

## 標準試料を用いた X 線屈折コントラスト法の 検出可能最少屈折角の決定

### Determination of minimum detectable refraction angle in X-ray diffraction-enhanced imaging via standard test piece

水野 薫<sup>1,\*</sup>, 藤森 茜<sup>2</sup>, 岡本博之<sup>3</sup>

<sup>1</sup> 島根大学総合理工学部 〒690-8504 松江市西川津町 1060

<sup>2</sup> つくば国際大学診療放射線学科 〒300-0051 茨城県土浦市真鍋 6-20-1

<sup>3</sup> 金沢大学医薬保健研究域 〒920-0942 金沢市小立野 5-11-80

Kaoru Mizuno<sup>1,\*</sup>, Akane Fujimori<sup>2</sup>, Hiroyuki Okamoto<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Shimane University, 1060 Nishikawatsu, Matsue, 690-8504, Japan

<sup>2</sup> Tsukuba International University, 6-2-1 Manabe, Tsuchiura, 300-0051, Japan

<sup>3</sup> Kanazawa University, 5-11-80 Kodatsuno, Kanazawa, 920-0942, Japan

#### 1 はじめに

医療用レントゲン写真のように高エネルギー X 線を用いたイメージング技術は古くから利用されてきた。この手法は物質中を X 線が透過する際に、吸収される X 線が経路により異なることからコントラストが発生する。[1] 近年、物質中を異なる経路で通過するとき生じる位相差を画像化する手法が開発され、位相コントラスト法または屈折コントラスト法と呼ばれている。[2-6] この手法では高い平行度を必要とするためシンクロトロンから発生する放射光 X 線を用いる必要があるが、吸収差の小さな材料でも高感度でコントラストを発生させることが可能であり、医学、生物学さらには材料科学において有力なイメージング法になりつつある。[7-11]

位相差からコントラストを生じさせる方法として大きく分けて 3 種類の方法がある。すなわち、干渉計を用いる方法(grating interferometry: GI)[12]、伝播による方法(propagation-based imaging: PBI)[13]さらにアナライザーによる方法(analyser-based imaging: ABI)[6]である。もっとも単純な光学系からなる PBI 法を用いた医療診断用装置はコニカミノルタ社から商品として販売されている。[14] ABI 法の代表的な例である回折強調イメージング法(diffraction-enhanced imaging: DEI)は試料による X 線の吸収強度と屈折強度を分離できるため、画像の定量的な処理が可能である。最近、Laue case の回折を利用したアナライザーを用いて、回折波と透過波で同時に画像を取得できる暗視野法(dark-field imaging: DFI)も報告されている。[15,16] 一方、立体的な像を得るためにコンピュータ断層撮影(computed tomography: CT)の研究も盛んに行われている。[17,18] さらに DEI 法の総説も Rigon によって出版されている。[19]

X 線屈折コントラスト法を用いて物理現象における活性化エネルギーの決定のような定量的な研究が数多く報告されている。[20] また Huang らは DEI 法

における屈折角分解能のコンピュータシミュレーションを行っている。[21] しかし、DEI 法における分解能は屈折率に加え、X 線の試料への入射角にも依存する。そのため実験的に分解能の絶対値を決定することは原理的に不可能である。そこで本研究では DEI 装置の性能評価の目安となる検出可能な最少の屈折角を測定できる標準試料を考案して、KEK-PF で組み立てた DEI 装置の最少の屈折角を測定した。

#### 2 実験

一般に、X 線屈折コントラスト法で得られた画像の分解能は空間成分およびコントラスト成分により決定される。空間分解能は吸収コントラストイメージング法で用いられるマンモグラフィ用認定ファントム GAMMEX 156 を使用して従来と同様な方法で評価することができる。コントラスト分解能は試料での屈折と吸収の影響を受ける。屈折による分解能は、X 線の試料への入射角および試料の密度により決定される。したがって、コントラスト分解能を実験的に決定することは不可能である。しかし、実際の医学診断に DEI 装置を使用する場合には、事前に装置の性能を評価する必要がある。そのため、本研究では検出可能な最少の屈折角を測定する新しい方法を提案する。

