

修士論文

差分X線CT法による
宇宙塵の3次元Fe濃度マッピング

大阪大学大学院 理学研究科
宇宙地球科学専攻
土、山研究室

中村 健太郎

Abstract

X-ray computed tomography (CT) reveals the spatial distribution of linear attenuation coefficient (LAC) of an object and LAC estimated by CT is called CT value. An X-ray microtomographic system (SP- μ CT) is set up at beamline BL47XU of SPring-8, Japan. We can obtain high resolution and quantitative CT image with this system that uses highly-monochromatized and well-collimated X-ray beams produced by a synchrotron radiation source. CT value should be equal to LAC if a monochromatic X-ray beam is used. In fact, however, it has been suggested that they are not equal to each other due to non-linearity of the CT system. This study determined the relation between CT value and LAC at BL47XU, SPring-8. The relation enable us to deal with CT images quantitatively .

Three-dimensional distribution of an element was obtained by imaging a sample just above and below the X-ray absorption edge energy of the element and subtracting the images below the edge energy from those above the edge energy (subtraction method). The present quantitative CT value - LAC relation enables us to obtain an absolute elemental concentration by this technique. The iron concentration of olivine from San Carlos, Arizona, U.S.A., estimated from the subtraction method (6.4 wt%) gave good agreement with that calculated from its composition (6.13 wt%). However, the estimated concentration has a large error (+2.4, -1.0 wt%) due to fluorescent X-rays of Fe generated during imaging at the X-ray energy just above the absorption edge. The present method was applied to cosmic dust samples (one

Antarctic micrometeorite (AMM: KW740215) and two interplanetary dust particles (IDPs: L2036H1, L2005AC11)) to obtain their three-dimensional iron map. A two-dimensional iron distribution of a cross section of the AMM obtained by the subtraction method is qualitatively consistent with the iron map obtained by an SEM-EDS method. The iron concentration of a relatively Fe-poor material (Fe \sim 12wt%) in the AMM estimated by subtraction method is consistent with that analysed by an electron-probe X-ray microanalyzer (EPMA). However, the iron concentrations of Fe-rich materials (Fe \geq 20 wt%) are lower than those analysed by the EPMA due to abundant fluorescent X-rays generated at the energy above the Fe-K edge. The fluorescent X-rays also affect the spatial resolution of subtract images, or Fe concentration images. Although the effects of the fluorescent X-rays are serious especially for Fe-rich materials. The present study reveals that the subtraction method can give three-dimensional Fe maps for cosmic dust and quantitative Fe concentrations can be estimated for relatively Fe-poor materials (Fe \leq 12 wt%).

目次

1	はじめに	6
1.1	宇宙塵	6
1.1.1	惑星間塵 (Interplanetary Dust Particle, IDP)	7
1.1.2	南極微隕石 (Antarctic MicroMeteorite, AMM)	8
1.2	X線 CT 法と差分法	10
1.2.1	X線 CT 法の原理	10
1.2.2	放射光を用いた X線 CT とその利点	11
1.2.3	LAC と CT 値	13
1.2.4	差分法	13
1.3	研究の目的	15
2	CT 値の定量評価-LAC との関係	17
2.1	実験	17
2.1.1	標準サンプル	17
2.1.2	X線 CT 撮影	17
2.1.3	画像解析	18
2.2	結果と考察	20
2.2.1	dark rim	20
2.2.2	ヒストグラム解析	21
2.2.3	CT 値と LAC の関係式	22

3	差分法による宇宙塵の 3 次元 Fe マッピング	25
3.1	実験	25
3.1.1	サンプル	25
3.1.2	X 線 CT 撮影	25
3.1.3	画像解析	26
3.1.4	研磨片作成と SEM, EPMA 観察	27
3.2	結果と考察	30
3.2.1	CT 像	30
3.2.2	差分像からの Fe 濃度推定	36
3.2.3	テストサンプル	37
3.2.4	宇宙塵	38
3.2.5	SEM 像、EPMA データと CT 像の比較	41
4	まとめ	45
5	謝辞	48
6	参考文献	51

1 はじめに

空気の澄んだ、静かな夜。ふと夜空を見上げると、そこには無数の星が瞬いている。広大な夜空を見上げていると、人類は全宇宙において、いかにちっぽけな存在か改めて実感させられる。そんなちっぽけな人類は古くから宇宙という未知なるものに興味を馳せ、その原点を突き止めようと研究してきた。隕石、宇宙塵は宇宙地球科学という分野において古くからの研究対象であり、太陽系形成、その後の進化の解明に役立つ様々な情報を持った大変重要なものなのである。本研究は宇宙からのプレゼントとも言うべき隕石、宇宙塵に差分 X 線 CT 法を用いることにより Fe 濃度の 3 次元マップを求めようとする研究である。

1.1 宇宙塵

宇宙空間から地球に落下する固体物質には、大きさ 1 mm 以上である隕石と 1 mm 未満である宇宙塵がある (Mason, 1962 ; Brownlee, 1985)。このように宇宙塵は大きさで定義されるが、現実には、宇宙塵という名称でくることができる宇宙起源の固体物質に対して、形態や回収された場所に基づいていろいろな名前が付けられている。大気圏突入時に大気との摩擦による熱で溶融して丸くなっているものは宇宙塵スフェルール (cosmic spherule) と呼ばれる。宇宙塵スフェルールは数百 μm のものが多く、成層圏、地表、深海底、氷床中から回収されている。成層圏で採集した宇宙塵は惑星間塵 (interplanetary dust particle, IDP) あるいは Brownlee 粒子と呼ばれる。惑星間塵という用語は、惑星間空間に存在する塵という意味でも使われるが (広義の惑星間塵)、ここでは狭義の惑星間塵としてこの用語を使う。惑星間塵は数 μm から数十 μm

の大きさを持ち、非常に脆く、不規則な形態をしている。極域の氷床中から捕集された宇宙塵のことは微隕石 (micrometeorite) と呼ぶことが多い (Maurette et al., 1991)。微隕石は直径約 50 μm から 200 μm 弱までの大きさのものが多い。非溶融のものは溶融したもの (スフェルール) より小さく不規則な形態をしている。

