

1 2 サブミクロン領域 X 線 CT 断層像への線質の影響

田邊栄司

Sub-micron size X-ray Tomography of bamboo and volcanic ash

TANABE Eishi

Sub-micron size X-ray Tomography of the meso-structure of bamboo and volcanic ash of Mount Aso were carried out by Rigaku nano 3DX. The characteristic radiation (^{24}Cr 5.4keV, ^{29}Cu 8keV) and continuous radiation of X-ray were changed by the anodes and filters. The best quality of slice images of bamboo was taken by 40kV ^{29}Cu anode with ^{26}Fe filter. And they of volcanic ash were taken by 60kV ^{74}W anode with ^{28}Ni filter.

キーワード：ナノフォーカス X 線 CT, メソ構造, 竹, 火山灰

1 結 言

ソフトマテリアルのメソ構造, すなわちサブミクロン領域の三次元内部形態解析を目的に, ひろしま産学共同研究拠点に(株)リガク製高分解能 3D X 線顕微鏡 nano3DX (以下, nano3DX) が整備された。定格出力 1, 200W・最高加速電圧 60kV の回転ターゲット X 線管から平行光線に近い X 線を試料に照射, 蛍光板を光学レンズ系で拡大し, 270nm~4, 320nm/pixel の透視像を冷却 COMS センサーで撮影する装置であり, 試料を高精度回転させることによってサブミクロン分解能の 3 次元断層像を再構成する。これは同様の分解能を持つナノフォーカス X 線 CT と総称される多くの装置が採用している, 電子線を磁界レンズで集束させる微小焦点 X 線源を使用して透視像の分解能低下の原因である半影をできる限り少なくするとともに, FOD (X 線焦点~試料回転中心距離) を最小, FID (X 線焦点~検出器蛍光面距離) を最大に設定して幾何光学的に拡大, 高分解能の透視及び CT 像を撮影する手法とは, 原理的に大きく異なっている。

また, ナノフォーカス X 線 CT の多くがターゲットに ^{74}W を使用し, 電圧・電流の調整によって, 透過力と明るさを制御しているのに対して, nano3DX では ^{24}Cr , ^{29}Cu ,

^{74}W 等のターゲットそのものを交換し, 特性 X 線や連続 X 線のエネルギーを変えることで透過力を切り替えている。

本報告ではターゲット及びフィルターの選択によって X 線の線質を変更した際の, CT 再構成像への影響を報告する。

2 実験方法

2.1 試料

試料には X 線を透過しやすいソフトマテリアル相当品として市販の竹串の先端 (以下, 竹串) を, X 線をやや透過しにくい多孔質セラミックス相当品として広島大学大学院先進理工系科学研究科 並木敦子准教授ご提供の阿蘇山の火山灰 (以下, 火山灰) を使用した。

竹串は長さ約 51mm に切断して, $\phi 1.5$ 試料ホルダーに直接取り付け, 火山灰は $\phi 1.5$ 試料ロッド先端にカーボンテープで貼り付けた。

2.2 X 線の線質選択

ターゲットとフィルターの組み合わせを表 1 に示した (以下, 本文及び図表ではこの略称を使用)。

フィルターは吸収端を利用して特性 X 線の強度を低減す

表 1 X 線ターゲット, フィルター及び発生条件

略称	ターゲット	フィルター	電圧 / kV	電流 / mA	出力 / W	X 線の定性的な特徴 (連続 X 線の最高エネルギー又は特性エネルギー)
Cr	^{24}Cr	無	35	25	875	CrK α (5. 41keV), CrK β (5. 95keV) 及び連続 X 線
Cu	^{29}Cu					CuK α (8. 05keV), CuK β (8. 90keV) 及び連続 X 線
CuK α		^{28}Ni	40	30	CuK α (8. 05keV) 及び連続 X 線	
40kV		^{26}Fe			連続 X 線 (最高 40keV) 及び弱い CuK α (8. 05keV)	
W	^{74}W	無	60	20	1, 200	連続 X 線 (最高 60keV) 及び WL (8. 40keV, 9. 67keV, 9. 96keV)
60kV		^{28}Ni				連続 X 線 (最高 60keV)

る目的で、本体付属 Ni と X 線回折装置用の Fe を使用した。例えば Cu ターゲットの場合、Ni フィルターによって計算上は $\text{CuK}\beta$ 線の強度が $\text{CuK}\alpha$ 線の 1/600 に低減される。