屈折率  $n$  が場所の関数であるならば、図 1(a)に示すような厚さ  $d$  の試料中を X 線が  $y$  方向に透過する場合を考える。 $y$  方向の光学距離  $N(x)$  は次式で表される。

$$N(x) = \int_d n(x, y) dy. \quad (1)$$

一般に波の屈折は透過後の波頭の勾配により決定される。したがって屈折角  $\Delta\theta$  は  $x$  方向の光路差の変化率で次式のように表される

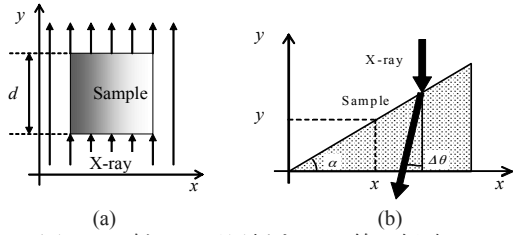


図 1. 入射および屈折する X 線の経路.

$$\Delta\theta = \frac{dN(x)}{dx} \quad (2)$$

均一な屈折率を有する図 1 (b)のようなクサビ状の試料において光路差は次式のようなになる

$$N(x) = \int_d n(x, y) dy = 1 \cdot (d - y) + ny. \quad (3)$$

試料を透過した後の屈折角は

$$\Delta\theta = \frac{dN}{dx} = -\frac{dy}{dx} + n \frac{dy}{dx} \quad (4)$$

屈折率  $n$  の実数部は一般に次式のように与えられる

$$n = 1 - \delta. \quad (5)$$

その結果(4)は次式のようなになる

$$\Delta\theta = \frac{dN}{dx} = -\frac{dy}{dx} + (1 - \delta) \frac{dy}{dx} = -\delta \frac{dy}{dx} \quad (6)$$

図のようにクサビ状試料の傾き角を  $\alpha$  とすれば、

$$\frac{dy}{dx} = \tan \alpha. \quad (7)$$

角度は絶対値だけ考慮すれば良いので

$$\Delta\theta = |-\delta \tan \alpha| = \delta \tan \alpha, \quad (8)$$

ただし、30keV X 線に対するアクリルの屈折率の実数部は  $\delta=2.7 \times 10^{-7}$  である。したがって、DEI 法では、コントラストは屈折角  $\Delta\theta$  に依存して変化するので、最終的には試料の底角  $\alpha$  によって決定される。

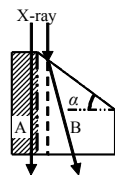


図 2. 標準試料における屈折の原理.

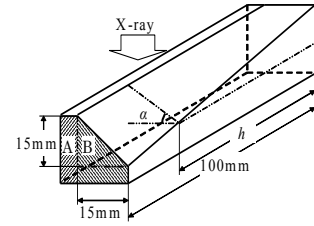


図 3. 標準試料の形状.

図 2 は本研究で用いられた標準試料の原理を示している。X 線の入射方向に垂直な平坦面 A とは異なり、傾斜した面 B に入射した X 線は底角  $\alpha$  に依存した角度で屈折する。もし屈折角が角度分解能よりも大きい場合には、アナライザー結晶での回折後にコントラストが発生する。DEI 法のコントラストは X 線の屈折により生じる。そのため、試料の密度変化と入射角により屈折の大きさは決まる。従って屈折角を密度変化か入射角だけで一義的に決定することは不可能である。しかしながら、最少の検出できる屈折角を決定することは DEI 法を利用している装置の性能評価に非常に重要である。本研究で用いられたアクリル製の五角柱状標準試料を図 3 に示す。この試料では底角  $\alpha$  が連続的に変化し、その大きさは次式に示すように底面からの距離により決まるような形状をしている。

