

高分解能 3D X線顕微鏡

nano3DX



1. はじめに

リガク独自の技術である高輝度X線源、高精度ステージを利用し、新規に開発した高分解能大視野検出器、大規模3次元データ解析ソフトウェアと組み合わせ、X線顕微鏡nano3DXを開発しました。従来では難しかった軽元素材料や薬剤、軽金属中のマイクロボイドや構造等の観察に役立ちます。

2. 特長

2.1. 3次元空間分解能

CTはサンプルに対して異なる方向から数100枚、

数1000枚の投影像を測定する必要があり、高分解能のX線顕微鏡においては測定時間も数10分～数時間に及びます。そのため、従来の拡大投影方式のX線顕微鏡では、CT測定中の数 μm のX線源熱ドリフトの影響も拡大されてしまい、3次元CT画像の空間分解能を低下させる要因となっていました。

nano3DXでは、高輝度X線源と最小画素サイズ270 nm/pixelの高分解能検出器を組み合わせた平行ビーム光学系により、10数時間におよぶ測定でも熱ドリフトの影響が500 nm以下に抑えられます。その結果、図1に示すように、0.8 μm という高い3次元空

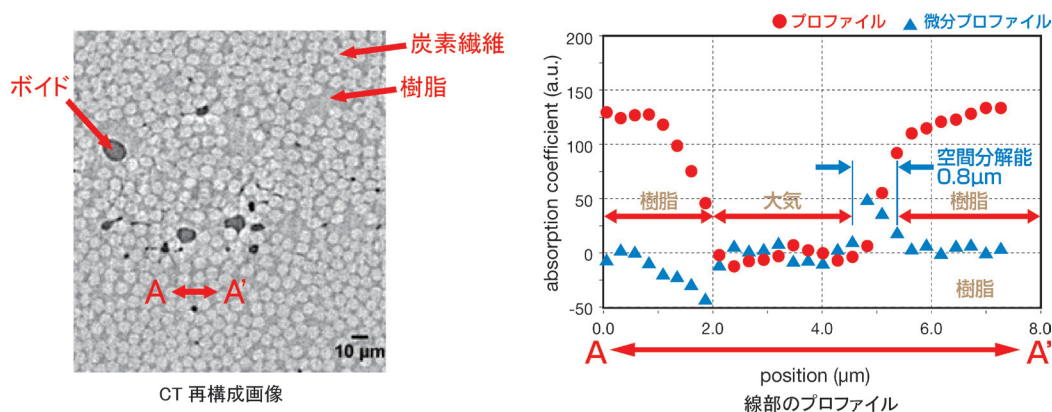


図1. CT再構成画像の空間分解能評価。
炭素繊維強化樹脂(CFRP), 0.27 $\mu\text{m}/\text{voxel}$.

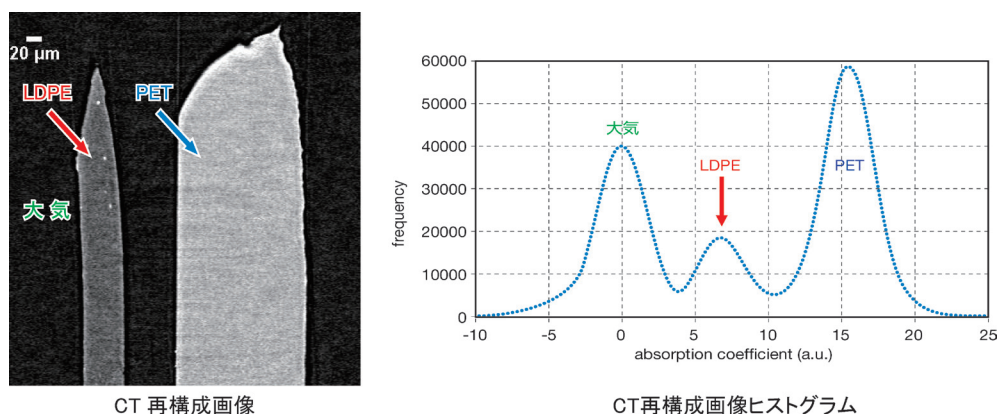


図2. 軽元素樹脂材料の密度分解能評価。
1.08 $\mu\text{m}/\text{voxel}$, 測定時間2時間。
C, H, Oで構成される樹脂材料密度分解能 $\sigma=0.13 \text{ g}/\text{cm}^3$ 。

間分解能を実現できました。

2.2. 感度

X線の線吸収係数は基本的にX線エネルギーの3乗、サンプルの原子番号の3乗に反比例します。観察対象の構造が数 μm となるX線顕微鏡では、空間分解能が十分でも、X線吸収の差が小さく、個々の構造を観察できないという問題が発生します。

従来のX線顕微鏡ではWターゲットを用い、数10 kVという加速電圧をかけていたため、骨や金属配線などの比較的重元素からなるサンプルが主な対象でした。

nano3DXでは、ターゲットを測定サンプルに応じてCr, Cu, Mo, Wから選択することにより、サンプルの構成物質に合わせたX線エネルギーを利用できます。例えば、Cuターゲットを用いることにより図3のようなC, H, Oで構成される軽元素樹脂材料でも0.13 g/cm^3 という高い密度分解能でCT再構成画像を得られます。

