

# 低温型位相コントラストX線CT技術の開発

## 南極氷中のエアハイドレートの三次元可視化に成功

位相コントラストX線CT法は、従来のX線CT法に比べて軽元素ではおよそ1000倍の高い密度分解能をもつ三次元の可視化法である。しかし、試料部の温度変化や振動により測定が困難になることから、室温以外の環境では測定が行われてこなかった。今回、位相コントラストX線CT用の低温試料容器を開発することにより、エアハイドレートの三次元可視化と密度測定が可能になった。この計測技術は、生体物質の低温測定、各種の機能性材料の“その場”観察など、様々な用途に応用できる方法である。

Phase-contrast X-ray CT is considered to be a powerful tool for nondestructive observation due to its high density resolution. We developed a cryochamber and a liquid cell, which enabled low-temperature X-ray CT measurements from  $-80^{\circ}\text{C}$  to room temperature. A non-destructive observation and the result of absolute density analysis of air clathrate hydrates in ice core are shown here. The technique can be applied to the imaging of temperature-induced phase or compositional change of various materials.

### 位相コントラストX線CT

医療用、産業用などで普及している吸収コントラストX線CT法は、X線が物質を透過する際の透過率(吸収率)の変化をコントラストとして三次元の画像にするものである。これに対して、位相コントラストX線CT法は、X線が物質を透過する際に生じる位相変化をコントラストとして三次元の画像にする方法である。この方法は、X線の吸収率が小さい軽元素(水素、炭素、酸素など)で構成されている試料に対しては、従来の吸収コントラストX線CT法に比べて密度分解能が1000倍ほど高い。このため、吸収コントラストX線CT法では困難であった密度差の小さ

な有機材料や生体物質の可視化も可能になる。しかし、位相コントラストX線CT法は、試料部の温度変化や振動によるノイズや、干渉計による制限が多いことから、特殊な環境下での測定は困難で、室温下での測定に限定されていた。

今回、低温型位相コントラストX線CT技術を開発することにより(図1)、 $-80^{\circ}\text{C}$ ~室温での位相コントラストX線CT測定が可能になった。試料サイズは直径15mm、高さ20mm以下で、空間分解能は50 $\mu\text{m}$ を実現している。

竹谷 敏 たけや さとし  
s.takeya@aist.go.jp  
計測フロンティア研究部門  
ナノ移動解析研究グループ 研究員  
(つくばセンター)

2000年北海道工業技術研究所に入所。2001年組織改変により、産業技術総合研究所エネルギー利用研究部門研究員。2004年計測フロンティア研究部門研究員、現在に至る。入所以来、X線回折手法およびX線CT手法による物質が機能を発現する温度・圧力条件下でのその場観察の手法の開発から、物質の変化過程のメカニズムの解析を行ってきた。現在は、次世代のエネルギー源として期待されている燃料電池の固体電解質などを主な対象とし、空間的、時間的に変移・遷移する現象を計測するための研究開発に取り組んでいる。

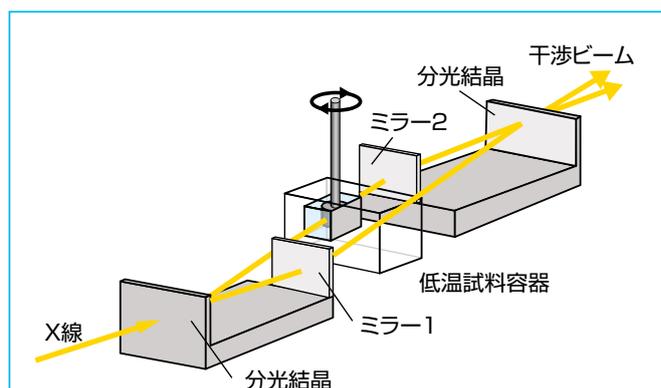
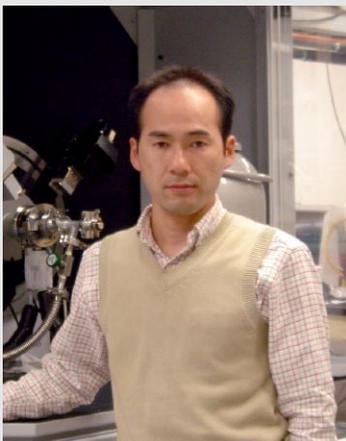


図1 低温型位相コントラストX線CT測定手法

## 低温測定技術

一般的な試料の冷却方法としては、冷媒循環による方法やガス吹き付け法などがある。しかし位相コントラストX線CT法では、冷媒循環にともなう機械的振動が問題となる。また、試料表面でのX線の散乱にともなうノイズを防ぐため、試料を密度が同程度の液体中で測定するので、吹き付け法を用いることもできない。

この研究で開発した低温試料容器の中には（図2）、ポリプロピレン製のX線透過窓を備えた液体容器を設置し、電的に内部の液体の温度を制御する。この際の液体は、低温でも液体状態を保ち、測定試料と密度が同程度のものを選定する必要がある。この方法によれば、数時間の連続測定が可能である。

