

## 3D X 線顕微鏡の原理とメリット，測定例の紹介

中山 悠，高杉 早苗

### 1 3D X 線顕微鏡の誕生

物体を破壊することなく内部の情報を可視化する，というニーズは様々な産業分野で今後も進化が期待されている技術である。1970 年代に医療用 X 線 CT（Computed Tomography：コンピュータ断層撮影）が発明されて以来，CT 技術は医療現場のニーズに応えるため進化し，一般に広く認知されるまでになった。それに伴い，1980 年代からは産業分野でも技術開発が活発に行われてきた。昨今では複数のメーカーから産業用途の高分解能「X 線 CT」が発売されている。医療用と産業用は主な原理は同様だが，観察対象物のスケールが医療用の mm オーダーに対して，産業用は数 10  $\mu\text{m}$  から 100 nm が対象となり，微小なエリアを観察対象としたことにより，大幅に空間分解能を向上させている。産業用 CT の名称は，X 線マイクロ CT もしくはマイクロ CT，3D（3 次元）X 線顕微鏡などと呼ばれている。本稿では，3D X 線顕微鏡（XRM）と呼ぶこととする。

### 2 XRM の原理

物体内を透過する X 線の透過力を用いて内部構造を

観察するのが XRM の原理である。X 線をサンプルに照射し，透過した X 線を検出することで，材質や内部構造を把握することができる。X 線を透過できるサンプルならば幅広く測定可能だが，物質が重元素か軽元素かによって得られる画像濃度が異なり，重元素は高密度領域＝濃い影として，軽元素は低密度領域＝淡い影として記録される。しかし 1 枚の透過像中に 3 次元的な情報を得ることは難しく，材料の厚み情報はすべて積分投影されている。よって，3 次元的な密度分布を可視化するためには，X 線発生器と X 線検出器を固定し，サンプルを回転ステージに置くことによって（図 1），サンプルを 360°撮影し，数 100～数 1000 枚の X 線透過像を記録し，それらを逆投影することによって，3 次元的な密度分布を仮想化空間に映し出すことができる。これを再構成（Reconstruction）と呼ぶ。高密度の部分は白，低密度の部分は灰色，超低密度の部分は黒色にて 3 次元画像としてコンピュータグラフィックス化される（図 2）。

### 3 XRM のメリットと主な用途

サンプルの内部構造を非破壊で観察できるということが一番のメリットと言える。つまり，装置の測定サイズ

#### 動作原理

- ① サンプルを回転させながら，X 線投影画像を記録します。
- ② 再構成ソフトウェアが，対象物の内部構造の拡大 3D イメージを作成します。
- ③ 再構成したデータから，内部構造の解析とモデリングを行います。

