

放射光を使った X 線 CT による 3D 観察

上杉健太郎¹⁾ 星野真人²⁾ 竹内晃久²⁾

1. はじめに

X 線 CT 法は被写体の内部構造を可視化する手法であり、Hounsfield による医療診断用 X 線 CT スキャナーの開発⁽¹⁾から医療診断分野を中心として広く使われている。X 線 CT 法の特長は内部の三次元情報すなわち X 線吸収係数の分布を非破壊かつ定量的に計測出来ることである。

材料科学などの分野における要求として高空間分解能 X 線 CT 撮影があり、2000年ごろからラボ用装置も放射光 X 線を利用した装置も急激に高空間分解能化が進んだ。2000年ごろはせいぜい 3–5 μm 程度だった空間分解能は、本稿執筆時点ではラボ用装置^{(2)–(4)}も 1 μm 以下の空間分解能に到達しているし、放射光施設特有の X 線顕微鏡光学系を利用した装置では 100 nm 以下という値も珍しくない^{(5)–(7)}。X 線 CT 装置の開発自体、国内はもちろん世界中の放射光施設において行なわれている^{(8)–(9)}。それぞれの施設あるいは担当者の特徴を活かした装置が稼働しており、生物・材料等様々な研究分野での利用が進んでいる。X 線 CT 計測において放射光 X 線を使う理由は、その圧倒的な単色性と光束密度を生かし、空間・時間・密度(コントラスト)の各分解能を上げていくことである。また、CT 計測の可能性を拓くという意味では、高エネルギー X 線の利用は欠かせなくなっている。例えば単純な投影型では X 線光学系の改良や画像検出器の改良が進み、ESRF や SPring-8 を中心に 100 keV 以上での計測の重要性が認知されてきている。

本稿では大型放射光施設 SPring-8 における、X 線 CT 計測の最近の進展とこれからの課題について述べる。

2. 最近の進展

(1) X 線顕微鏡光学系を利用した X 線ナノ CT・マルチスケール CT

(a) X 線ナノ CT

顕微鏡的用途で用いられる X 線 CT は、およそ 1 μm の空間分解能を境界に 2 つに大別される。投影光学系をベースとした X 線マイクロ CT (図 1) は約 1 μm 以上の構造を捉えることができ、それより細かい構造を観察するためには X 線顕微鏡技術と組み合わせた X 線ナノ CT が用いられる。メゾスコピックとよばれるナノ～ミクロンの構造領域は、電頭と光頭がカバーする領域の間にあることから多くの分野(材

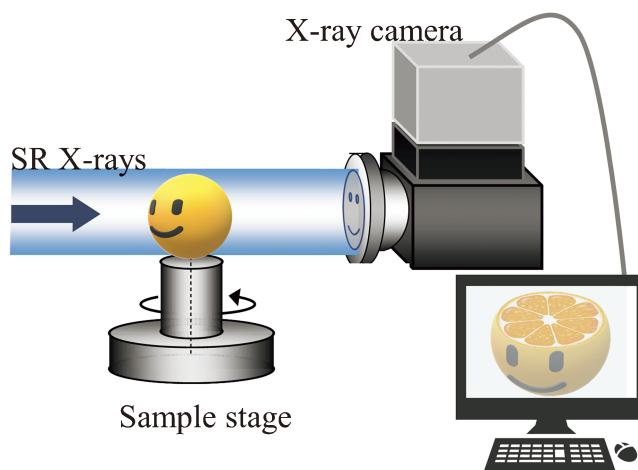


図 1 放射光 X 線マイクロ CT 装置の模式図。(オンラインカラー)

* 公益財団法人高輝度光科学研究センター；1) 主席研究員 2) 主幹研究員(〒679-5198 兵庫県佐用郡佐用町光都 1-1-1) 3-D Observation with Synchrotron Radiation X-ray CT.; Kentaro Uesugi*, Masato Hoshino and Akihisa Takeuchi (*Japan Synchrotron Radiation Research Institute, Sayo-gun, Hyogo)
Keywords: *synchrotron radiation, x-ray, micro-tomography*
2021年10月13日受理[doi:10.2320/materia.61.65]

料科学, 地球惑星科学, 電池・デバイス)において未知の領域となっている. X線ナノCTはこの領域の3次元構造を非破壊で観察することができる装置として期待されている. 現状の3次元構造計測の実用レベルの空間分解能は100 nm前後であるが⁽¹⁰⁾⁽¹¹⁾, これが数十nmに達すればこの領域は完全にカバーできる.