なお、nano3DX ではそれぞれのターゲットで電圧・電流・出力が固定されているが、本測定では設定可能な最大露光時間の 30 秒でも、数え落としが生じる 65,000counts を超えることはなかった。

2.3 X 線 CT 撮影

幾何光学、撮影条件及び三次元再構成条件を表 2 に示した。

表 2 撮影条件

項目	条件
レンズ (蛍光板解像度)	L0270 (270nm/pixel)
FOD 焦点～回転中心距離	263mm
FID 焦点～検出面距離	265mm
撮影 Projection 数	800 枚
回転角	180°
検出器サイズ	2,048×2,048pixel
再構成サイズ	$\phi 1,024 \times 1,024 \text{ voxel}$
Binning	2×2
Voxel サイズ	0.639 $\mu\text{m}/\text{voxel}$
再構成：可視化ソフト	株式会社 TomoShop®

レンズは最高分解能が得られる L0270 を使用し、nano3DX の試料回転中心～蛍光板距離に対応したパラメータ HD は最短の 0mm に設定し、半影による透視像の分解能低下を抑えた。HD0mm での実際の試料回転中心～蛍光板距離は 2mm であり、FOD (X 線焦点～試料回転中心距離) 263mm で固定されているため、FID (X 線焦点～蛍光板距離) は 265mm となった。回転中心軸が蛍光板中央となる Normal モード、各 Projection (投影) を撮影時に試料回転を停止させる Step Scan で撮影した、Projection 数及び回転角は標準値とした。ノイズと計算量を低減するために検出器の CMOS センサーでの 2×2pixel の Hardware Binning を行った。

X 線源の線質の変更を行った場合は、検出器各 Pixel の感度のばらつきを校正する「BG Correction」を実施し、試料回転中心については 180° の回転によって試料が視野からはみ出さないように X, Y, Z 及び T 軸を調整した。

再構成ソフトは本体付属の Tomoshop Ver. を使用し、再構成の前処理として試料回転中心の導出に相当する水平面内のフォーカシングを実施した。Voxel サイズは同ソフトでの計算値で、図に示した断層像は同ソフトの最終データをコントラストや明るさの調整を一切行わずに

掲載した。また、画像の計測には米国 Gatan 社 Digital Micrograph Version 3.41.2916.1 を使用した。

3 結果及び考察

3.1 竹串の断層像と X 線のエネルギー

図 1 に各 X 線条件での 1step あたり 1, 4, 30 秒での竹串の断層像を示した。Cr, Cu と 40kV, 60kV は試料を一旦取り外して回転軸の調整を行ったため、二次元平面内でのズレが生じたが、高さ方向はほぼ同一である。

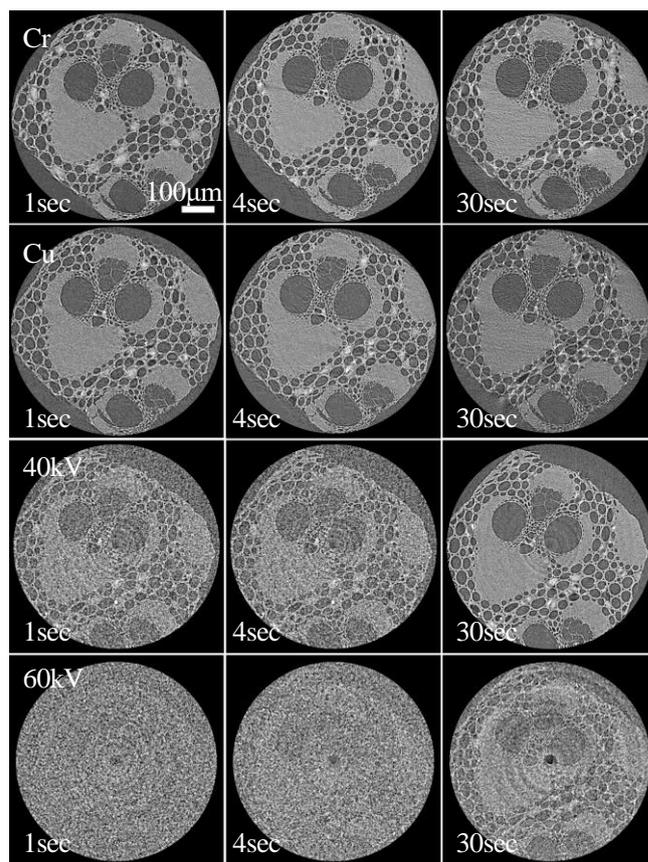


図 1 竹串の X 線 CT 断層像

全体を眺めた限りエネルギーの低い Cr, Cu のすべての露光時間と 40kV では 30 秒で明瞭な維管束鞘と柔細胞が見られた。40kV の 1 秒及び 4 秒では回転中心から同心円状のノイズが見られており、これは Fe フィルターによる強度低下が原因と考えられる。また、60kV では 30 秒で僅かに構造が見られるだけで、透過率が高すぎて像のコントラストがつかなくなったことが原因と考えられる。