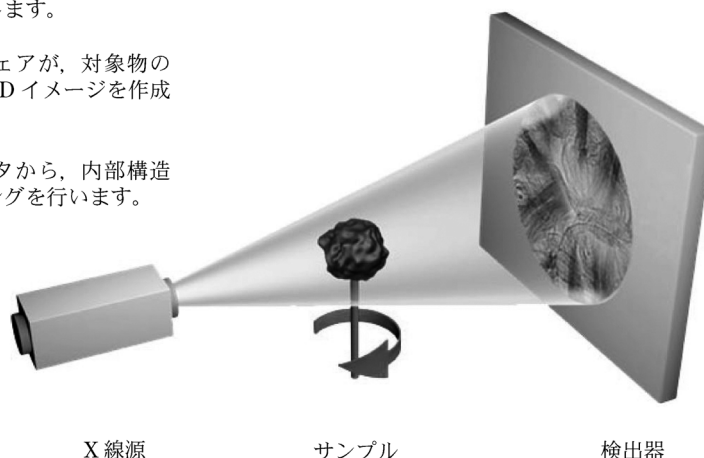


図 1 X 線マイクロ CT 装置の，一般的な光学系配置例と動作原理

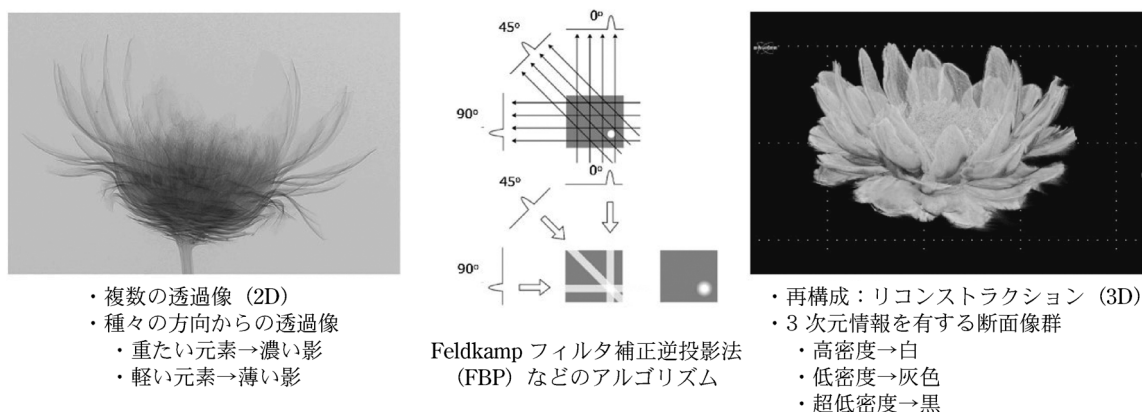


図2 記録した透過像を元にサンプルの3次元構造データをコンピュータグラフィックス化

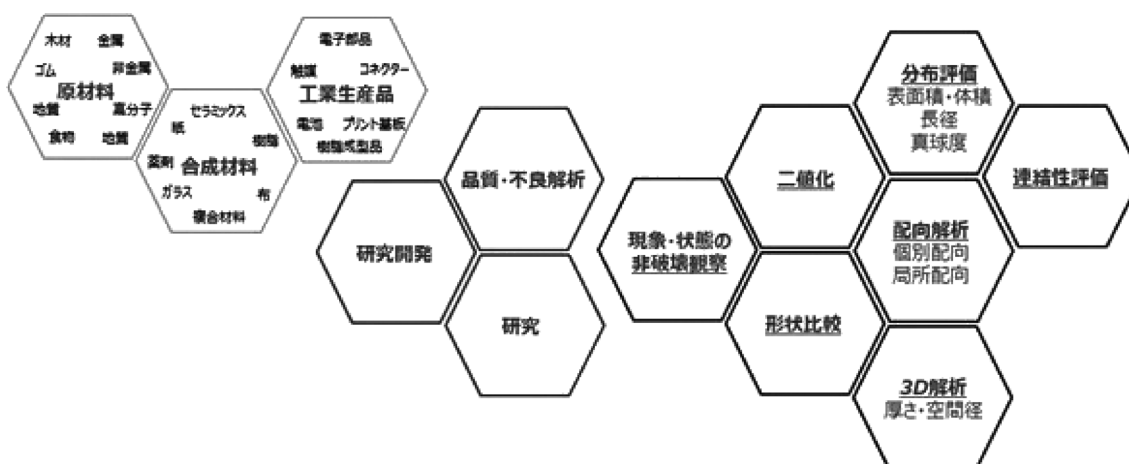


図3 材料科学分野の測定対象試料と解析パラメーター

に対応したサンプルならば、特別な前処理は必要ない。 $\mu\text{m}$ ～ $\text{nm}$  オーダーのその他の3D構造の解析手法では、対象物をカットしたり、研磨やエッチングなどの表面処理をしたり、様々な前処理を時間と手間をかけて実施することが多い。また、断面観察等で懸念される対象物へのダメージや変化が、測定結果に影響することもある。しかし、それらの前処理が不要なため、時間や手間を大幅に省くことができる。

非破壊で観察できるという特長があるため、観察対象は、原材料、合成材料、工業生産品にいたるまで幅広い。具体的には、食品中の異物観察や食感に寄与する空隙体積評価、3Dプリンター造形中のボイド観察、繊維強化樹脂の繊維配向解析やフィラー分散状態確認の用途で、使用されている。さらに、リチウムイオン電池の正極に含まれる活物質の形状評価、錠剤のコーティング厚均一性評価や微小クラックの検出にも用いられ、活用範囲は多岐に渡る(図3)。

#### 4 装置構成の条件

装置の基本性能として、得られる画像がシャープであ

ること、サンプルを透過できること、分解能が十分であることが大切である。そのための装置の構成として望ましいものの条件をここで紹介する。

1番目の条件として、X線の線源は可能な限り微小な焦点を有することが望ましい。つまり、光としての特性を有するX線が、サンプルを透過する際、焦点が小さければ小さいほどはっきりした透過像が得られるためである。サンプル測定の条件によるが、 $10\mu\text{m}\phi\sim 1\mu\text{m}\phi$ 以下の焦点を有するX線源であることが理想的である。