X線ナノCTのベースとして用いられるX線顕微鏡は, 様々な技術が提案・開発されてきた. 集光ビームを走査プローブとして用いる走査型X線顕微鏡や, X線用の対物素子を像拡大用の結像素子として用いる結像型X線顕微鏡, さらに高コヒーレンス光を利用したホログラフィや coherent diffraction imaging (CDI), あるいはその技術を応用したptychographyが急速に発展してきた. これらは, それぞれ特徴を持つが, 中でも結像型X線顕微鏡は単位時間辺り得られるデータ量が最も大きく, 光源に要求される性能も他と比べて少ないことから, 放射光だけでなく実験室系においても利用されている. 特に大強度X線が利用できる放射光施設においては様々な状況下での測定やその場観察等の利用も広がっている.

ここでは, SPring-8 BL20XU, BL37XU, BL47XUで共用利用されている結像型X線顕微鏡をベースとしたX線ナノCTを紹介する. 概略図を図2に示す. 光学系は基本的に光学顕微鏡のそれと同じである. コンデンサにより試料面上直径50~100 μm程度の領域を均一に集光照射し, 試料を透過したX線はX線対物素子で拡大され, X線画像検出器の検出面上で結像される. ただし, X線の屈折率はあらゆる物質に対してほとんど1であるため, 可視光領域で用いられるレンズのような屈折型, 反射型の素子は, そのままではX線領域では対物素子として有効に機能しない. X線領域に特化した様々なX線光学素子が開発されているが, ここでは, フレネルゾーンプレート(Fresnel zone plate, FZP, NTT Advance Technology)と呼ばれる, X線の回折を利用するタイプの素子を対物素子として用いている. 検出器には, レンズカップル式可視光変換モジュールを取り付けた16bit sCMOS(ORCA Flash 4.0, 浜松ホトニクス)カメラを利用しており, 測定時の実効画素サイズは30~50 nm程度である. ナノオーダーのCT計測を可能とするために, 試料の回転ステージにはスライドガイド軸受け式回転ステージ(神津精機)を用いており, 軸ブレ精度は100 nm程度である. 光学素子製作の技術的困難さから, エネルギー領域は

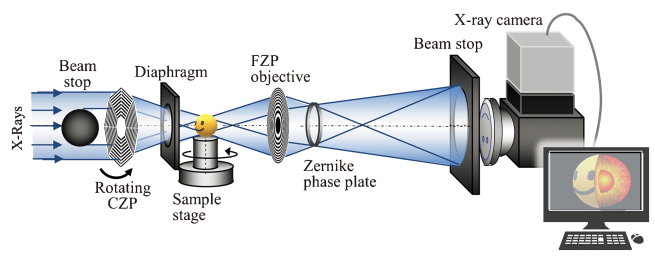


図2 X線顕微鏡光学系を利用したX線ナノCT装置の模式図. (オンラインカラー)

10 keV程度あるいはそれ以下での利用に長年限られてきたが, 近年数十keVの高エネルギー利用も可能になってきた⁽¹¹⁾⁽¹²⁾.

X線の回折を利用するFZPの場合, X線のエネルギーによって焦点距離が変わるため, 結像顕微鏡光学系として必要な鏡筒長もエネルギーによって異なる. 鏡筒長7mのBL47XU, 27mのBL37XUは主に6~15 keVのエネルギー領域で, 鏡筒長165mに達するBL20XUでは15~37.7 keVのエネルギー領域に対応する. これらの装置の空間分解能は実測で50~100 nm (half-pitch)である⁽¹⁰⁾⁽¹¹⁾. また, 通常の吸収コントラストに加え, ゼルニケ型位相コントラスト法による高感度計測も可能である. 一般的なCT測定時間は, BL47XUでは7.5分(露光0.25 s/frame, 1800投影), BL20XUでは15分~30分(0.5~1 s/frame×1800投影)であるが, 露光時間や投影数を減らすことで高速計測も可能である. 測定例として, 小惑星探査機はやぶさが持ち帰った, 小惑星イトカワの微粒子のCT像を図3に示す. 鉄の吸収端を挟む7 keVと8 keV 2つのX線エネルギーで吸収係数の定量測定をすることによって, 鉱物の3次元分布の精細なマッピングに成功している. このCTデータから, イトカワは地球上で見つかるLL4-6普通コンドライトと呼ばれる隕石と同じような鉱物組成を持っているということが示された⁽¹³⁾.