図 2 に図 1 の露光時間 30 秒の断層像の部分拡大を示した。中央左右の直径約 100 μm の道管、中央上の 20~40 μm 細管に分割された師管が見られたが、Cr と Cu では空気しか存在しないこれらの領域にも網目状のアーティファクトが見られた。同様に左下の厚壁細胞と考えら

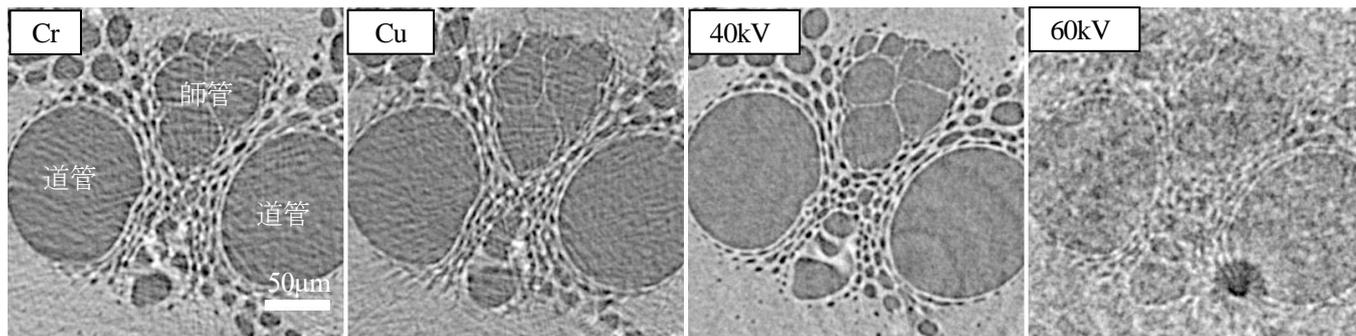


図2 竹串の露光時間 30 秒の X 線 CT 断層像の部分拡大

れる細孔のない領域にも網目状の模様が見られた。一方、40kV ではいずれの領域でも網目状のアーティファクトが見られず、特に厚壁細胞に僅かに存在する細孔が明瞭に見られ、より正しい構造を反映していると考えられる。

図3に図1の露光時間 30 秒での断層像の各 Pixel の明るさ分布を表すヒストグラムを示した。

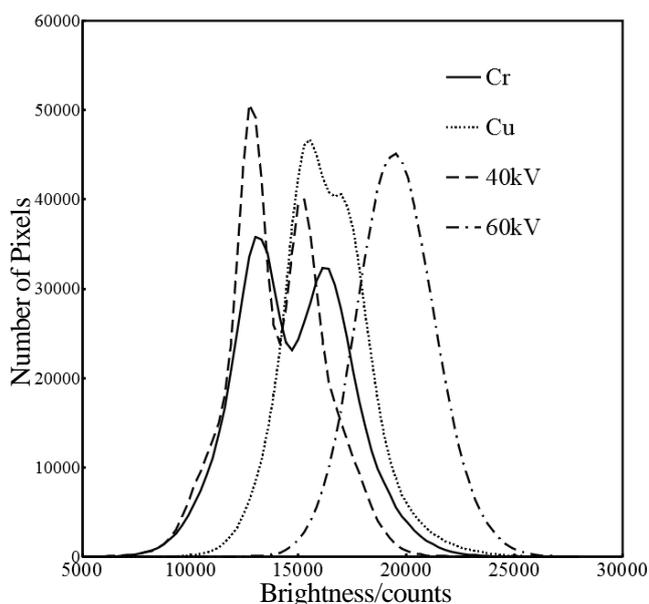


図3 露光時間 30 秒の竹串各断層像のヒストグラム

Cr, Cu, 40kV では見られる 2 つのピークは左が空気、右が竹の組織による吸収を示している。60kV は 1 つのピークしか見られず、空気と竹の組織が分離できていないことが分かる。また、最も励起エネルギーが低くコントラストが明瞭であるはずの Cr より、40kV の方が 2 つのピークが明瞭に分離されていた。このことは、 $CuK\alpha \cdot K\beta$ の特性 X 線だけではなく、連続 X 線の高エネルギーの成分が Fe フィルターによって吸収されたため、より低エネルギーの成分の透視像への大きく寄与が大きくなったと考えられる。一方、各元素によって吸収が一義に