1.1.1 惑星間塵 (Interplanetary Dust Particle, IDP)

数十 km/sec の高速で大気へ突入してきた宇宙塵のうち、惑星間塵のように数から数十 μm のものは大気によって比較的穏やかに減速される。多くの惑星間塵の経験した加熱期間は短く、最高温度は比較的低いので、大気圏突入以前に惑星間塵が持っていた岩石組織や鉱物組成はよく保持されていることが多い。

コンドライト的な惑星間塵はそれらの赤外吸収スペクトルに基づいて、オリビンに富むもの、輝石に富むもの、および層状珪酸塩に富むものの3種類に分類されてきた (Sanford and Walker, 1985)。透過電子顕微鏡を用いた研究によって、この分類は基本的に正しいことが示されている。すなわち、オリビンや輝石のような無水珪酸塩を主体とする無水惑星間塵 (anhydrous IDPs) と、層状珪酸塩を主体とする含水惑星間塵 (hydrated IDPs) が存在する。含水惑星間塵はさらに、スメクタイトに富むものと蛇紋石に富むものに分けられる (Mackinnon and Rietmeijer, 1987 ; Bradley et al., 1987 ; Tomeoka, 1991)。成層圏から捕集される地球外粒子の約 40 % は層状珪酸塩に富むものに属し、その中のスメクタイトに富むものと蛇紋石に富むものの量比は約 4 : 1 である (Klock and Stadermann, 1994)。無水および含水惑星間塵はともに、ほとんどの元素が CI コンドライト的な存在度を持つが、炭素の存在度はあらゆる既知の隕石よりもずっと高い (Thomas et al., 1994)。無水惑星間塵は CI の値の約 0.6 ~ 13 倍

の炭素存在度を持つ一方、含水惑星間塵は CI の値の 2 ~ 6 倍の炭素存在度を持つ。

1.1.2 南極微隕石 (Antarctic MicroMeteorite, AMM)

南極微隕石のうち、直径 100 μm 以下の 40 から 70 % のものは不規則な形態をした非溶融の粒子である (Klock and Stadermann, 1994)。ほとんどの非溶融隕石は、直径約 10 nm の細粒のオリビン、輝石、マグネタイトの集まりが、ガラス質のマトリックスに包有されている組織を持つ。この組織と鉱物の組成は、もともと含まれていた含水鉱物が大気突入時の加熱によって脱水分解したことを示している。(Klock and Stadermann, 1994; Greshake et al., 1994)。Nakamura et al. (2005) は極めて炭素に富んだ微隕石を発見した。この微隕石は太陽風の希ガスに富み、宇宙線起源のガスに枯渇しているという性質を持つ。この性質は始原コンドライトにはみられないものであり、彗星起源であることを示唆している。

Kurat et al. (1992) は非溶融微隕石から脱水分解していない層状珪酸塩鉱物を初めて発見した。熱分解している微隕石の全岩組成の多くは CM コンドライトに似ていたが、7 個 (調べた微隕石の約 6 %) の脱水分解していない層状珪酸塩鉱物を含む CI コンドライトに似た微隕石を見いだした。これらの微隕石全ては、CI コンドライトに典型的に見られるフランボイダル・マグネタイト、プラケット・マグネタイトを含み、ほぼスメクタイト組成の密なマトリックスを持っていた。Genge et al. (1996) はフランボイダル・マグネタイトとトチリナイトを含む非溶融微隕石を 5 個 (調べた微隕石の約 9 %)、LIME オリビンを含む微隕石を 1 個見いだしている。Nakamura and Noguchi (2004) は 2500 個の微隕石から XRD 測定によって 40 個の層状珪酸塩に富むものを見つけた。層状珪酸塩に関して 28 個のサンプルは saponite のみからな

るものであり、5 個のサンプルは serpentine のみからなるものであり、残りの 7 個は
両鉱物を含むものであることを見いだした。

1.2 X線 CT 法と差分法

従来より隕石研究では、薄片や研磨片を作成し、光学顕微鏡や走査型電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope, SEM) や電子線プローブマイクロアナライザー (Electron Probe MicroAnalyzer, EPMA) を用いた 2 次元観察や化学組成の分析が主流である。3 次元的な情報が必要な場合は試料の連続したスライスは何枚も作ればよいのだが、作業効率が悪いこと、破壊実験であることに加えて、試料の垂直方向の空間分解能が著しく悪いなど欠点が多く、定量的な 3 次元構造を得ることは難しい。そこで、新たな手法として X 線 CT (Computed Tomography) 法が注目されるようになった。特に隕石のように貴重な試料を用いた研究においては、非破壊で実験が行えることは非常に重要である。また得られた複数の連続的な断面像を積み重ねることにより、3 方向にほぼ等しい分解能で定量的な 3 次元内部構造を得ることができる。

1.2.1 X 線 CT 法の原理

X 線 CT 法は様々な光路で試料で入射させた X 線と透過してきた X 線の強度比をもとにして試料内部物質の X 線線吸収係数の空間分布を計算機を用いて再構成することにより求める手法である (Bonse and Busch, 1996)。

厚さ S の均質な物質を単色 X 線が透過したとき、その吸収は

$$I = I_0 \exp(-\mu S) \quad (1)$$

と、表せる。ここで I , I_0 は X 線の透過、入射強度であり、 μ は X 線線吸収係数である。また物質が不均質な場合には、(1) 式は次のように表すことができる。

$$p(r, \theta, z) = \ln \frac{I_0}{I} = \int \mu(x, y, z) dS \quad (2)$$

ここで、 p は投影 (projection) と呼ばれる。これは試料に X 線が入射、透過するとき、投影データが X 線検出器の並びの方向 r と、試料ステージの回転角 θ との関数 $p(r, \theta, z)$ として得られる。Fig.1-1 は (x, y) と (r, θ) および X 線の光路 s の関係を示したものであり、それらの間には次の式が成り立つ。

$$\begin{bmatrix} r \\ s \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos \theta & \sin \theta \\ -\sin \theta & \cos \theta \end{bmatrix} \begin{bmatrix} x \\ y \end{bmatrix} \quad (3)$$