(b) マルチスケールCT

「できるだけ試料をこわさず, できるだけ大きいものを, できるだけ高い解像度で観察したい」というのは, 普遍的かつ究極の目標の一つといえよう. 分解能と視野を段階的に切り替えるマルチスケールイメージングはこの要求に答える測定技術の一つといえる. 光学顕微鏡では対物レンズを交換するなど, マルチスケールイメージングは確立された技術として容易に利用されている. しかし, 物体内部を観察する3Dイメージングでは, このような測定を非破壊で行うことは容易ではない. なぜなら, 対象物は視野に対して平面的に大きいだけでなく, 光軸方向にも大きな厚みを持つからである. このような状況では, プローブ光には, 大きな物体を透過させるための高い透過力と, 微細構造による微小なコントラスト変動を検出するための物質との高い相互作用という,

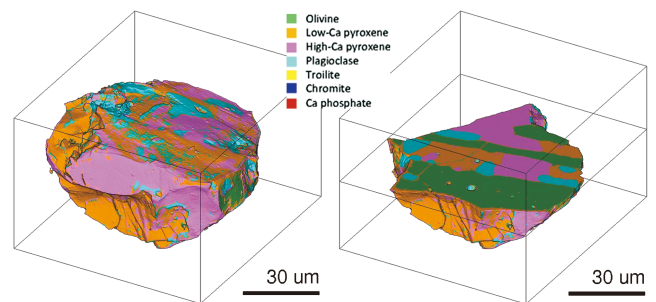


図3 小惑星探査機はやぶさによりもたらされた小惑星イトカワの微小試料の鉱物の3次元分布像. (オンラインカラー)

相反する特性が求められる。この要求に応えるために、X線マイクロCTと高エネルギーX線位相差ナノCTを組み合わせたX線マルチスケールCTシステムが開発された⁽¹¹⁾⁽¹²⁾。これは前述したように、近年20 keV以上の高エネルギーX線に対応可能になったことで実現した技術である。高い透過力を持つ高エネルギーX線を使えるようになればより多くの物質を破壊せずにそのメソスコピック領域の「生きた」構造観察、つまり3次元でなく4次元あるいはそれ以上の観察が可能になり、材料の真の理解につながる。SPring-8ではBL20XU、BL47XUでこのマルチスケールCTが実施されている。実験装置は、広視野・低解像度イメージング用のマイクロCT(図1)と、狭視野・高解像度イメージング用のナノCT(図2)の組み合わせで構成されている。マイクロCTで試料全体を撮影し、試料をステージから取り外すことなくナノCTでその関心領域(region of interest, ROI)を精密に計測する。両者の測定モードは、専用ソフトウェア上で簡単に切り替えることができる。ナノCTモードでは巨大な試料の微細構造を感度良く計測するために、X線位相コントラスト法による高感度計測が導入されている。本システムは、大きな物体の内部をナノメートルスケールで非破壊的に3Dイメージングできるという利点に加え、マイクロCT計測を組み合わせることでミリサイズの試料を扱えることから、試験機も導入しやすく、時分割、*in-situ*, *ex-situ*, *operando*などの4D-CT観察がより容易に実施できるようになった。

測定例として、チタン合金Ti-6Al-4Vの内部起点の疲労き裂を非破壊で観察した例を図4に示す。チタン合金は、その優れた機械的特性から航空機材料等にも広く使われているが、 10^7 回を超える非常に高いサイクルの負荷がかかると内部疲労破壊を起こすという問題があり、この亀裂の発生と成長のメカニズムの理解が急務となっている⁽¹⁴⁾。実験ではまず、直径0.45 mmの試料(図4(a))の全体をマイクロCTモードで測定した(図4(b))。次に、マイクロCTデータから内部亀裂の位置を特定した(図4(b)の丸で囲んだ部分)。最後に、特定した内部領域をナノCTモードで非破壊的に観察した(図4(c))。($\alpha+\beta$)二相微細構造と初期クラックの3次元的位置関係が明確に観察できる。また、試験機で追加の負荷をかけることによって、内部亀裂の伝播過程の精細な追跡も可能となった(図4(d))。