2.3. 高分解能、大視野測定

複合材料や生体組織の場合、個々の要素、細胞が解像できる高い分解能で、それぞれの構造、組織の全体的なつながりを観察することが重要です。

そこで、3300×2500画素をもつ大視野高分解能X線検出器を開発しました。これにより画素サイズ0.54 $\mu\text{m}/\text{voxel}$ でも1.8 mm×1.8 mm×1.5 mmの視野を確保できるようになりました。これは、1000×1000画素のX線検出器に比べ、25倍の体積を一度にCT測定で

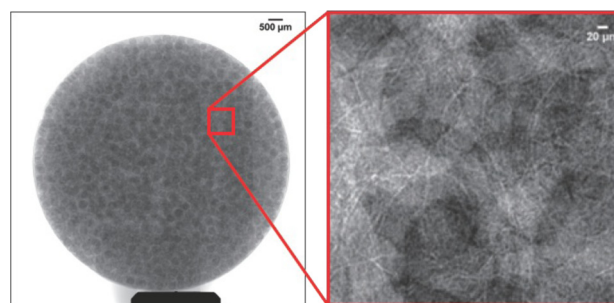


図3. 錠剤高分解能大視野2D観測。
0.54 $\mu\text{m}/\text{pixel}$, 18500×18500 pixels (視野10 mm)。

きることを意味します。

また、平行ビーム光学系を採用したことにより、X線検出器のサイズよりも大きい2次元画像をスムーズにつなぎ合わせて測定できます。

この大視野検出器で測定した3次元CT再構成データは最大で25 GBにもなります。このような大規模なデータを3次元データ表示し、体積、表面積、配向等を定量解析できる解析ソフトウェアも開発しました。

3. 応用例

炭素繊維強化樹脂を0.27 $\mu\text{m}/\text{voxel}$ でCT測定、再構成し、定量解析した例を図4に示します。マトリックス、炭素繊維、マイクロボイド、クラックを描出できています。また、それぞれの組織を抽出し、個々のマイクロボイドの体積計測を行うこともできます。

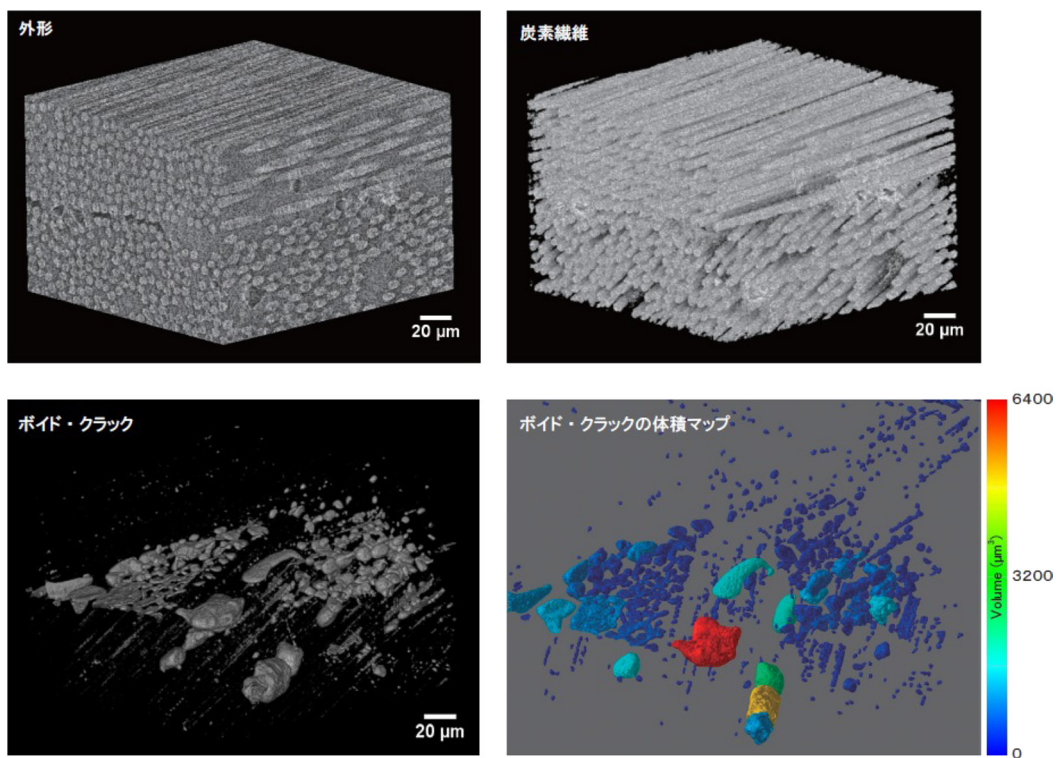


図4. 炭素繊維強化樹脂の観察例 ($0.27 \mu\text{m}/\text{voxel}$).