$$\tan \alpha = \frac{h}{100}, \quad (9)$$

ただし、 $h$  は底面からの距離である。

本研究は高エネルギー加速器研究機構(KEK)のフotonファクトリー(PF)の精密 X 線光学ステーション(BL-14B)で実施した。図 4 に本実験に用いた装置のセットアップを図示する。333 反射を用いた Si モノクロメーターにより白色 X 線より 30keV の X 線を得た。コリメーターとアナライザーは Si 結晶から切り出し、表面は機械化学的研磨を行い欠陥と歪みを取り除いた。コリメーターは  $10^\circ$  のオフ角を有し、440 回折面を用いた。アナライザーも 440 回折条件に調節した。標準試料とアナライザーおよびカメラ間の距離はそれぞれ 0.2 および 0.3m とした。標準試料を入れていない場合のアナライザーからの回折強度曲線を図 5 に示す。この回折強度曲線の半値幅

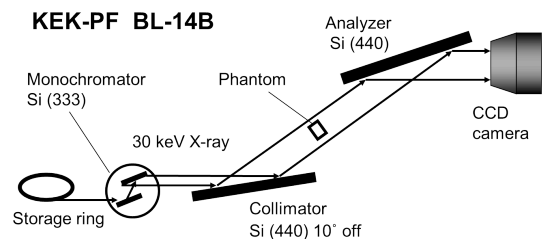


図 4. DEI 法の実験配置

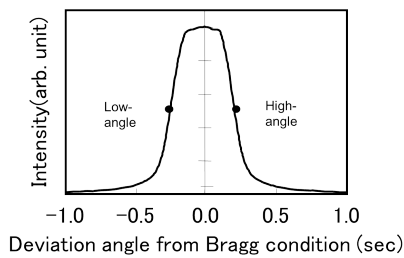


図 5. 測定されて回折強度曲線

は 0.5°程度である。アナライザーからの回折線は CCD カメラ（フットニックサイエンス社，XFDDI）で記録した。回折強度曲線上の撮影した場所は低角側と高角側の 2 カ所で、それぞれ  $\theta_{\text{Bragg}}$  条件から  $-0.25^\circ$  および  $+0.25^\circ$  ずれている。用いた CCD カメラのピクセルサイズは  $6.17 \times 6.17 \mu\text{m}^2$  で画像数は 1383 画素  $\times$  1032 画素であった。屈折像を撮影する場合の露出時間はすべて 1 分であった。実験中のビーム電流はトップアップ運転を行っていたので正確に 430mA に保たれた。CCD カメラの視野は縦 6.4mm，横 8.5mm であったため、縦に設置した標準試料を一度に観察することができない。そのため、20 枚に分割して試料の平坦な領域と傾斜した領域の境界部の写真を撮影した。

### 3 結果および考察

平坦な領域と傾斜した領域との境界を観察した。境界線から 0.5mm 以内の領域では 30keV X 線の場合、最大でも透過率に 3% 以内の差しか存在しないため、境界の両側はほぼ同一の厚さで見なした。そのため、透過 X 線の吸収成分と屈折成分を分離する必要は認められなかった。[24] 図 6 は図 5 の高角側で観察した標準試料の境界部の屈折像である。平坦な領域 A と傾斜した領域 B の境界線が  $\alpha$  の大きな値の場合 ( $h \sim 30\text{--}45\text{mm}$ ) には鮮明に観察することができる。しかし、 $\alpha$  の値小さい ( $h \sim 0\text{--}10\text{mm}$ ) 場合には境界線の画像が消えてしまい観察できなかった。後者の場合、X 線の屈折角は、DEI 装置の分解能以下の状況を示している。図 7 は、境界線に平行で 0.5mm 以内の領域 A および B での黒化度のプロファイルである。□と○は、領域 A および領域 B のそれぞれの強度に対応する。2 本の強度曲線の差を次式により求めた。

$$\Delta I = I_A - I_B \quad (10)$$



図 6. 撮影された標準試料の DEI 像(高角側)

