

JST放射光利用技術分野 高輝度X線を用いた新しいイメージング技術の開発

1. 拡散板を用いた視野拡大の実験

屈折コントラスト投影イメージング法に関しては、BL20XUにおける高速撮影法の研究を進める計画であった。BL20XUのビームサイズは最下流の実験ステーションでも水平5mm、垂直2mmであり投影イメージングでの血管造影等には不十分である。また、2001年度のテストでは分光結晶の冷却材のフローによると思われる光軸の振動により高速撮影時の視野の時間的均一性が得られていなかった。この問題を解決するために拡散板を用いて適当なビーム拡大を行うと同時に、拡散板を光軸の振動より高速で振動させることにより視野の均一性と時間安定性を得ることを考えた。

拡散板はSiCの研磨剤（#800）を塗布した研磨布である。図1,2に拡散板によるビーム拡散を23keVのX線で測定した結果を示す。透過率約50%で23micro-radの角度広がりが得られている。実験ハッチ1に拡散板を置いた場合、実験ハッチ2までの距離は約170mであるので、ビームサイズは半値幅5mm以上に拡大される。

図3にこれによって拡大されたビームを用いて屈折コントラストイメージングを行った一例を示す。視野6.5mmのイメージ検出器のほぼ全面で均一な画像が得られていることが分かる。画像の辺縁部が暗いのはリレーレンズ光学系によるfadingである。また、試料であるシリカピーズの周囲に現れている屈折コントラストからX線ビームの平行性も十分であることが確認された。高速カメラによる撮影

では露光時間1ミリ秒程度でも十分なS/N比の画像が得られており、この手法で血管造影等の高速イメージングが可能になったと言える。

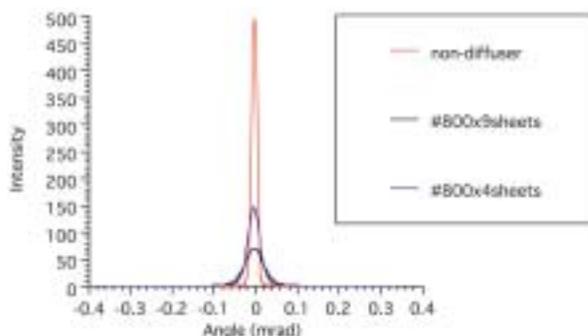


図2 拡散板を透過したビームのプロファイル（X線エネルギー：23 keV）

2. 蛍光X線結像顕微鏡の開発

新しいイメージング法として蛍光X線結像型線頭顕微鏡の開発を始めた。この方法は試料からの蛍光X線を結像光学系とX線画像検出器を用いて一度に二次元分布計測を行う方法である。最初の実験ではレンズに相当する集光結像光学系を用いずに、ピンホールカメラの光学のテストを行った。図4にその結果の一例を示す。サンプルはSUSメッシュ（400メッシュ/インチ）であり、励起X線エネルギーは7.2keVである。信号は大部分 Fe K線と考えられる。本実