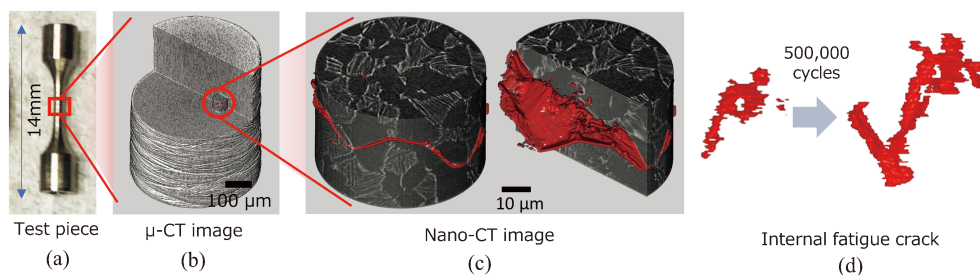


図4 Ti-6Al-4V合金の内部疲労亀裂のCT画像。20 keVにて撮影。(a)試験片写真 (b)マイクロCTによる撮影データ (c) (b)の円内のナノCTによる撮影データ。(d)内部疲労亀裂が 5×10^5 回の疲労試験により成長した様子。(オンラインカラー)

(2) 高エネルギー計測と高精細化

大型の試料、あるいは適当なサイズであっても高密度物質で構成される試料の内部構造を非破壊で可視化しようとした場合、その試料に対して十分なX線透過率を得るためには、高エネルギー領域のX線が必要となるということは周知の通りである。なお、本項での高エネルギー領域とは、概ね100 keV以上を差すこととする。そのため、高エネルギーX線マイクロCTでは、鉄や銅といった標準的な金属材料から構成された試料や化石試料などが主なターゲットとして挙げられる。高エネルギーX線という点に限定すれば、産業用・工業用CT装置など、放射光施設で利用可能なX線エネルギーよりもはるかに高いエネルギーによる測定も可能であるが⁽¹⁵⁾、ミクロンオーダーの空間分解能における計測、あるいはX線ビームの空間コヒーレンスを活かした屈折コントラストを用いた高コントラスト測定などは、放射光ベースの高エネルギーX線画像計測が得意とするところといえる。一方で、X線エネルギーに依らず、試料内部構造を包括的かつ詳細に観察したいというニーズは昔からあり、“高精細画像計測”という計測技術の成熟を待つ必要があった。近年科学計測における高精細CMOSカメラの実用化により、X線画像計測の高精細化を本格的に進める時期に来ていると考えられる。本稿で取り上げる高エネルギーX線マイクロCTの場合、幸いなことに、測定ターゲットは上記のように大型化する傾向があるため、高精細画像計測を組み合わせることで、内部構造を広く・細かく可視化する技術として相性が良い。ここでは、SPring-8における高エネルギーX線マイクロCTの最近のアップデートと、それに高精細カメラを組み合わせた測定の現状について紹介する。

まず、放射光施設における高エネルギーX線ビームの効率的利用に関して述べる。画像計測に限らず、放射光X線を用いた計測の場合、一般的には分光器で単色化されたX線が用いられる。特に、ある元素の吸収端近傍における測定や、フレネルゾーンプレートといった回折型の光学素子を用いた測定の場合、分光器を通して得られる単色性の高いX線の有用性は言うまでもない。その一方で、高エネルギー領域のX線画像計測では、必ずしも高い単色性が必要となるわけではなく、むしろ積分強度が重要視される画像計測においては、エネルギー分解能に優れた分光器から得られる単色

X線では、必要以上に単色性が上がり、かえって非効率的となる。また、SPring-8のような大型放射光施設といえど、高エネルギー領域のX線強度は低下していくため、効率の良い高エネルギーX線画像計測のためには、エネルギーバンド幅の広いX線ビームの利用が適切といえる。そこで、最近の高エネルギーX線画像計測では、放射光偏向電磁石光源から得られる白色X線に着目して、その高エネルギー領域成分を広いエネルギーバンド幅で利用する計測技術開発の推進している。分光器を使わずに、高エネルギー領域のX線を取り出すには、適当な材質・厚みのアブソーバーを用いて、低エネルギー成分を除去する方法が最も簡便である。ここでは、適当なアブソーバーを用いて、高エネルギーX線を取り出す方法を紹介する。SPring-8の偏向電磁石から得られる白色X線に対して、タングステン厚さ0.5 mmと鉛厚さ2 mmを組み合わせたアブソーバーを用いることにより、ピークエネルギー約200 keV、エネルギーバンド幅100 keV程度の高エネルギー白色X線スペクトルを得ることができる⁽¹⁶⁾。アブソーバー自身には、白色X線照射により強い熱負荷がかかるため、空冷をするとともに、光源側にタングステンを配置することにより、鉛への熱負荷を軽減し、その変性を防いでいる。また、アブソーバー自身の透過強度ムラに伴う、透過投影像およびCT再構成像への影響を低減させるために、X線ビームに直交する面内でアブソーバーを1500~2000 rpmで回転させている。