$p(r, \theta, z)$ の無限集合から Radon の定理 (たとえば、Harman, 1980) を基にして、(2) 式を (3) 式により解くと、X 線線吸収係数の 3 次元分布 $\mu(x, y, z)$ が一意的に得られる。実際の X 線 CT 法では $p(r, \theta, z)$ や $\mu(x, y, z)$ は連続的ではなく、多数の画素に分割されており、計算機を用いて $\mu(x, y, z)$ に対応する試料断面の画像 (CT 像) が再構成される。

1.2.2 放射光を用いた X 線 CT とその利点

X 線 CT 法に線源として放射光を用いる利点としては大きく

- (A) ビームの高フラックス密度
- (B) コリメートされたビーム

の二つが挙げられる (Flannery et al., 1987; Bonse and Busch, 1996)。 (A) により X 線の単色化が容易となり、X 線の吸収の大きさを表す CT 値の定量的な評価が可能となる。一方 (B) により、空間分解能の高い 3 次元像が容易に得られるようになる。近

年、第三世代の大型放射光施設である SPring-8 (<http://www.spring8.or.jp>) において、高分解能 X 線 CT 装置 SP- μ CT (Uesugi et al., 1999, 2001) が開発された。

本研究では SPring-8 のビームライン BL47XU に設置されている超高分解能 CT 装置 SP- μ CT (Uesugi et al., 2001) を用いた。SPring-8 に設置されている X 線 CT 装置の概略図を Fig.1-2 に示す。放射光の発生方法はビームラインによって異なり、BL47XU では真空封止型アンジュレーターを用いている。BL47XU の分光器は 7-37 keV まで選択できる。画像検出器は可視光変換型を採用しており、蛍光体薄膜・可視光光学系・CCD カメラ (感度 14 bit) からなる。SP- μ CT では試料を透過してきた X 線を蛍光スクリーンによって可視光に変換し、この可視光を光学レンズによって拡大して、CCD カメラで捉える。CCD カメラのピクセル数は 1000×1018 であり、本研究ではピクセルサイズの実効値が $0.50 \mu\text{m}$ 、 $0.20 \mu\text{m}$ の二通りがあるので、視野はそれぞれ、約 $500 \mu\text{m}$ 、約 $200 \mu\text{m}$ となる。CT 像の 1 voxel (三次元における画素) のサイズはそれぞれ $0.50 \times 0.50 \times 0.50$ 、 $0.20 \times 0.20 \times 0.20 \mu\text{m}^3$ なので、BL47XU ではそれぞれ約 $1 \mu\text{m}$ 、約 $0.5 \mu\text{m}$ という実効的な空間分解能を得る。実験ではこのような極小試料を回転させ、あらゆる方向からの透過像を撮影していくが、このとき試料が回転以外の動きをすると意味ある CT 像が得られない。試料の保持法としては、直径約 $5 \mu\text{m}$ のガラスファイバーの先にグリコールフタレートを接着剤として用いて試料を固定するという形式をとった。実際にはグリコールフタレートをアセトンで溶いて、極微量をガラスファイバーの先に付け、そこに試料をくっつける。その後、アセトンの蒸気に 15 秒程度さらしグリコールフタレートを試料に馴染ませ、十分に乾燥させ固定する (Appendix)。

1.2.3 LAC と CT 値

LAC とは X 線線吸収係数 (X-ray Linear Attenuation Coefficient) の頭文字をとったもので、物質による X 線の吸収の大きさを表す。LAC は透過 X 線のエネルギーと物質の化学組成、密度から決まる物性定数であり、この値が大きいほど X 線の吸収が大きい。

また CT 値とは、透過像から断面像 (CT 像) を再構成する際に計算機が推定した X 線線吸収係数の値である。CT 像は CT 値の空間分布で表され、その各画素に CT 値が収められており、輝度として表される。単色 X 線を用いた場合、原理的に CT 値と LAC の値は等しくなるはずだが、実際は装置における様々な非線形性のため等しくならない (例えば、Tsuchiyama et al., 2005)。

1.2.4 差分法

X 線 CT 法における差分法とは元素の X 線吸収端の直上直下のエネルギーで CT 撮影し、得られた直上の CT 像と直下のそれとの差をとることにより、特定元素の分布を明らかにする手法である。

吸収端とは X 線または光の連続吸収スペクトルにおいて、波長がこれ以上長くなると吸収率が急激に減少するようになる部分またはその端をいう。原子による X 線または光の吸収では、波長 λ の光子のエネルギー hc/λ が、原子のエネルギー準位から電子を原子外に追い出すのに必要なイオン化エネルギー E_n より小さければ、連続吸収はおこらない。したがって $hc/\lambda = E_n$ において吸収端が生ずる。吸収端は電子の占めているエネルギー準位の数だけ存在し、吸収端の位置は原子に固有である。X

線の吸収では，対応する X 線項の名によって K-吸収端などとよばれる。

一方、X 線線吸収係数 LAC は次式で表される。

$$LAC = \rho \sum_i w_i \mu_i \quad (4)$$

ここで、 ρ は密度、 w_i は元素 i の濃度、 μ_i は元素 i の質量吸収係数である。Fe の吸収端の直上直下の差をとると、その間に他の元素の吸収端は存在しないので、上式は

$$\Delta LAC = \rho(w_{Fe} \Delta \mu_{Fe} + \sum_{i \neq Fe} w_i \Delta \mu_i) \quad (5)$$

となる。Fe を除く元素の質量吸収係数の差 $\Delta \mu_i$ は非常に小さいので、(5) 式の第二項は第一項に比べて無視できるほど小さい。よって (5) 式は

$$\Delta LAC \sim \rho w_{Fe} \Delta \mu_{Fe} \quad (6)$$

と近似でき、これは Fe だけの分布を示していることを意味している。

1.3 研究の目的

以前より、放射光を用いた X 線 CT 法に差分法を適用し、物体内部の特定元素の 3 次元分布を求める研究が行われてきた。医療分野において Thompson et al. (1984) はヨウ素溶液を豚の心臓に流し込んだものを CT 撮影し、ヨウ素の K-吸収端を用いた差分法を適用することによりヨウ素の分布を得ることに初めて成功した。Borodin et al.(1986) ではリンパ組織をトリウム分布によって得ている。