2番目の条件は、X線を発生する際の加速電圧についてである。加速電圧が高いほど得られるX線エネルギーも高くなり、サンプルへの透過力が大きくなる。しかし、軽元素で構成されたサンプルでは、高すぎると得られる透過像が淡く、不鮮明になる。X線が過剰に吸収、または透過すると不鮮明な透過像となるので、実験室系の装置としては20kVから100kV、可能であれば200kVまで任意に設定できる装置構成だと、幅広い材料に対応することが可能になる。

3番目としては、X線検出器である。透過像を記録するために必要なX線検出器は、通常2次元検出器が用

いられている。実験室系の XRM に搭載されるフラットパネル検出器は、比較的大型のサンプルのスキャンに使用される。より微細な領域を高分解能に観察したいというニーズには、CCD 検出器が用いられる。いずれの場合にも、拡大率と視野の関係が反比例するため、拡大率を維持したまま広い視野を得る目的で、検出器を左右にオフセットさせるオフセットスキャンの利用は有益と言える。また、サンプルを上下に移動して測定を行うオーバーサイズスキャンも有効である。

前述の三つに加えて、4 番目の条件として、サンプルと搭載するサンプルステージが柔軟であることが望ましい。最低限、 $0.1^\circ$  単位のステップ幅を指定できる回転ステージが必要である。また、様々な環境制御が行える *in-situ* ステージも選択できるとよい。これは、加熱、冷却などの温度可変や、圧縮、引っ張りという外力可変ステージが含まれる。3 次元のサンプル情報に加えて、この時間的な 4 次元情報を得ることができることから、4 次元 XRM として動力学的な解析に注目されている。

幅広い用途へ使用できる XRM 装置は、国内外の様々な会社より発売されているが、メーカーによって装置の

構成は大きく異なる。例えば、Bruker の SKYSCAN シリーズでは、装置サイズが比較的小型で、高分解能のものがラインナップされている。中でも卓上型のシステムは、特別な設備を必要としないことから導入にかかるハードルが低く、幅広い用途へ導入されている。また、据置型のシステムは、超高分解能かつ 4 種類の X 線検出器から選択でき、多様なサンプルに対応できる特長がある。これらの装置は、前述の装置構成の条件として紹介した項目もカバーしている。図 4 に Bruker のマテリアルサイエンス向け XRM、4 機種を紹介する。(a) SKYSCAN 1273 は 300 mm 径の大サンプルを搭載可能でありながら卓上型の装置で、X 線加速電圧は最大 130 kV まで出力できる装置である。(b) SKYSCAN 1272 は卓上型かつピクセル分解能  $0.35 \mu\text{m}$  の超高分解能測定が可能な装置である。(c) SKYSCAN 1275 は最短 80 秒の高速スキャンも可能な卓上型ハイスループットタイプの装置である。(d) SKYSCAN 2214 は据え置き型で、空間分解能 500 nm の超高分解能測定も直径 300 mm サンプルの搭載も可能な高分解能マルチスケールタイプの装置である。

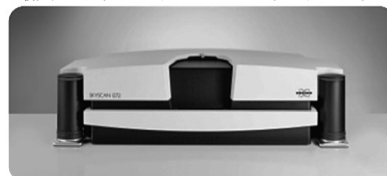
#### 大型サンプル対応卓上型 SKYSCAN 1273

- 省スペース設計でありながら高エネルギー
- 封入型マイクロフォーカス X 線源
- 自動 8 フィルターチェンジャー
- 最大サンプルサイズ：500 mm 長、300 mm 径、20 kg
- 最大スキャンサイズ：250 mm 長、250 mm 径



#### 卓上型高分解能 SKYSCAN 1272

- 超高分解能：最小ピクセルサイズ  $0.35 \mu\text{m}$
- 封入型マイクロフォーカス X 線源
- 自動 6 フィルターチェンジャー
- 最大サンプルサイズ：70 mm 長、75 mm 径
- 最大スキャンサイズ：75 mm 径 (オフセットスキャン時)