SPring-8では、偏向電磁石ビームラインBL28B2において、白色X線を用いた高エネルギーX線マイクロCTを行うことが可能である。測定光学系の概要を図5に示す。BL28B2は、計測に利用できるハッチが2つあり、光源に近い上流側の光学ハッチ2に試料ステージを設置し、下流側の光学ハッチ3にX線画像検出器を設置している。なお、

高エネルギー領域のX線を取り出すためのアブソーバーおよび高エネルギーX線用シャッターは光学ハッチ1の最下流部分に設置している。高エネルギーX線用シャッターは、ロータリーソレノイドにより簡便に開閉を行うことが可能である。シャッターの開閉スピードはともに80ミリ秒以下である。X線画像検出器は、他の放射光X線画像計測同様に、シンチレータによる可視光変換型の画像検出器であり、実効画素サイズ数ミクロン以上の計測に対応するため、タンデムレンズ系を用いた可視光光学系を採用している。しかし、高エネルギー領域のX線では、厚いシンチレータを容易に透過してしまうため、可視光光学系の配置に注意が必要となる。また、高分解能測定のためには、実効画素サイズに対する可視光光学系の光学的性質(シンチレータ厚みと実効的な焦点深度の関係など)も考慮する必要がある。視野幅50 mmまで測定可能な高エネルギーX線画像計測専用開発した画像検出器では、シンチレータを透過したX線からの散乱の影響を低減させるために、水平面内において、X線の光軸と直交するように可視光光学系の光軸を設定している⁽¹⁷⁾。可視光光学系を介して画像を検出するカメラには、高精細カメラを用いることで、広く・細かく撮影することが可能となる。高精細CMOSカメラには、浜松ホトニクス社製のC13949-50U(画素数4096(H)×3008(V)、画素サイズ3.45 μm×3.45 μm, 12bit ADC)やBaumer社製のVCXU-201M.R(画素数5472(H)×3648(V)、画素サイズ2.4 μm×2.4 μm, 12bit ADC)などが利用可能である。使用するビームモニターやシンチレータ、可視光光学系の倍率を変えることにより、広視野計測から高分解能計測まで対応することが可能であり、計測条件例を挙げると、実効画素サイズ12.1 μm/pixelで視野幅49.6 mm、実効画素サイズ3.99 μm/pixelで視野幅16.3 mmといった測定が可能である。なお、投