## エアハイドレートの観察

エアハイドレートとは、水分子によって形成されるカゴ型構造の内部に空気（窒素、酸素など）を包接する水和化合物である（図3a）。この結晶は、無色透明で、体積の200倍近い空気を含んでいる。南極で掘削された氷床水中のエアハイドレートは、過去数十万年の大気を結晶中に保存しているため、地球が経験した環境変動を読み取る指標として注目されてきた。しかし、エアハイドレートの結晶粒子とまわりの氷との密度差が非常に小さいため、従来のX線CT法などではエアハイドレートと氷との識別ができなかった。図3bは、高エネルギー加速器研究機構の放射光（35keV）を用いて、酢酸メチルの液体中で測定した位相コントラストX線CTによる三次元の画像である。この方法では、数 $\text{mg}/\text{cm}^3$ の密度分解能で密度の測定ができ、エアハイドレート結晶粒子の密度は $-40^\circ\text{C}$ では、周囲の氷（ $923\text{mg}/\text{cm}^3$ ）よりも

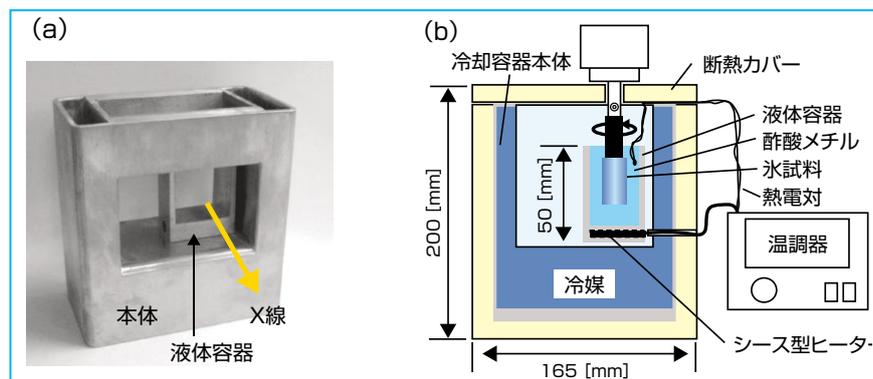


図2 低温試料容器 (a) 冷却容器本体および液体容器 (b) 低温試料容器の測定時の構成図

$14\text{mg}/\text{cm}^3$ 大きく、密度 $937\text{mg}/\text{cm}^3$ であることがわかった。さらに、エアハイドレートの結晶粒子の密度の個体差が観測されており、それはエアハイドレート粒子に含まれる窒素・酸素などの組成と量の違いによるものと予想される。

## 今後の展開

測定時間の短縮により、この方法の分析・解析ツールとしての高効率化を図る。また、低温や高温の環境下など制御された環境下でのその場観察は、機能性材料や生体組織などの機能発現の機構解明に有効なので、測定可能温度を高温域へ広げることにより、新たな“その場”観察の手法としての展開を図りたい。

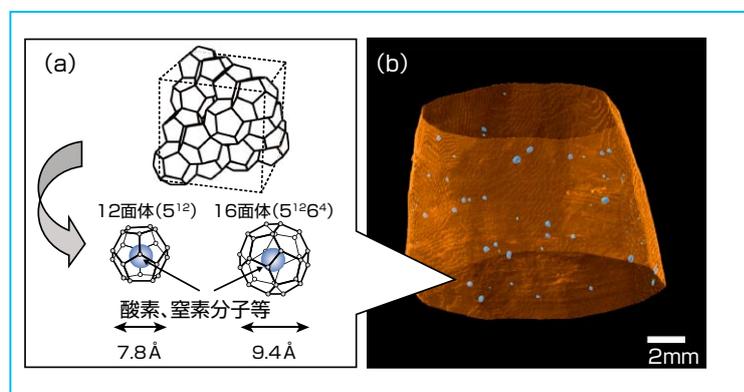


図3 エアハイドレート

(a) エアハイドレート結晶の構造

(b) 位相差コントラストX線CT法による観察結果。青色の粒がエアハイドレート結晶粒、円柱形の氷（外形をオレンジ色で描写）を横から透視して見た様子

### 関連情報：

- この研究に用いられた氷コア試料は、南極地域観測隊が南極ドームふじにて採取したものの一部である。
- 参考文献 S.Takeya et al.: Rev. Sci. Instrum. Vol.77, 053705 (2006).
- プレス発表 2006年7月25日：「南極氷中のエアハイドレートの三次元的な可視化に初めて成功」
- 朝日新聞、日本経済新聞、日刊工業新聞他 2006年7月26日号
- 共同研究者 本田一匡（計測フロンティア研究部門）、米山明男（㈱日立製作所）、武田徹（筑波大学）、兵藤一行（高エネルギー加速器研究機構）、平井康晴（佐賀県立九州シンクロトロン光研究センター）、本堂武夫、奥山純一（北海道大学）