拡散板の下流2.2mでのBM2による画像

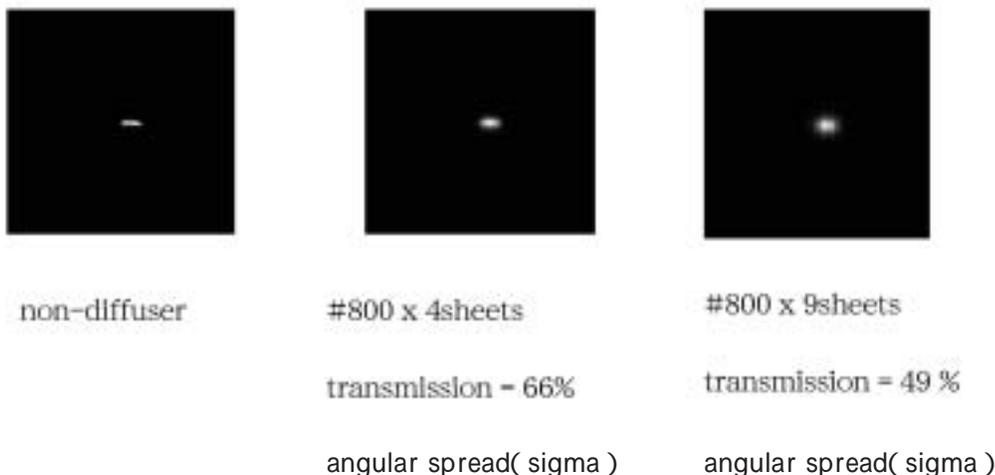


図1 X線用ビーム拡散板の実験結果（X線エネルギー：23 keV）

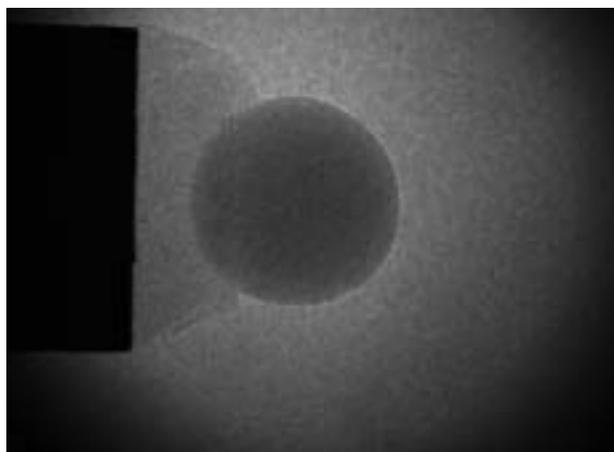


図3 拡散板により拡大されたビームを用いたの屈折コントラストイメージングの例
 Sample : silica ball, diameter of 2 mm.
 X-ray energy : 24 keV, Sample-detector Distance : 3 m, Field of view : 6.5mmx6.5mm.

験での空間分解能は、基本的にピンホール径で制限されており、20ミクロン程度である。

この空間分解能を向上させるために、フレネルゾーンプレートを集光結像光学素子を用いた蛍光X線結像顕微鏡の実験を試みた。図5にその一例を示すが、光学系の倍率7.2倍（実効画素サイズ1.7ミクロン）でテスト試料の画像が測定出来ている。蛍光X線のバンド幅は 10^{-3} 程度であるのでFZPの色収差が無視できる条件が成立している。試料中に多種の元素が含まれる場合でも、直接撮像型CCDのエネルギー弁別能を利用することで蛍光X線結像顕微鏡が可能と考えられる。本実験ではハッチと定盤の大きさに光学系の倍率が制限されていた為に空間分解能は2ミクロン程度であるが、FZP自体は最外線幅で決められる回折限

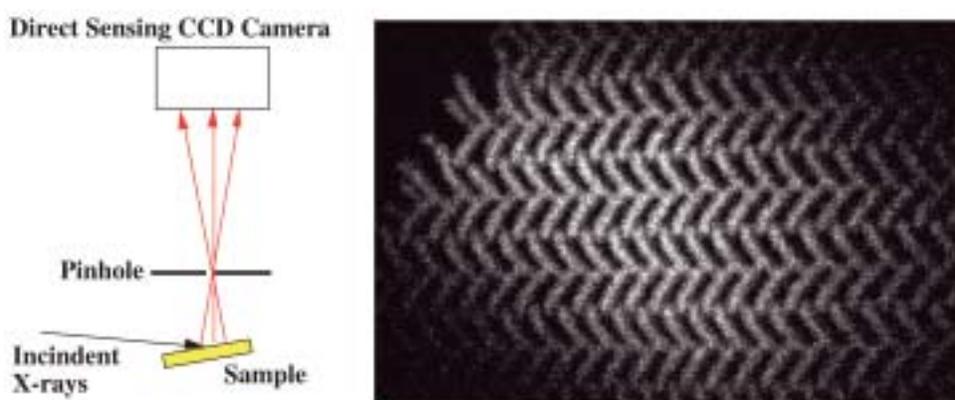
界の分解能を持っていることは確認されており、原理的には0.1ミクロン分解能の蛍光X線結像顕微鏡が可能である。