#### 高分解能マルチスケール SKYSCAN 2214

- 空間分解能  $< 500 \text{ nm}$  の超高分解能
- 4 種類の X 線源から選択でき、多様なサンプルに対応
- 開放型 X 線源を採用し、低ランニングコストを実現
- 最大サンプルサイズ：400 mm 長、300 mm 径、25 kg
- 最大スキャンサイズ (FP)：130 mm 長、140 mm 径



#### 卓上型ハイスループット SKYSCAN 1275

- 最短スキャン時間 80 秒の高速処理が可能
- 高精細フラットパネル検出器
- 最大サンプルサイズ：120-200 mm 長、96 mm 径
- 最大スキャンサイズ：120 mm 長、96 mm 径



図 4 Bruker マテリアルサイエンス向け SKYSCAN シリーズ

## 5 XRM のワークフロー

ワークフローは主に 4 ステップに分かれている。① サンプルの配置と設定、② 透過像を取得するスキャン、③ 3 次元画像を構築する再構成、④ 結果画像の観察、さらには得られた結果を用いた数値解析のプロセスから成る。

### ① サンプルの配置と設定

まずステップ① サンプルの配置では、ステップ 1-1 としてサンプルの準備と固定が必要である。スキャン中にサンプルが動いてしまうと、正しい位置情報が得られず、再構成画面にぶれが発生するため、しっかりと固定する。また、水分を多く含むサンプルや大気中で変形してしまうサンプルは固定方法を配慮する必要がある。

ステップ 1-2 として、スキャン位置を決定する。ピクセル分解能は、X 線焦点からサンプルおよび検出器までの距離に依存するため、最適な視野を得る位置を決定する。この際、X 線の減衰や最適なフィルターの利用も考慮に入れる。フィルターはある一定以下のエネルギーの X 線量を抑えることで X 線ビームの平均エネルギーを上げる効果がある。より厚い、原子番号の大きいフィルターを選択することで X 線ビームの平均エネルギーは増加する。

ステップ 1-3 は、スキャン条件である。何度ごとに透過像を撮影するのかを決定する「回転ステップ」を決める。より小さいステップ角度で多くの撮影をすれば画面の鮮明さが向上する。次に、1 枚の透過像を取得する際に、複数のフレームを繰り返し取得し平均化することで、統計変動誤差を抑える「フレームアベレージング」を設定する。フレームを増やすほどノイズが減少するが、フレームを 2 倍にするとスキャン時間も 2 倍になるため、画質とスキャン時間のバランスを考える必要がある。さらに、180°ハーフスキャンか、360°フルスキャンを選択する。透過像は、180°ハーフスキャンで十分に 360°の情報を有するが、サンプル内に密度の異なる領域が不均一に分布している場合や非対称な形状のサンプルの場合は 360°フルスキャンを推奨する。

### ② 透過像を取得するスキャン

ステップ①の設定を終えたら実際にスキャンに移る。XRM では、前述のように複数の透過像を撮るため、その測定には時間を要する。高速条件で 1~2 分、高分解能な精密スキャンでは 5 時間を超えるような場合もある。長時間のスキャンにおいては、サンプルのドリフトや X 線源、検出器などの安定性、短時間スキャンにおいてはノイズといった要因も無視できない。それらの効果が再構成したデータ中に観察されることもあり、一般的にはアーチファクト（Artifact：不自然な結果）と

呼ばれる。アーチファクトは再構成パラメーターの設定により軽減することができる。

### ③ 3 次元画像を構築する再構成

原理の項で述べたように、再構成は、取得した複数の透過像を断層画像に変換する処理である。断層画像を重ね合わせることで 3 次元の画像データが取得できる。コンピュータの発展と共に、処理が高速化しており、近年では 4000×4000×2400 ピクセルのような大容量データセットも 30 分程度の時間で再構成が可能になっている。

### ④ 結果画像の観察、数値解析のプロセス

得られた 3 次元画像情報を用いて、様々な解析を行うことができる。簡便な表示解析としては、3 断面表示がある。サンプルの任意の場所を起点に、X-Y, X-Z, Y-Z の直交 3 断面を抽出して表示する。これにより、サンプル内部の異物や欠陥などの把握ができる。また、3 次元情報をコンピュータグラフィックスにより美しく可視化するボリュームレンダリングは、3D CAD のように任意にサンプルを回転させる機能や、特定の方向にスライスするバーチャルカット、一部の情報を切り取るクリッピングが行える。この組み合わせにより、サンプルの内部情報がより詳細に、かつリアルティのある状態で表示することができる。画像解析技術を応用すれば、サンプル内部の空孔、粒子径の分布解析、繊維の配向や長さの評価、層構造の厚み分布など、材料内部情報の数値化にも対応する。