医療分野以外において差分法はニッケル (Kinney et al. 1986) や銅 (Flannery et al. 1987; Kinney et al. 1986)、そしてモリブデン (Suzuki et al. 1988) に適用されてきた。しかしこれらの研究は定性的な差分像を得ているだけで、濃度に関する定量的な議論はなされていない。

Hirano et al.(1989) は差分法によって初めて元素濃度の評価を行った。彼らは様々な濃度のモリブデン溶液をその K-吸収端の前後で CT 撮影し、その差分像と溶液濃度の関係性を評価している。このように差分 X 線 CT 法は様々な元素に用いられてきた。

放射光を用いた X 線 CT 法では定量的な CT 像が得られるが、その CT 値は本来の吸収の値 (LAC) とは等しくならないことは先述したとおりである。Tsuchiyama et al.(2005) では SPring-8 BL20B2 に設置されている CT 装置 (SP- μ CT、分解能 $\sim 13 \mu\text{m}$) における CT 値と LAC の経験的な関係式を標準物質を用いることによって決定した。Ikeda et al.(2004) は花崗岩にセシウムをドーブしたものを BL20B2 にて CT 撮影 (セシウムの K-吸収端直上直下のエネルギー) し、差分法を適用することによってセシウムの 3 次元マップを得た。さらに上記の BL20B2 における CT 値と LAC の関係式を用いて差分像の定量解析を行い、セシウムの 3 次元濃度マップを得る

ことに成功した。

しかし、天然のサンプルに関して 3 次元的な元素濃度マップを得たという報告はない。そこで本研究ではサンプルとして宇宙塵を用い、差分 X 線 CT を適用することによって、その 3 次元的な Fe 濃度マップを得ることを目的とした。実験を SPring-8 BL47XU に設置されている高分解能 X 線 CT 装置 SP- μ CT (分解能 $\sim 1\mu\text{m}$) において行った理由、サンプルとして宇宙塵を用いた理由は以下の通りである。Fe の K-吸収端は 7.112 keV という低いエネルギーのため吸収端の直上直下にて CT 撮影するには、大きい天然のサンプル (隕石等) は X 線が透過しきらないので不適當である。十分な透過 X 線強度を得るためにはサンプルサイズは 100 μm 以下であることが望ましい。さらに、極小の天然サンプルを CT 撮影するには BL20B2 では分解能が足りないため、さらに高分解能な BL47XU において実験を行う必要がある。宇宙塵の研究は薄片による SEM や TEM などによる 2 次元観察が主体であり、また隕石よりも研究が進んでいないが、宇宙地球科学という分野において宇宙塵の研究は大変意義深い。よってサンプルサイズの点でも宇宙地球科学という点でも宇宙塵が最も良い研究材料であると判断したため、本研究では宇宙塵を天然のサンプルとして用いた。

2 CT 値の定量評価—LAC との関係

2.1 実験

2.1.1 標準サンプル

より正確な LAC と CT 値との関係を求めるため、卒業論文 (中村, 2003) で用いた quartz, olivine, rutile, magnetite という 4 つの均質な標準鉱物 (olivine に関しては組成も分かっている) に加え、Ag, Cu, Ti, Ni, Al, Pd の metal wire を新たに用意した。これらを X 線エネルギーを変えて測定し、得られた X 線線吸収係数の値 (CT 値) と組成、密度、X 線エネルギーから計算した X 線線吸収係数の値 (LAC) を比較した。標準試料の組成、密度、サイズを Table.2-1(a)(b) に示す。

2.1.2 X 線 CT 撮影

各試料についての撮影条件もまた Table.2-1(a)(b) に示す。Exposure (露光時間) は一回の投影データの測定において、X 線の光子数をカウントした時間である。また resolution (分解能) は得られた投影データの一画素の一辺の長さを示すものである。Projection 数とは一回の測定で得られた投影データの数で、サンプルステージを 0.24 度刻みで 180 度回転させた場合は 750 projection となる。Projection 数が多ければ多いほど良好なデータが得られるが撮影時間は長くなる。本研究における CT 撮影は全て 750 projection である。また、撮影の前後には X 線を出さない状態でバックグラウンドを測定し、画像再構成時に暗電流補正をしている。そして、ビームの強度は時間と共に多少変動するので、5 projection ごとに試料を動かして X 線の経路からはずすことにより入射 X 線の強度を測定した。撮影時間は projection 数、露光時間、撮影範囲などによって変わるが、全て 40 分 ~ 2 時間の間であった。測定

終了後、透過像から CBP (Convolution Back-Projection) 法を用いて画像再構成を行った。本研究で用いた再構成フィルタは Chesler フィルタである。再構成にかかる時間は撮影範囲、projection 数、計算機の性能によって異なるが、数時間程度であった。1 試料につき数百スライスの連続 CT 像を得た。再構成に用いたソフトは <http://www-bl20.spring8.or.jp/xct/index.html> からダウンロードできる。

2.1.3 画像解析

再構成された CT 像において、CT 値は一般に浮動小数点で表される。検出器に用いた CCD カメラの感度は 14 bit なので、これを 16 bit の画像として表すと、十分である。しかし、実際の画像解析では計算機のメモリの制限上、8 bit (256 階調) の画像に変換する必要がある。8 bit 化する手順は以下の通りである。まず、ある試料の代表的な 16 bit の 3 次元 CT 像について CT 値の頻度分布、即ちヒストグラムを求め、その試料の吸収係数の大きさを把握する。8 bit の場合、CT 像は画素値 (pixel value) 0 (黒) から画素値 255 (白) の 256 階調グレイスケールで表される。CT 値 0 を画素値 0 に対応させ、そしてそのヒストグラム全体が 256 階調に収まるように一階調辺りの CT 値の増加する量 (step) を決定する。つまり、得られた 8 bit 画像においては $CT \text{ 値} = (\text{step}) \times (\text{pixel value})$ で表される。