3. ヒトのガン組織における微量金属元素分布に関するマイクロビームを用いた走査型蛍光X線顕微法による研究

ヒト肝臓ガン組織におけるFe, Zn, Cuの分布計測を試みた。現状ではオンラインの可視光顕微鏡やSEMが無いために、測定部位の同定が困難である。そこで微量元素に関する感度を実際の試料で見積もるのが今回の実験の主な目的になっている。実験ではヒト肝臓ガン組織をパラフィン包埋して5ミクロンの厚さの薄片に切断したものを試料とした。また、肝臓ガン細胞をZnの濃度の異なる培地で培養したものも測定した。

実験はBL47XUで行った。FZPを用いた集光ビームを生成し、試料のラスタスキャンで二次元像を測定する走査型顕微法である。試料からの蛍光X線はSDD (Silicon Drift Detector, Roentec) でエネルギー分析し、DSP (Digital Signal Processor) により適当な波高のウィンド幅に対応するX線信号を出力して、これを汎用のカウンタタイマーで計数した。X線エネルギーは10keVで行なった。この条件での集光ビームサイズは半値幅で $0.4\mu\text{m}$ (水平) $\times 0.6\mu\text{m}$ (垂直)であった。また、集光ビームの全フラックスは $8 \times 10^6 \text{ photons/s}$ であった。試料表面は光軸に対して45度の角度で傾けて配置しており、SDDは光軸から90度の方向（水平直線偏光している入射ビームの電場ベクトル方向）に配置して弾性散乱のバックグラウンドを低減している。

測定した画像の一例を図7に示す。試料入射ビーム強度と検出器の立体角から見積もられたZuとCuの濃度はそれぞれ1ppm、0.5ppmである。この実験の試料は厚さ $5\mu\text{m}$



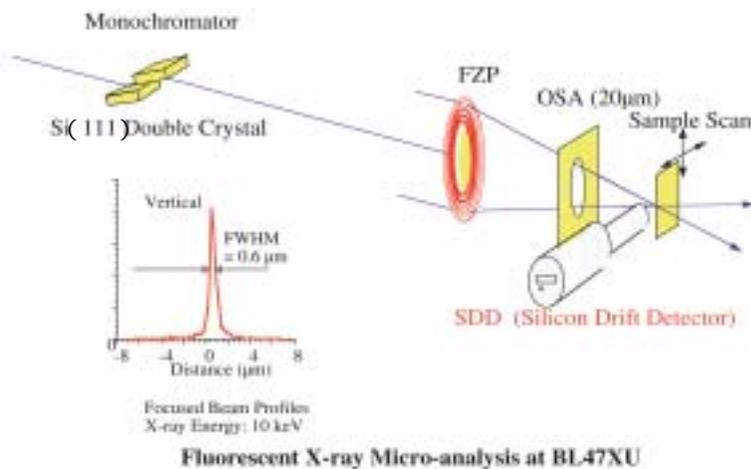
Sample: SUS mesh (#400),
 Pinhole: 20 micron in diameter,
 Pinhole-sample distance: 46 mm, Magnification: 3.36,
 Detector: Direct sensing CCD, Hamamatsu Photonics C4880-50-24DB,
 Conversion pixel size: $3.6\mu\text{m}$, Field of view: 1 mm x 1.3 mm,
 Exposure time: 60 s.