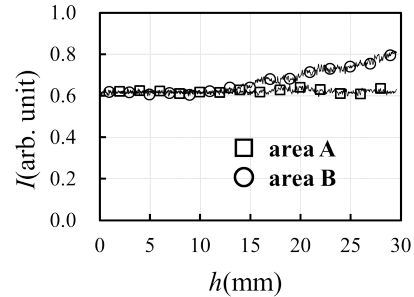


図 7. 標準試料の平坦な領域(□)と傾斜した領域(○)の強度分布

この式において  $I_A$  と  $I_B$  はそれぞれ領域 A および領域 B の強度を示している。分散を計算するために、像の平均の黒化度は多項式を用いて近似した。図 8 に計算した分散と強度差の自乗  $\Delta I^2$  のグラフを示す。この図において分散と  $\Delta I^2$  の曲線の交点は検出能力の限界を示している。すなわち屈折における最少の検出可能な角度  $\Delta\theta$  である。そしてこの図では  $h = 12.9\text{mm}$  の場所である。従って最少の検出可能な角度は以下の式から求まる。

$$\Delta\theta = \delta \times 12.9 / 100. \quad (11)$$

この値は図 6 における A, B の領域の境界画像が見えなくなる場所（図中の矢印）に対応している。したがって、KEK-PF の BL-14B に構築された DEI 装置の検出可能な最小の屈折角は、 $\Delta\theta = dN/dx = 3.8 \times 10^{-6} \text{ rad}$  であり、このような角度が X 線屈折イメージング法で得られたのは今回の結果が初めてである。図 5 の低角側で撮影された屈折像から求めた検出可能な最少屈折角は高角側で求めた値と同じ  $3.8 \times 10^{-6} \text{ rad}$  であった。次にモノクロメーターを約 3 ヶ月間共同利用実験で稼働させた後に再度上記の実験を行った。その結果、図 10 に示すように最小の検出可能な屈折角は  $5.0 \times 10^{-6} \text{ rad}$  に悪化した。モノクロメーターの表面汚染のために分散が増加したことが、この原因と考えられる。

本研究では、KEK-PF BL-14B 実験ステーションに構築した DEI 装置の検出可能な最小屈折角を新たに考案した標準試料を用いて初めて評価した。さらに、モノクロメーターの長期使用による表面汚染に起因する検出可能な最少屈折角の悪化を明らかにした。