## 6 測定例

XRM が導入されている市場の代表的な例を三つ紹介する。

製薬業界では、錠剤や顆粒の開発と生産におけるプロセスにて XRM が活用できる。例えば、図 5(a) に示したように、顆粒の内部構造が観察できている。顆粒中の、層構造や空隙が確認された。これは SKYSCAN 1272 を使用して観察した例である。層構造の厚みや均一性の評価、空隙の分布を解析することもできる。図 5(b) はカプセル剤の測定例である。オーバーサイズスキャンを使用することにより、高分解能を保ちながらカプセル全体を測定することができる。また、カプセルの破壊をせずに内部の粒子が確認できる。さらに粒子内部には高密度の薬効成分も観察できる。

次に、自動車や土木建築などの分野で幅広く使用されている CFRP（炭素繊維強化プラスチック）の測定例を図 6 に示した。表層から 8  $\mu\text{m}$ 、2 mm の繊維配向を観察したものを、配向角 15°ごとに色分けをし、個数パーセントを分布グラフで表示した。表層から近い 8  $\mu\text{m}$  はランダムに配向しているのに対し、表層から 2



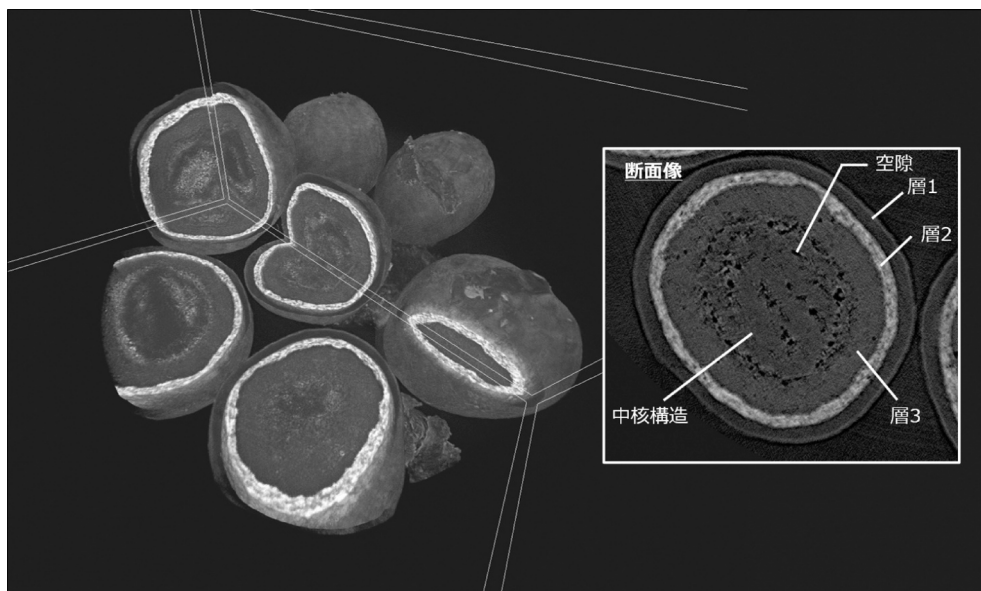


図5 薬剤の測定例 (a) 顆粒の測定例

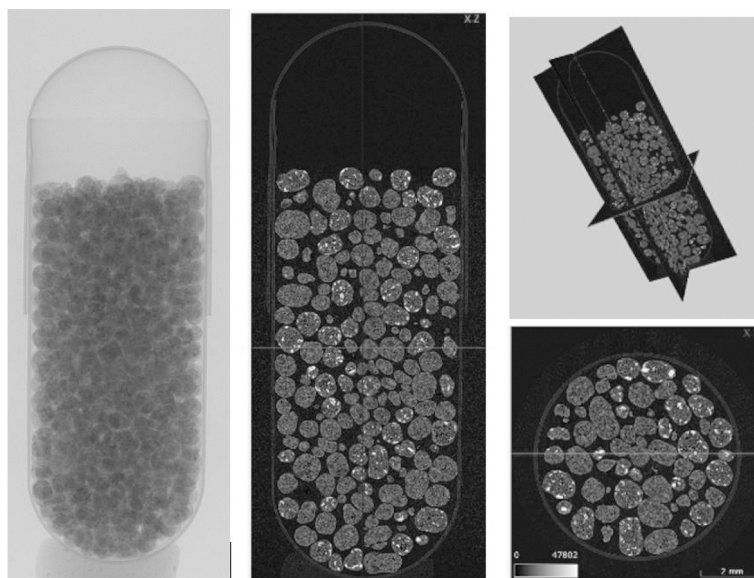


図5 薬剤の測定例 (b) カプセル剤の測定例

mm の内部層は  $0^\circ$  もしくは  $180^\circ$  が多く、横に配向している繊維割合が多い。このように、表層からの距離によって繊維配向の傾向が異なることが確認された。繊維方向は強度、均質性を把握する際の重要なパラメーターである。

最後に、3D プリンター造形物（アルミニウム製）の測定例を図7に示した。3D プリンターは3D CAD の設計データに基づき樹脂から金属まで各種素材を出力して立体モデルを成形する機械であるが、必ずしも設計通りに完成するとは限らない。それを評価するため、スキャン結果と設計データの偏差を色分けし、3D 観察する手法は有効である。SKYSCAN 1275 にて測定し、設計データと比較した。白色で表示した偏差が小さい箇所に

対して、偏差が正に大きい箇所を灰色、負に大きい箇所を黒色で表すことで、偏差の3D 分布がわかりやすく把握できる。

## 7 まとめ

本稿で紹介したように、XRM は非破壊で内部情報を取得できるため、活用事例は多岐に渡る。原材料、合成材料、工業生産品の内部構造を明らかにし、その可能性を拓く XRM が、今後も様々な分野で活用されることを期待する。