8 bit 化した CT 像全スライスについてヒストグラムを求めた。得られるヒストグラムは横軸が CT 値 (CT value)、縦軸がボクセル数 (voxels) である。このとき用いたプログラムは slicePVR (産業技術総合研究所、中野司博士作成、以降の画像解析のプログラムの説明は Appendix にて詳しく述べてある) である。Fig.2-1 に代表的なサンプルについての CT 像とヒストグラムを示す。得られたヒストグラムはおよそ

9 割方のサンプルに関してピークの左肩が上がっている。CT 像を見ると試料の縁に中心よりも少し暗くなっている部分が存在している。これをダークリム (dark rim) と呼ぶことにする (dark rim の原因については後に議論する)。ヒストグラムのピークがはっきりしているものに関しては、このダークリムがピーク的位置に影響を及ぼすことはない。CT 像が暗くなるということは X 線の吸収が小さく計算されているということなので、CT 像をヒストグラム化したとき、そのピークの左側に肩として表れる。

2.2 結果と考察

2.2.1 dark rim

先に述べたダークリム (dark rim) の発生原因として検出器の蛍光板での散乱や CT 撮影中の実験ハッチ内の散乱光が考えられる。Fig.2-2 において、上の図は CT 装置内での X 線の経路を示したものである。黒の矢印は理想的な X 線の経路、黄緑色の矢印は蛍光板での散乱、紫色の矢印は実験ハッチ内の散乱光である。下の図はこのとき CCD カメラで測定される X 線の強度を示したものである。上の図のような蛍光板での散乱などが実際に起こっているとすると、サンプルの縁の部分の CCD カメラで測定される透過 X 線の強度は本来より大きくなる。これは下の図における赤線のようにサンプルの縁の部分の強度がかさ上げされてしまうことを意味している。つまり、X 線の吸収が本来より小さく測定されてしまい、CT 像では中心付近より縁の方が暗く表示されてしまうのである。サンプル周囲の X 線強度の乱れは再構成したときに特にサンプル周囲の CT 値に大きく影響を及ぼす。サンプル内部の CT 値もこの影響を受けるがサンプルが十分大きい場合には、ほとんど無視できるので、istogramのピーク値がサンプルの CT 値であると考えてよいだろう。ただしサンプルが小さいときは、サンプルの中心までダークリムの影響が出てしまうため histogramにおいて本来の CT 値を示すピークはダークリムのピークに隠れてしまう。これは次の節で説明する (c) のタイプの histogramに相当する。

2.2.2 ヒストグラム解析

得られたヒストグラムは大別して次の 3 種類に分けられる (Fig.2-3)。

- (a) ピークに左肩をもつ。ほとんどのサンプルがこのタイプである。
- (b) ピークに左肩だけでなく、右肩ももつ。
- (c) ピークが判別できない。

(a) (b) はピークの最も高い位置を、その試料の CT 値とした。CT 値の誤差としては半値幅を用いた。ピークの高さの半分の位置で左側を CT 値のマイナスのエラー、右側をプラスのエラーとした (Fig.2-4)。よってエラーは左右で一般に異なる。(c) に関してはピーク的位置がわからないのでデータとして採用しなかった。このようなヒストグラムになった原因として考えられるのが、ダークリムの影響である。(c) のようなヒストグラムを持つ試料は先にも述べた通り、全てサイズが小さいという共通点があった。つまりサイズが小さく、サンプルの中心までダークリムが影響したため、本来のピークがダークリムの影響で隠れてしまったと考えられる。

全試料の LAC, CT 値, CT 値 / LAC, histogram タイプ, $TA(\theta)$ を Table.2-2(a)(b) に示した。ヒストグラムタイプ (a)(b) のものから得た CT 値を縦軸に、(3) 式をもとに計算から求めた LAC を横軸にしてプロットすると Fig.2-5 のようになる。ここで

i のデータは <http://physics.nist.gov/PhysRefData/XrayMassCoef/cover.html> のデータを用いた。LAC と CT 値の関係はほぼ線形な関係を示すが、直線から外れるデータもいくつか認められる。(b) のタイプのヒストグラムを持つデータが全て直線から外れている (しかも誤差も大きい) ので、これらのデータの妥当性を評価するためにさらに詳しく標準試料のデータを解析した。

2.2.3 CT 値と LAC の関係式

データの妥当性評価のために標準試料全てに関して、代表的な 1 スライスを選び、そのシノグラムについて解析した。シノグラムとは Fig.2-6 に示したものである。上の図は $r - z$ 平面の projection (投影) 像を θ 方向に連続して重ねたものである。出来上がった直方体について、ある $z = z_1$ (ピンク線) で切り取ったものが下の図 (シノグラム) である。これらの図において、 r は検出器の位置、 θ は角度、 z は垂直方向の座標 (スライスナンバー) を表しており、シノグラムの一番上の層は 0° での投影 $p(r, 0, z_1)$ を、一番下の層は 180° での投影 $p(r, 180, z_1)$ を表している。この試料の場合 0.24° ごとに 750 投影のデータを持っているので、縦方向の長さは 750 pixel である。CT 像はこのシノグラムを基にして再構成される。

シノグラムの各画素に収められている値 $p(r, \theta, z_1)$ を r 方向に積分したものを、ここでは Total Absorption, $TA(\theta)$ と呼び、次の式で表される。

$$TA(\theta) = \int p(r, \theta, z_1) dr \quad (7)$$

理想的なシノグラムでは $TA(\theta)$ は θ に依らず一定のはずであるが、実際には必ずしも一定とはならない。 $TA(\theta)$ の一例を Fig.2-7 に示す。このグラフは横軸に projection number ($\theta = 0.24^\circ \times \text{projection number}$) をとり、縦軸に $TA(\theta)$ をその平均値で規格化してプロットしたものである (青ライン)。 $TA(\theta)$ のグラフは大きく 3 タイプのグラフに分けられる (Fig.2-8)。(a) は TA / TA_{mean} が θ に依らず、ほぼ一定であり、理想的なシノグラムである。(b) は TA / TA_{mean} に依らず、おおよそ一定であるが、所々にスパイク上の変化が見られる。これは CT 撮影中の "ブラッグ反射"