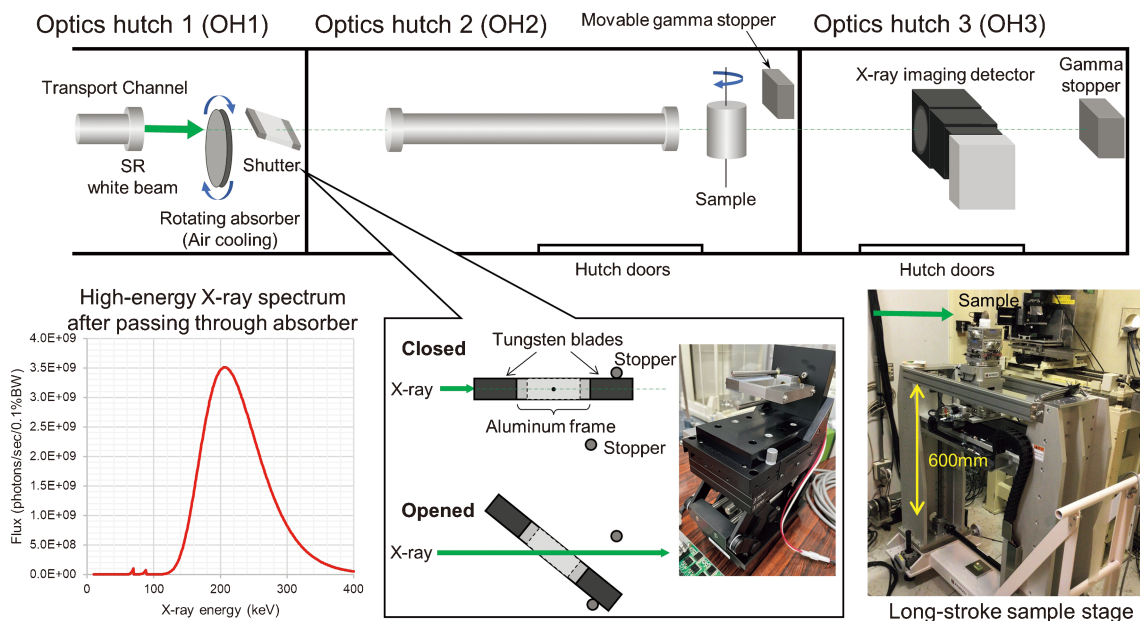


図5 BL28B2における高エネルギーX線マイクロCT装置の模式図と照射X線のスペクトル。(オンラインカラー)

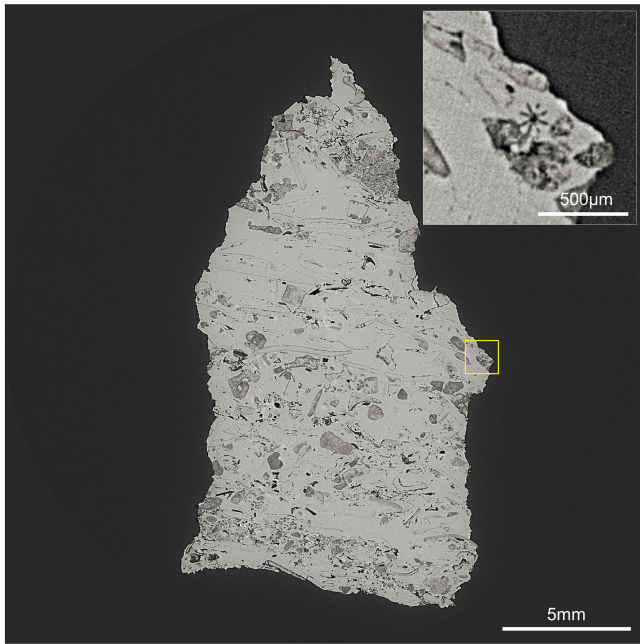


図6 高エネルギーX線マイクロCT装置で撮影された石灰岩の超高精細CT像。(オンラインカラー)

影像の縦方向の視野幅は、光源からの高エネルギーX線の放射幅に依存しており、BL28B2におけるX線マイクロCT測定位置(光源から45m地点)における縦有効幅はおよそ1.5mmである。画像1枚あたりの撮影にかかる露光時間は概ね30ミリ秒程度であり、CT撮影1回あたりの測定に要する時間は5分前後である。ただし、上記のように、視野縦幅の有効領域は1.5mmであるため、ボリュームデータの測定のためには、試料を鉛直方向にステップ走査して、繰り返しCT測定を行う必要がある。測定例として、石灰岩の高エネルギーCT像を図6に示す。実効画素サイズは $2.36\mu\text{m}$ として、オフセットスキャン法を併用することにより、更なる高精細計測を行った。投影数は7200投影である。図6に示した石灰岩の断層像は、 $10,549 \times 10,549$ 画素によって構成されており、右上に示した四角で囲った領域の拡大像では、直径 $150\mu\text{m}$ 程度の微小な含有物のスポーク状の構造も明瞭に測定できている。

3. 4D-CT

放射光X線イメージングでは高い光束密度のX線を利用し、計測時間が短くできる。空間分解能(検出器の画素サイズ)や用いるX線エネルギーにもよるが、最近では投影像1枚当たりの露光時間が1ミリ秒以下となるケースも出てくるようになった⁽¹⁸⁾⁽¹⁹⁾。こうなると単純に時間分解能を持ったCT計測が可能となる。これは最近では4D-CTと呼ばれるようになってきた。放射光X線を利用した4D-CTには一つ大きな利点がある。X線の平行性が高く、試料と検出器の距離をある程度長くとも、画像検出器に写る像(特にサイズ)はそれほど変化しないことである。これにより、電