## 文 献

- 1) 岸本俊二，田中義人：“放射光ユーザーのための検出器ガイ

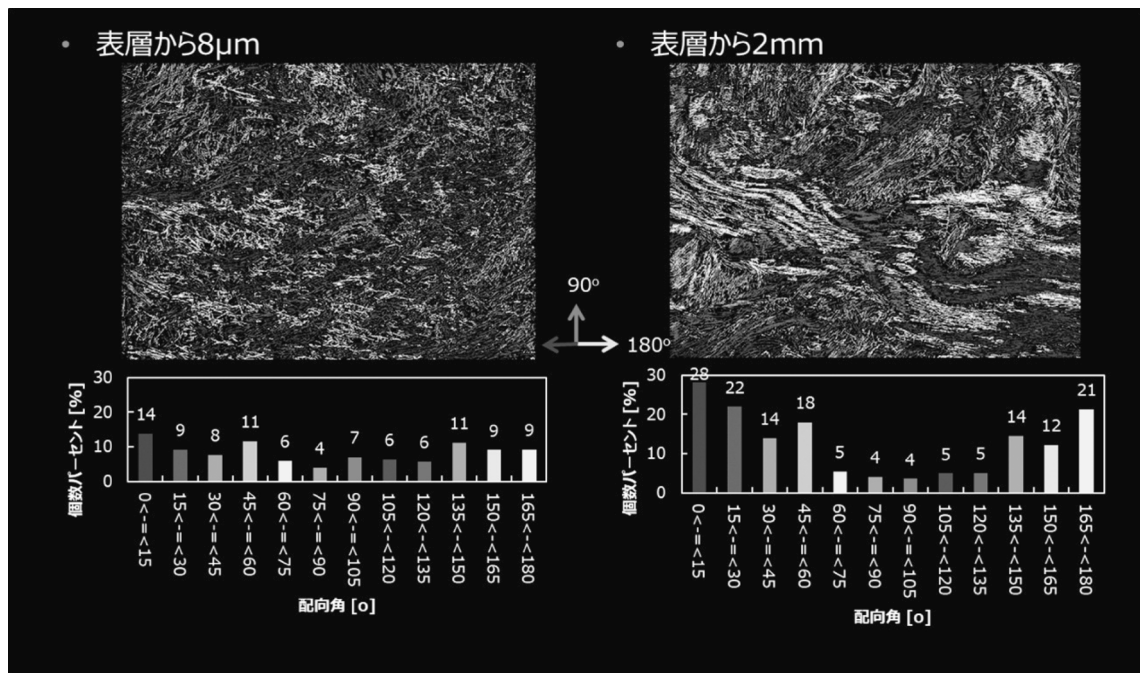


図 6 CFRP（炭素繊維強化プラスチック）の測定例

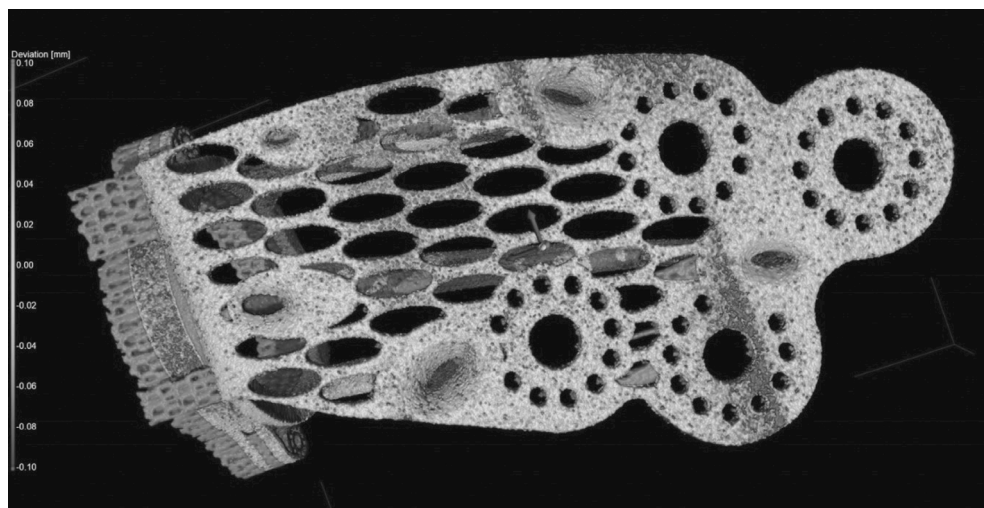


図 7 3D プリンター造形物の測定例と CAD データとの比較

- ドー原理と使い方”，(2011)，(講談社)。
- 2) 浅野 晃，浅野千恵，木森義隆，棟安実治，延原 肇，藤尾光彦：“非線形画像・信号処理（モルフォロジーの基礎と応用）”，(2010)，(丸善株式会社)。
  - 3) 戸田裕之：“X 線 CT”，(2019)，(共立出版)。
  - 4) S. Zabler, M. Ullherr, C. Fella, R. Schielein, O. Focke, B. Zeller-Plumho, P. Lhuissier, W. DeBoever, R. Hanke: *Nucl. Instrum. Meth. A*, **951**, 162992 (2020)。
  - 5) M. Ullherr, A. Balles, C. Fella, S. Zabler: *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A*, **877**, 44 (2018)。



中山 悠 (HARUKA NAKAYAMA)  
ブルカージャパン株式会社 X 線事業部アプリケーション部 (〒221-0022 神奈川県横浜市神奈川区守屋町 3-9)。信州大学大学院修士課程修了。