や”ビームの揺らぎ”などが要因として考えられるが、詳しくはまだ分かっていない。(c) は所々にスパイク上の変化が見られる上に、全体として TA / TA_{mean} が大きく変動している。このような大きい変動の要因として”サンプルの形状”が挙げられる。サンプルの形状が極端に長細いとき、X 線の入射する角度によって X 線が試料中を通る長さが著しく異なる。その結果、試料がエネルギーに対して吸収が大きい場合、薄い部分は透過するが、厚い部分はほとんど透過しないという現象が起こる。このほとんど透過しないところではグラフには凹みとして表れることを確認した (Fig.2-9)。この図の下の画像はそれぞれ projection number が 180, 250, 400 における projection 像である。X 線のサンプルを通る長さによって $z = z_1$ の TA の値が大きく変化しているのがわかる。TA の変動の程度を求めるために、TA() (青ライン) の移動平均を隣接 9 点で算出し (赤ライン)、その標準偏差を全サンプルに関してとった。このとき移動平均をとった理由はスパイク状の変化を考慮しないようにするためである。

Fig.2-10 は横軸に標準偏差の値、縦軸に CT 値 / LAC の値をとってプロットしたものである。赤色のプロットは上記の (a) タイプの TA の標準偏差であり、緑色は (b) タイプのもの、青色は (c) タイプのものである。このプロットより、(b) タイプの TA のグラフに見られるスパイク状の変化は CT 像に影響しないと判断した。そして標準偏差が 0.08 と 0.12 のものはサンプルの形状の効果を大きく受けているものと判断し、以降のデータ解析には用いないことにした。即ち 0.04 未満のものを有効なデータとして採用することにした。これらのデータのみを用いて、新たにプロットした LAC - CT 値のグラフが Fig.2-11 である。このプロットを最小自乗法を用いて、LAC と CT 値とが線形に比例するとしてフィッティングした結果、LAC と CT 値の関係は次

式のようになった。

$$CTvalue = 0.871(\pm 0.009) \times LAC \quad (8)$$

これを用いて CT 値の定量的な議論が可能となる。尚、この式を適用するためには、次の二点に注意を要する。(1) ダークリムの影響が十分小さくなるよう、試料サイズは最低でも 40 μm 以上であること。(2) 長細い試料のように、形状効果のあるものには注意を要する。撮影した試料についてのシノグラムの Total Absorption を確認するべきである。

3 差分法による宇宙塵の3次元Feマッピング

3.1 実験

3.1.1 サンプル

今回実際に測定に用いたサンプルは、CT像からのFe濃度推定がどれほど信頼性があるものなのか確認するためにあらかじめ組成の分かっている米アリゾナ州 San Carlos 産の olivine と、宇宙塵サンプルとしての2個の IDP(L2005AC11、L2036H1) と1個の AMM(KW740215) である。テストサンプルとして用いた olivine の組成は $(Mg_{0.92}, Fe_{0.08})_2SiO_4$ である。L2036H1 と KW740215 に関しては九州大学の中村智樹博士および茨城大学の野口高明博士によって XRD 測定も行われており、前者には olivine, troilite, kamacite が、後者には magnetite が含まれていることが分かっている (Fig.3-1)。

また以前に吸収端の直上直下のエネルギーで撮影した AMM(Y98M03KS094)(Tsuchiyama et al., 2001) についても、解析した。このサンプルは茨城大学の野口高明博士によって既に SEM-EDS 観察、EPMA 分析が行われており、内部の組成等が詳しく分かっている。

3.1.2 X線CT撮影

各試料の撮影条件等を table.3-1 に示す (表中の語句の詳しい説明は 2-1-2 を参照のこと)。後述するように Y98M03KS094 の解析を進めるうち、7 keV 付近の X 線エネルギーを用いると、高調波 (harmonics, 3 次光が主であり、偶数次光は理想的な単結晶を用いて X 線を単色化したときには発生しない) の影響により、CT 値が本来の LAC 値よりかなり小さくなるという現象が確認された。このまま実験を行うと CT

像の定量性が著しく低下するため、高調波の影響をできるだけ減少させる対策をして、今回の実験を行った。なお、10 keV 以上のエネルギーを用いるときは高次光の影響が小さいことを確認済みである。今回実際に測定したサンプルは差分法を適用するため Fe の K-吸収端 (7.112 keV) の直上のエネルギー (7.124 keV) と直下のエネルギー (7.098 keV) に加え、最も画質のよい像が得られる適切なエネルギーである 10 keV においても撮影を行った。

3.1.3 画像解析

2-1-3 と同じ手順で、今回の実験で得られた CT 像を 8 bit 化した。各サンプルについて得られた CT 像とそれらのヒストグラム、TA の時間変動を示したものを Figs.3-2, 3, 4, 5 に示す (これらの CT 像は以下で述べるズレを修正した後のものである)。Fe の K-吸収端直上直下のエネルギーで撮影した像の間には撮影中のビームの変動により x, y, z 方向にそれぞれ数画素のズレが生じていることが分かったので、そのズレを修正した。ズレを修正する手順を Fig.3-6 に示す。まず、適当な画像表示ソフト (画像の画素の座標を表示する機能を持っているもの) でサンプルのある部分の座標を測定する。これにより、Fe の K-吸収端の直上直下の画像の間にはサンプル部分の座標に数画素の違いがあることが分かる。この図のサンプル (KW740215) 場合には、 x 方向に 2 画素、 y 方向に 3 画素のズレが確認できた。CT 像のサンプル以外の部分を切り落とす時 (画像のサイズを軽くするため) に、切り落とす範囲を x 方向に 2 画素、 y 方向に 3 画素ずらした値を指定することによって、画像のズレを修正することができる。また、 z 方向については目視により最も合致している CT 像のスライス番号を探して、 z 方向のズレを修正した。画像の範囲を削るプログラムは sliceIT (詳細