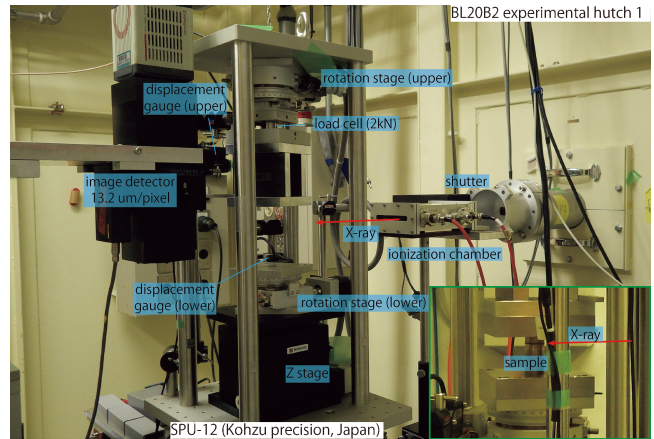


図7 BL20B2におけるその場観察CT装置の様子。(オンラインカラー)

気炉や引張試験機など種々の材料試験機の設置が可能となる⁽²⁰⁾⁽²¹⁾。また、観察する事象も多岐にわたる。前述の破壊や変形などの不可逆変化が起こるような材料試験はもちろん、弾性変形のように繰り返しの動作が可能な事象や呼吸・心電同期を行った小動物のCT撮影なども実施されている⁽²²⁾。不可逆変化の観察のためにはいかに試料を高速で回転させるか、ということを考える必要がある。つまり、精度良く回転するステージとその回転運動に耐えられる試料を用いなければならない。現状では数Hz(100ミリ秒より長い時間分解能)程度のCT像の撮影が一般ユーザーに供されているようである。一方で可逆変化である現象の観察はタイミングさえきちんと合わせれば、ミリ秒の時間分解能での計測が十分可能である。

本項では、SPRING-8 BL20B2で製作されたその場観察CT装置(神津精機製SPU-12)の概要とそれを使った実験例を示す⁽²³⁾。図7は、実験装置の写真である。実験ハッチには、試料ステージとX線画像検出器が設置されている。実験ハッチでは、幅20mm以上、高さ3mm以上の大きなビームを使用することができる。試料位置での光束密度は、25keVのX線で $1.5 \times 10^9 \text{ photons mm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ 程度である。今回の実験は25keVで行われたが、15keV~37keVの範囲であれば問題なく利用可能である。

SPU-12では、数マイクロメートルの分解能(動作精度)を実現している。試料回転ステージの最高回転速度は毎秒20度以上。上下にZステージを配置し、試料に一方方向性の荷重がかけられる。最大荷重は2kNである。上下の回転ステージを独立に動作させ、試料をねじることも可能である。

X線画像検出器は、ビームモニターAA60P(浜松ホトニクス)と科学計測用CMOSカメラ(ORCA Flash 4.0, 同社)で構成されている。ビームモニターは、薄膜蛍光面(厚さ $20\mu\text{m}$ の $\text{P43}(\text{Gd}_2\text{O}_2\text{S:Tb}^+)$ 粉末)と可視光光学系($f=105\text{mm}$ レンズ)で構成されている。カメラには $f=50\text{mm}$ のレンズが搭載されており、その結果実効画素サイズは $13.2\mu\text{m}/\text{pixel}$ となった。画像のフォーマットは 2048×2048 , ADC