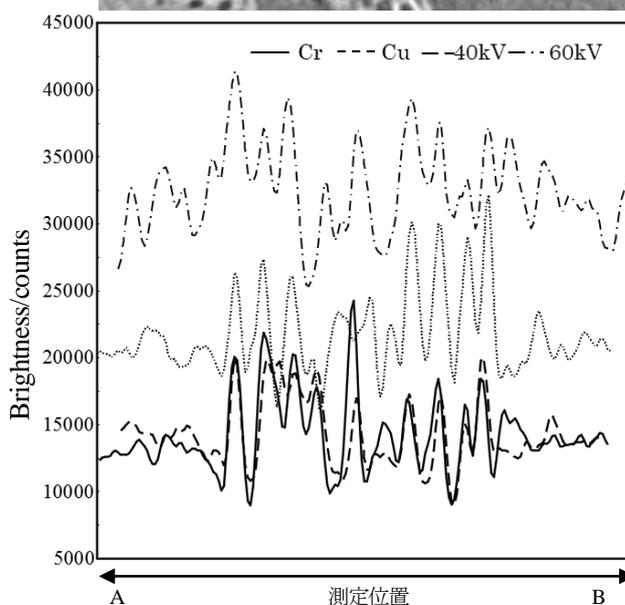
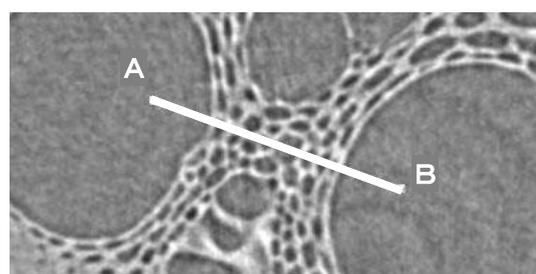


図4 露光時間 30 秒の竹串断層像の明るさ分布

決まる特性 X 線を使用した場合の利点は見出だせなかった。

図4で露光時間 30 秒の断層像の断面の明るさをグラフ化した。

上の断層像の白線 AB 上の各 Pixel の明るさをグラフ化したもので、測定位置はほぼ同一であるが、多少のズレがある。傾向としては Cr と 40kV がほぼ同じ傾向で、Cu, 60kV と順にバックグラウンドの上昇が見られた。

これらのことから密度が低く、空隙率の高い竹串には、よりエネルギーの低い X 線が有効であることが確認され

た。一方、特性 X 線を使用する利点は確認できなかった。

3.2 火山灰の断層像と結晶性アーティファクト

図5に各 X 線条件での 1step あたり 1, 4, 30 秒での火山灰の断層像を示した。また、図6に図5の特徴的箇所の部分拡大を示した。途中、試料の取り外しを行わなかったため、完全に二次元平面及び高さ方向ともに同一位置を撮影できた。