は Appendix) を用いた。ズレの大きさはサンプルによって異なる。

次にズレを修正した画像について吸収端直上直下の CT 像の差分をとった。この差分像は CT 値の空間分布で表され、(6) 式のように Fe の分布に関する情報を示していることになる。テストサンプルである olivine の差分像を得る手順 (Fig.3-7) を例に挙げて差分像の作成法を以下に述べる。Fe の K-吸収端 (7.112 keV) の直上のエネルギー (7.124 keV) で CT 撮影して得られた CT 像 (左上) から直下のエネルギー (7.098 keV) で撮影して得られた CT 像 (右上) を各画素について CT 値の差をとると差分像 (左下) が得られる。Fig.3-7 では CT 像一枚について行う様子を示したが、これを連続 CT 像で行うと、CT 値の 3 次元分布が得られることになる。また、右下のヒストグラムは吸収端直上直下の CT 像と差分像のヒストグラムである。宇宙塵についても同様の方法で差分像を得ることができる (Figs.3-8, 9, 10)。

3.1.4 研磨片作成と SEM, EPMA 観察

3 つの宇宙塵のうち KW740215 (AMM) については試料を切断して、走査型電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope, SEM) と電子線プローブマイクロアナライザー (Electron Probe MicroAnalyzer, EPMA) で観察をした。試料切断の手順は以下のとおりである。

(0) 極細の筆 (Raphael : 8404) の先に蒸留水を染みこませ、その表面張力により筆先に試料をくっつけ、予めシャーレにマジック等でマーキングしたところに置く。

(1) 一辺が 5 mm 程度のスライドガラス板に樹脂 (ペトロポキシ : レジン = 1 : 10) を一滴たらす。

(2) 先を細く尖らせた爪楊枝の先に樹脂をつけ、シャーレから試料をその先で拾い、ス

ライドガラス上の樹脂に埋め込む。

(0)、(1)、(2) はクリーンブース内の作業 (ブースは土山研究室 X 線 CT 室に設置されている)

(3) 約 75 °C のホットプレートで温め、真空デシケータを用いて約 2 分間泡抜きをする。

(4) Drying Oven (約 120 °C) で樹脂が固まるまで温める。

(5) 直径約 1 cm の真鍮でできた円柱に試料が埋め込まれたライドガラスを貼り付け研磨した。研磨紙は日本電子 (JEOL) 製のラッピングフィルムシート (アルミナ: 1 mm, 3 mm, 12 mm) を使用した。試料が極小のために削りすぎないように、光学顕微鏡で確認しながら 12 μm → 3 μm → 1 μm の順番で慎重に研磨を行った。

研磨試料の SEM 観察は、大阪大学理学研究科に設置されている日本電子 (JEOL) 製の JSM-5510LV (分解能 3.5 nm : 30 kV, WD = 6 mm, 倍率は 18 ~ 30000 倍) を用いた。観察条件は、加速電圧が 20 kV、作動距離 (WD) が 20 mm である。このとき試料中の元素分析、元素マッピングも行い、元素がどのように分布しているかという情報を得た。二次電子 (SE) 像は試料表面の凹凸の程度が大きいほど発生量が多くなる二次電子 (Secondary Electron) に対応した立体感のある画像である。なお電子線を照射している間にチャージアップしないように、研磨片にはカーボン蒸着を事前に行っている。元素マッピングを行った測定元素は O, Na, Mg, Al, Si, S, K, Ca, Ti, Cr, Mn, Fe, Ni の 13 元素である。

EPMA 分析 (Electron Probe Micro Analysis) は、大阪大学理学研究科に設置されている日本電子 (JEOL) 製の JEOL733 を用いた。観察条件は、加速電圧が 15 kV、

電流値が 8 nA である。あらかじめ SEM によって得た元素マッピングを元に、分析点を 9 点ピックアップし、Na, Mg, Al, Si, S, K, Ca, Ti, Cr, Mn, Fe の 11 元素についての定量分析を行った。分析した 9 点各点について focus を合わせ、ビーム径が小さくなるよう調整した (ビーム径は 1 μm 以下であるが、試料中でのビームの拡散を考慮すると分析領域は 1 ~ 2 μm 径程度である)。Ni については元素マッピングを見る限りほとんど含まれていないことが分かるので、定量分析は行わなかった。なお、SEM 観察で用いた X 線スペクトル測定システムはエネルギー分散型分光器 (Energy Dispersive Spectrometer, EDS) であり、EPMA では波長分散型分光器 (Wavelength Dispersive Spectrometer, WDS) である。WDS の場合、X 線の波長分解能は高いが、測定に必要な電子ビーム電流は EDS より二桁程度大きな量が必要であり、電子線照射によるダメージを受けやすい試料の場合には注意が必要となる。一方 EDS は X 線の検出感度が高いことから SEM 観察程度の比較的少ない電子ビーム電流で分析可能であるが、X 線波長の分解能は WDS より一桁以上悪くなる。このように波長分散型はエネルギー分散型よりも定量性の面で優れているので元素の定量分析は EPMA を用いた。

3.2 結果と考察

3.2.1 CT 像

(1) Y98M03KS094

Fig.3-11 に 7.105、7.115 keV における CT 像とそれらの差分像、SEM-EDS 観察による Fe のマップを示す。吸収端直下の 7.098 keV の CT 像では内部の構造がよく見えているが、吸収端直上の 7.115 keV の CT 像では空間分解能が著しく低下(その原因については olivine のところで詳しく議論する)し、その構造を判別することはできない。それらの差分をとると subtraction 像が得られるのだが、7.115 keV の画質の低下により、差分像も空間分解能の低下したものとなっている。さらに 3-2-2 で述べる方法でサンプルの Fe 濃度を推定した。推定値を EPMA 分析により得られている値と比較すると、A エリア (dehydrated serpentine) において差分法により求めた値は 10.6 wt%、EPMA の分析値は 18.05 wt% であり、B エリア (clinopyroxene) においては、それぞれ 6.14 wt%、0.49 wt%となった (Fig.3-11, Table 3-2)。このように A, B 両エリアとも大きく異なる値となったが、これは 7.115 keV の CT 像の空間分解能の低下もさることながら、次に述べる高調波の影響が大きな要因となっている。