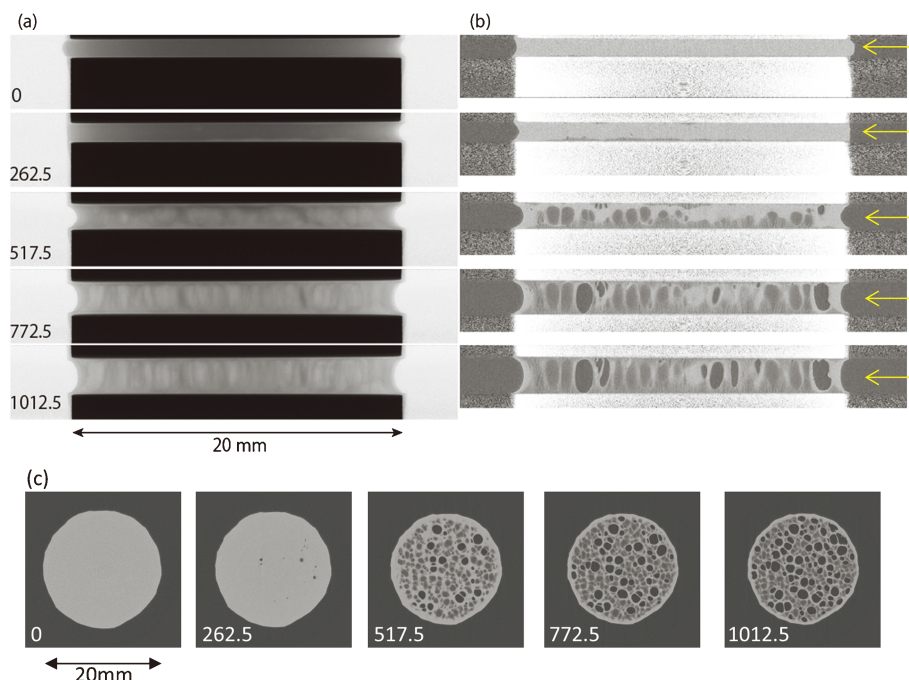


図8 SBRを引っ張りながら撮影したCT像。数字は撮影開始からの時間(秒)を表す。(a)各時刻のX線透過画像。(b)サンプルの中心で仮想的に切断したX線CT画像。(c)2本のピンの中間点でのCT画像。(オンラインカラー)

は16ビットである。測定中、試料ステージは一定の速度で回転し続けている。パルスモーターコントローラ(PM16C-04-XDL, ツジ電子)から0.2度毎にカメラに対してトリガ信号が出力される。この実験では、一方荷重時の移動速度を $2\ \mu\text{m}/\text{sec}$ としたが、これはCT1回当たりの撮影時間(7.5秒)に動く量を検出器の空間分解能以下にさせるためである。試料はシリカ粒子(20 nm)を付着させたスチレン・ブタジエン・ゴム(SBR)で、厚さ1 mmのSBRを金属棒の先端に接着剤で貼り付けた。図8にこの装置で得られたX線画像を示す。(a)(b)(c)はそれぞれ単純投影像、試料の縦断層像(試料中心部での virtual slice)および、SBRの中心位置でのCT像となっている。(a)と(c)の図の横にある数値は測定開始からの時間(秒)を表している。開始から200秒ほど経過(引張の距離は $400\ \mu\text{m}$ 程度)したところからポイドが発生し始めた。500秒を過ぎるころには、たくさんのポイドが発生していることがわかる。さらにCT撮影中でも計測系の空間分解能以下の変形は画質に影響しないこと、常にゆっくりと変形させることで粘弾性体が緩和することを防いでいることが分かる。

4. X線CTのこれからの課題 —3D画像処理および画像解析—

X線CTは試料の透過像を画像再構成し断層像を作るまでが計測であると考えられる。つまり再構成画像(CT像)が生データと言える。試料由来あるいは試料環境由来の計測の難しさはあるが、サンプリング定理をはじめとする変換に対しての基本式は確立しているし、最近ではGPGPUを利用し

た画像再構成ソフトも充実しており、ほぼストレートに実施可能である。難しいのはここから先の処理である。例えばデータ量であるが、 2048×2048 画素のカメラを使った場合、CT像1枚当たり 2048×2048 画素になるので、16bit画像であれば8 MB、これが2048枚重なると16 GBとなる。これが 4096×3008 画素のカメラを使うと96 GBになる。これをデータ取得用計算機から画像処理用計算機に転送するのに相当な時間がかかる。さらに、3Dデータから必要な情報を抽出するためのノイズフィルター適用、Erosion-Dilation処理やセグメンテーションもかなりの計算機資源を必要とする。また、通常CT撮影は1回で終わることはなく、一般的なケースでも1日に50-60スキャン行うことはザラであり、撮影を進めながら前述の処理を遅滞なく進めることは難しい。つまり、これらを高速かつ自動で処理するような仕組みが必要とされるようになってきた。機械学習を利用したノイズ除去やセグメンテーションの研究も精力的に進められているが、個々の研究事例に対する適用はできているものの、ユニバーサルに適用できるようなものはまだ登場しておらず、試料タイプや条件に応じて何度も学習をやり直す必要がある。計算能力の向上や転送速度の向上を含めたハードウェアの進化も重要だが、新しいアルゴリズムを利用した画像処理のソフトウェアが登場することを期待したい。

5. おわりに

本稿ではSPring-8における放射光X線CTの最近の進展を中心に記述した。X線CTは世界中の放射光施設で開発・利用されておりその成果はめざましい。ラボ用のCT装置も