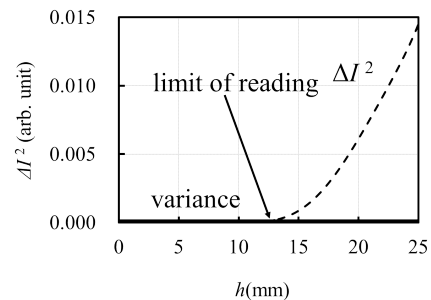


図 8. コントラストの強度差の自乗と分散

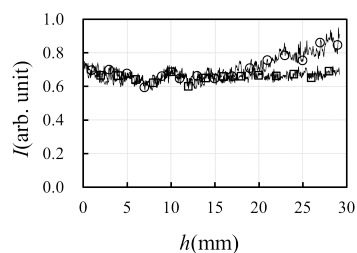


図 9. 3 ヶ月経過後の標準試料の平坦な領域(□)と傾斜した領域(○)の強度分布

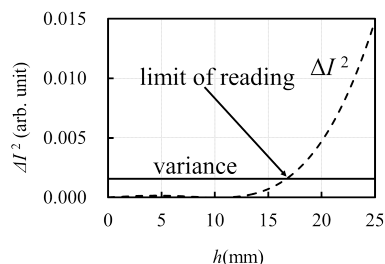


図 10. 3 ヶ月経過後のコントラストの強度差の自乗と分散

#### 参考文献

- 1) L. V. Azariff, B. Kaplow, N. Kato, P. Weiss, W. Wilson, and S. Young, X-ray Diffraction (McGraw-Hill, New York, 1974) p. 180.
- 2) E. Förster, K. Goetz, and P. Zaumseil, Cryst. Res. Technol. **15**, 937 (1980).
- 3) K. M. Podurets, V. A. Somenkov, and S. Sh. Shil'shtein, Sov. Phys. Tech. Phys. **34**, 654 (1989).
- 4) V. N. Ingal and E. A. Beliaevskaya, J. Phys. D **28**, 2314 (1995).
- 5) T. J. Davis, D. Gao, T. E. Gureyev, A. W. Stevenson, and S. W. Wilkins, Nature **373**, 595 (1995).
- 6) D. Chapman, W. Thomlinson, R. E. Johnston, D. Washburn, E. Pisano, N. Gmuer, Z. Zhong, R. Menk, F. Arfelli, and D. Sayers, Phys. Med. Biol. **42**, 2015 (1997).
- 7) J. Kirz, Q. Rev. Biophys. **28**, 33 (1995).
- 8) A. Snigirev, I. Snigireva, V. Kohn, S. Kuznetsov, and I. Schelokov, Rev. Sci. Instrum. **66**, 5486 (1995).
- 9) N. Yagi, Y. Suzuki, K. Umetani, Y. Kohmura, and K. Yamasaki, Med. Phys. **26**, 2190 (1999).
- 10) E. Pagot, P. Cloetens, S. Fiedler, A. Bravin, P. Coan, J. Bauchel, J. Haertwig, and W. Thomlinson, Appl. Phys. Lett. **82**, 3421 (2003).
- 11) P. Suortti and W. Thomlinson, Phys. Med. Biol. **48**, R1 (2003).
- 12) A. Momose, S. Kawamoto, I. Koyama, Y. Hamaishi, K. Takai, and Y. Suzuki, Jpn. J. Appl. Phys. **42**, L866 (2003).
- 13) A. Bravin, P. Coan, and P. Suortti, Phys. Med. Biol. **58**, R1 (2013).
- 14) [<http://www.konikaminorutacom./healthcare/products/mammo/regius/>].
- 15) V. V. Protopopov and J. Sobota, Opt. Commun. **213**, 267 (2002).
- 16) M. Ando, H. Sugiyama, A. Maksimenko, E. Rubenstein, J. Roberson, D. Shima, E. Hashimoto, and K. Mori, Radiat. Phys. Chem. **71**, 899 (2004).
- 17) F. A. Dilmanian, Z. Zhong, B. Ren, X. Y. Wu, L. D. Chapman, I. Orion, and W. C. Thomlinson, Phys. Med. Biol. **45**, 933 (2000).
- 18) P. P. Zhu, J. Y. Wang, Q. X. Yuan, W. X. Huang, H. Shu, B. Gao, T. D. Hu, and Z. Y. Wu, Appl. Phys. Lett. **87**, 264101 (2005).
- 19) L. Rigon, in Comprehensive Biomedical Physics, ed. A. Brahme (Elsevier, Amsterdam, 2014) p. 193.
- 20) K. Mizuno, Y. Furuya, K. Hirano, and H. Okamoto, Phys. Status Solidi A **204**, 2734 (2007).
- 21) Z. Huang, K. Kang, and Z. Li, Phys. Med. Biol. **51**, 3031 (2006).
- 22) [[http://henke.lbl.gov/optical\\_constants/getdb2.html](http://henke.lbl.gov/optical_constants/getdb2.html)].
- 23) S. Nakamura, M. Ohno, N. Awaji, A. Chiha, R. Kitano, H. Nishizawa, O. Asai, M. Takanaka, T. Iida, Y. Yamamoto, M. Shiota, M. Mizota, S. Kawazu, M. Kodaira, K. Kondo, and T. Tomimasu, Proc. 2nd European Particle Accelerator Conf., 1990, p. 472.
- 24) [[http://henke.lbl.gov/optical\\_constants/filter2.html](http://henke.lbl.gov/optical_constants/filter2.html)].

\*mizuno@riko.shimane-u.ac.jp