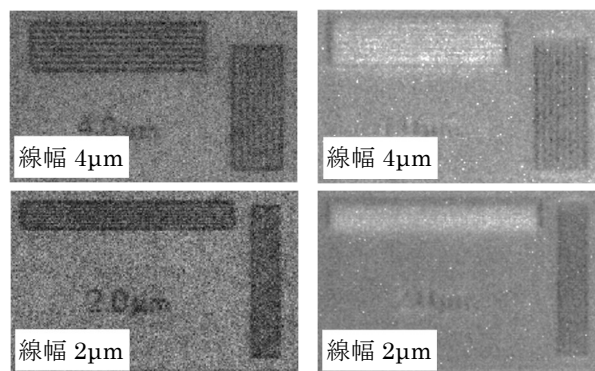


図 6 マイクロチャートによる分解能評価

また、低コントラスト仕様の測定では、分解能は 4 μ m 程度になった。これは、非対称モノクロリメータによる平行化がされていないことが要因と考えられるが、非対称モノクロリメータを介さないことで、X 線の高輝度化が期待され、実際の測定で撮像に必要な積算時間を 1/5 程度に短縮できることが確認できた。

3.2 吸収コントラスト法と屈折コントラスト法の比較

酒米について、高分解能仕様で吸収コントラスト法、屈折コントラスト法による測定を行った。図 7 と図 8 にそれぞれの投影像を示す。

吸収コントラスト法による測定結果では輪郭がわかる程度であったのに対し、屈折コントラスト法では米の形状を明瞭に捉えることができた。

(a) コシヒカリ (b) 山田錦

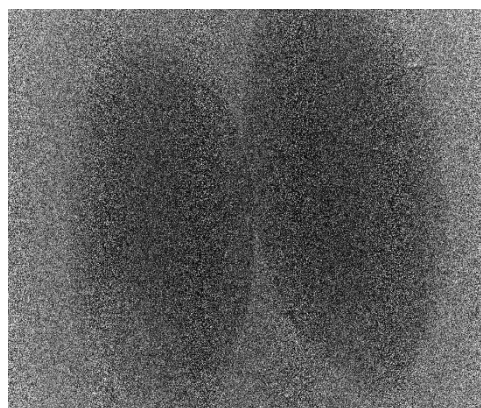


図 7 米の X 線投影像(吸収コントラスト像)

(a) コシヒカリ (b) 山田錦



図 8 米の X 線投影像(屈折コントラスト像)

3.3 屈折コントラスト法 CT 撮像による米の内部構造観察

図 9 に光学顕微鏡で乾燥状態の玄米の断面像を観察した結果を、図 10 に屈折コントラスト法により測定した断面像を示す。光学顕微鏡像と屈折コントラスト法による断面像を比較すると、コシヒカリでは光学顕微鏡、屈折コントラスト法とも内部に特異な構造はほとんど見られず、割れのみが観察されたのに対して、山田錦では何

(a) コシヒカリ



(b) 山田錦

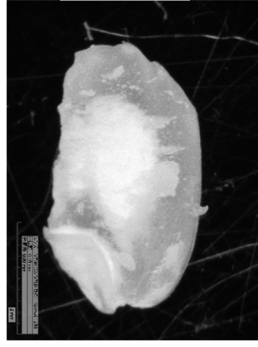
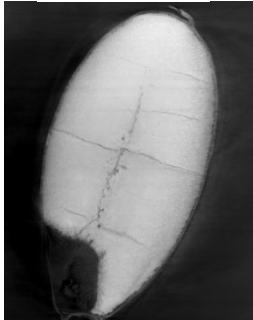


図9 光学顕微鏡による米の断面像観察

(a) コシヒカリ



(b) 山田錦

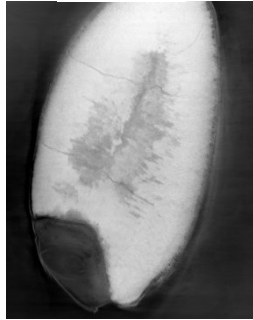


図10 屈折コントラスト法によるX線CT再構成像

れの手法でも内部に特異な構造を確認することができた。屈折コントラスト法で確認された山田錦内部の密度の薄い領域が、光学顕微鏡で確認した心白構造の領域と対応

していることから、本開発システムが心白構造を可視化できたものと考えられる。今後、得られた撮像結果から空間的な分布や体積についての評価方法を検証していく。

4. 結び

本開発の結果は以下のとおりである。

- (1) 概ね $3\mu\text{m}$ 以下の空間分解能をもった屈折コントラスト法 X 線 CT 撮影システムを開発してあいちシンクロトロン光センターBL8S2に整備した。
- (2) 本開発システムに材料の密度差に応じてコントラストを変更可能な機能を付与した。
- (3) 本開発システムにより、従来の吸収コントラスト法では可視化が困難であった酒米内部の心白構造を可視化することができた。

付記

本開発は、愛知県及び(公財)科学技術交流財団の「知の拠点あいち」重点研究プロジェクトⅢ期「革新的シンクロトロン光 CT 技術による次世代モノづくり産業創成」として実施した。

文献

- 1) 砂口尚輝, 湯浅哲也, 霍慶凱, 市原周, 安藤正海: 計測自動制御学会論文集, **47**(10), 459(2011)