高杉早苗 (SANAЕ TAKASUGI)  
ブルカージャパン株式会社 X 線事業部アプリケーション部 (〒221-0022 神奈川県横浜市神奈川区守屋町 3-9)。東京工業大学大学院理工学研究科修士課程修了。

会社ホームページ URL :

[www.bruker.com/ja](http://www.bruker.com/ja)

関連製品ページ URL :

<https://www.bruker.com/ja/products-and-solutions/microscopes/3d-x-ray-microscopes.html>

## 原 稿 募 集

「技術紹介」の原稿を募集しています

対象：以下のような分析機器，分析手法に関する紹介・解説記事

- 1) 分析機器の特徴や性能および機器開発に関わる技術，
- 2) 分析手法の特徴および手法開発に関わる技術，
- 3) 分析機器および分析手法の応用例，
- 4) 分析に必要な試薬や水および雰囲気などに関する情報・解説，
- 5) 前処理や試料の取扱い等に関する情報・解説・注意事項，
- 6) その他，分析機器の性能を十分に引き出すために有用な

情報など

新規性：本記事の内容に関しては，新規性は一切問いません。新規の装置や技術である必要はなく，既存の装置や技術に関わるもので構いません。また，社会的要求が高いテーマや関連技術については，データや知見の追加などにより繰り返し紹介していただいても構いません。

お問い合わせ先：

日本分析化学会『ぶんせき』編集委員会

[E-mail : [bunseki@jsac.or.jp](mailto:bunseki@jsac.or.jp)]