図4 ピンホール光学系による蛍光X線イメージング



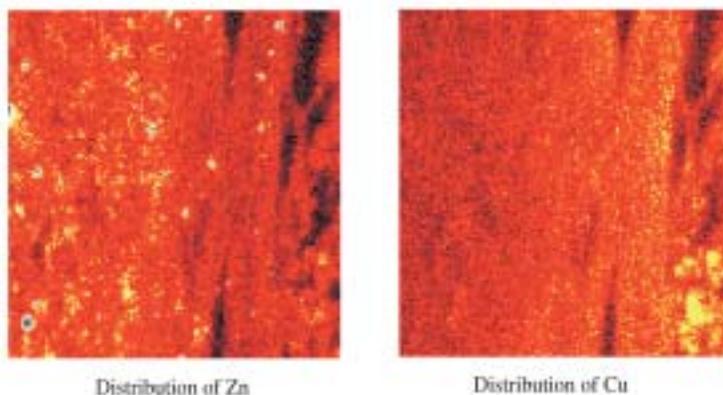
Sample: SUS mesh (#400),
 Incident X-ray energy: 7.2 keV
 FZP: Diameter of 150 μm, outermost zone width of 0.1 μm,
 FZP-sample distance: 91.05 mm, Magnification: 7.23,
 Detector: Direct sensing CCD, Hamamatsu Photonics C4880-50-24DB,
 Conversion pixel size: 1.7 μm,
 Exposure time: 150 s x 30 frame.

図5 F Z P 結像光学系を用いた蛍光 X 線イメージング



Fluorescent X-ray Micro-analysis at BL47XU

図6 走査型顕微鏡装置図



Distribution of Zn

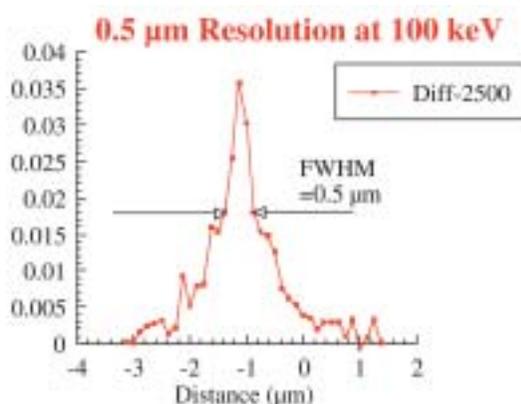
Distribution of Cu

Scanning Microscopy Images of Human Liver Cancer

Sample Thickness: ~5 μm,
 150 x 150 pixels, 2 μm pixels size,
 signal integration time: 0.2s/pixel.
 Density of Zn: ~ 1 ppm, Density of Cu: ~0.5 ppm.

Detection Limit < 1 ppm

図7 走査型 X 線顕微鏡による微量元素マッピング



X-ray wavelength: 0.124 Å (100 keV), $f \sim 900$ mm,
 Cu/Al sputtered-sliced FZP (70 layers),
 Core (beam stop): Au 50 μm in diameter,
 Outermost zone width: 0.16 μm ,
 Thickness: ~ 180 μm .

Focused Beam Profile Measured by Edge-scan @BL20XU

図8 集光ビームサイズ測定結果

の薄片であるが、遷移金属であれば、1ppm以下の濃度でも十分な精度で測定可能なことが確かめられた。これは今後のマイクロビームを用いた生体試料の微量元素分析が十分可能であることを示している。

4. 100 keV X線マイクロビーム

本研究プログラムでもっとも精力的に行われていた研究は積層型ゾーンプレートの開発である。この形式のゾーンプレートは厚さの制限がほとんどないので高エネルギーX線に対する集光結像光学素子としての利用が期待されている。2002年度ではBL20XUで113keVまでの高エネルギーで比較的高コヒーレンスの良いビームが得られるようになったことから、高エネルギー領域での光学素子のテストを進めた。その結果、図8に示すように100keVのX線にたいしてもサブミクロンの集光スポットが実現されていることがわかった。

利用研究促進部門
 顕微分析グループ
 鈴木 芳生