図5の全体を眺めると、すべての断層像で組成の大半

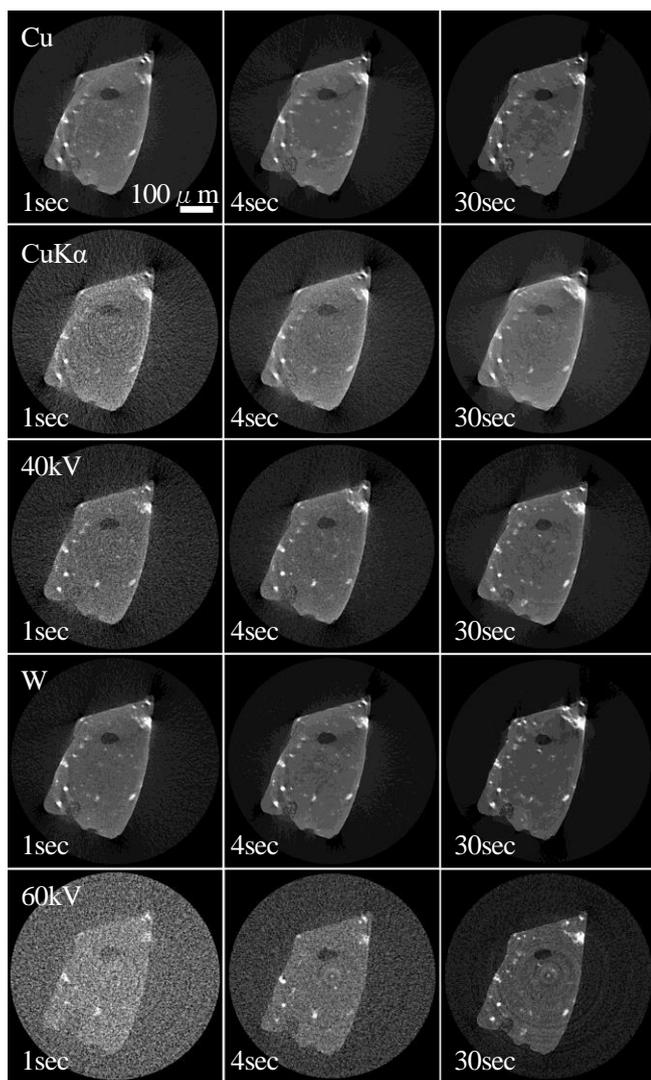


図5 火山灰の X 線 CT 断層像

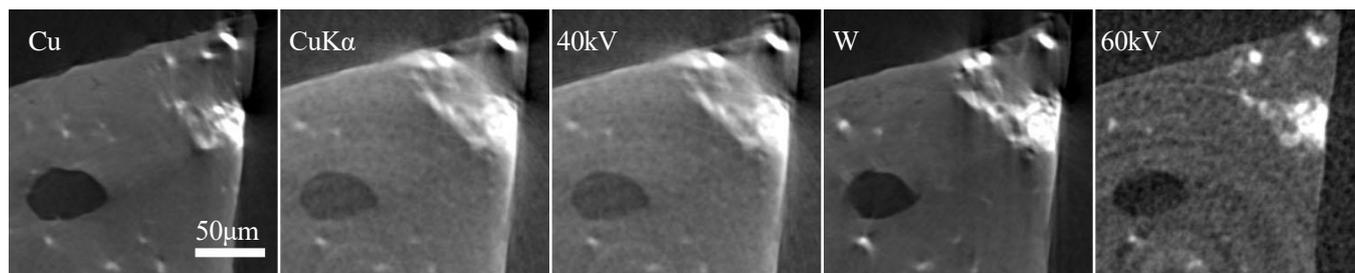


図6 火山灰の露光時間 30 秒の X 線 CT 断層像の部分拡大

を占める Silica 系ガラス質の中に、約 50 μm の黒い空隙と数 μm~30 μm の白い重元素を含む微粒子の存在が確認できる。Cu, W ともにフィルターを使用したものは、同心円状のノイズが増加していた。

これを拡大した図6では 60kV を除き白い粒子周辺に直線状に伸びたアーティファクトとその周囲に黒い領域が見られた。連続 X 線を使用する 60kV では見られなかったことから、結晶性のある微粒子による回折の影響と考えられる。

同様に 60kV 以外に見られる白い層は、吸収によって X 線のエネルギー分布が高エネルギー側にシフトするビームハードニングの可能性が考えられる。Cu ターゲットでは透過力が不十分であり、フィルター無しの W でも W-L 線が吸収されることで、同様の効果が現れたものと考えられる。ただし、ビームハードニングが生じないとされる特性 X 線が主成分である、Cu 及び CuKα でも生じていることから、CT 像の基となる透視像に寄与する特性 X 線の割合が低いことも考えられる。

4 まとめ

- (1) 竹串及び火山灰の X 線 CT 撮影において、特性 X 線を使用することの優位性は確認できなかった。
- (2) フィルターによって像質が改善される箇所もあるが光量不足のため、同心円状のノイズが相対的に明瞭になる。

像の妥当性判断のためには、この竹串と火山灰を Xe プラズマ FIB-SEM, FEI Helios G4 PFIB の Slice & View 機能を使用して、三次元像を再構成し、nano3DX で撮影した断層像と比較する必要があると考えられる。

本研究に使用した nano3DX は内閣府地方大学・地域産業創生交付金事業によって整備されたものです。また、火山灰を提供して下さった広島大学大学院先進理工系科学研究科 並木敦子准教授、CT の詳細な仕様についての説明をして下さった柗リガク 佐々木様には深く感謝いたします。