7.105 keV の CT 像は空間分解能の良いものとなっているが、これが本当に定量性のあるものなのかを確認した。EPMA 分析により求めてある各エリアの組成と、文献値を参考にもとめた密度からそれぞれのエリアの本来の LAC を計算すると A、B エリアはそれぞれ 147.2、263.2 (cm^{-1}) となった。一方、CT 撮影により得られた LAC 像 (CT 像を (8) 式により変換したもの) においては A、B エリアの LAC を求めるとそれぞれ 93.8、138.9 (cm^{-1}) であり、計算値よりもかなり小さな値であることが分

かった (Fig.3-11, Table 3-2)。これは以下に述べるように高調波 (主として 3 次光) の影響によるものであることが分かった。

Y98M03KS094 を撮影したときとほぼ同じ条件 (7 keV) で、入射 X 線の単色化の程度について調べた。X 線の単色化は結晶による X 線の Bragg 反射を用いて行っており、反射条件の式は

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (9)$$

で表される。ここで d は面格子間隔、 θ は Bragg 角、 n は次数、 λ は X 線の波長である。BL47XU では Si 単結晶の (111) 反射を用いて X 線の単色化を行っている。結晶の対称性により n は奇数に限られる。Bragg 条件はデルタ関数的に満たされるわけではないので、Bragg 反射付近でモノクロメータの角度を少しずつ変化させながら入射 X 線強度を求めた。実験は二つのイオンチェンバーを X 線の経路上に 50 cm 離して配置して行った。また空気による X 線の減衰の程度を見るため、He path (X 線をほとんど吸収しない) を通さない場合と通す場合の二通りの実験をした。二つのイオンチェンバーの間に 1 mm 厚の Al の板を入れることにより、7 keV の X 線強度はほぼ 0 に減衰出来るので、後方のイオンチェンバーでは高調波の強度のみが検出でき (高調波は Al ではほとんど減衰されない)、前方のイオンチェンバーで検出した X 線強度から高調波の強度を引くことにより、7 keV の X 線エネルギーの強度を得ることができる。結果の rocking curve を Fig.3-12 に示す。Y98M03KS094 の撮影時には入射ビーム口とサンプルの間は約 1 m 離れており (rocking curve 点線に相当)、7 keV の X 線は空気により相当量吸収され、7 keV のエネルギーの X 線強度は

サンプルに入射する時点で、高調波の X 線強度とオーダーがほぼ等しくなっていたことがわかる。7 keV の X 線はサンプルを透過するときにも減衰されるが、高調波はそれほど減衰されないため、検出器では 7 keV だけでなく高調波の光子も多くカウントされ、結果として CT 値の低下という現象を引き起こしたと考えられる。この高調波の影響を減少させるために (1) He path をできる限り長く入れることにより、空気による 7 keV の X 線の減衰を抑える (rocking curve 実線) だけでなく、(2) さらに rocking curve では 7 keV のものに比べ、高調波成分の方が幅が狭くなっていることを利用して (これは高エネルギーの時ほど原子の X 線に対する感受率が低いという性質によるものである)、Bragg 条件からやや外した角度で入射 X 線を得ることにより高調波の発生を抑えた (この作業を detune という)。

(2) olivine

Fig.3-2 には再構成計算より得られた 7.124 keV, 7.098 keV, 10 keV における CT 像に関する情報が示されている。このサンプルは均質な単結晶なので、特に内部構造などは見られない (Fig.3-13)。この図は各エネルギーにおける CT 像を連続的に示したものである。CT 像の暗い部分は空気であり CT 値はほぼ 0 に対応している。またサンプルの右上に少し明るい部分があるが、これはグラスファイバーとサンプルを接着しているグリコールフタレートである。グラスファイバーは CT 像では白い丸として見える。

このサンプルは均質なので 7.124 keV、7.098 keV、10 keV のヒストグラム (Fig.3-2 の左下の図) はそれぞれ CT 値 200, 130, 75 (cm^{-1}) 辺りにはっきりとピークが認められる。なお、7.098, 10 keV のピークにも左肩があるのが分かるが、これは先に述

べた dark rim の影響によるものである。一方、7.124 keV のものは、そのピーク幅がかなり広がっている。これは Fe の K-吸収端の直上で撮影しているとき多量に発生した蛍光 X 線の影響であると考えられる。可視光変換型の検出器では蛍光 X 線と透過 X 線とを区別して光子数をカウントすることができないので、実際より多くの X 線が透過してきたことになり、その CT 値は本来より小さくなってしまいうのに対応し、ダークリムの影響だけでなく低 CT 値側にヒストグラムのピークが膨らんでいる。また、蛍光 X 線は入射、透過 X 線と平行な方向に出るわけではなく、四方八方に出るので CT 像の空間分解能の低下を招く。この蛍光 X 線による影響は先に述べた AMM や以下に述べる 3 つの宇宙塵全てについても当てはまる。

Fig.3-2 右下のグラフはこのサンプルの代表的なスライスの各エネルギーにおける TA の 9 点隣接移動平均を示したものである。7.124 keV のものに関しては、サンプルの形状効果によって TA に特に大きな凹みが見られるが、それらの標準偏差は全て 0.04 未満 (Table 3-1) であるので、これらは有効なデータであると判断した。

次に、高調波の影響がどれほど小さくなったのかを、各エネルギーにおける olivine の CT 値と計算より求めた LAC を比較することで確かめた。このオリビンの組成は $(\text{Mg}_{0.92}, \text{Fe}_{0.08})_2\text{SiO}_4$ であり、密度は $3.334(\text{g}/\text{cm}^3)$ (Tsuchiyama et al., 2000) なので LAC 値はそれぞれ 7.124 keV は $223.4(\text{cm}^{-1})$ 、7.098 keV は $153.0(\text{cm}^{-1})$ 、10 keV は $87.0(\text{cm}^{-1})$ と計算により求められる。一方、CT 値のヒストグラムから求められる CT 値はそれぞれ $202.8(\text{cm}^{-1})$ 、 $132.0(\text{cm}^{-1})$ 、 $78.0(\text{cm}^{-1})$ なので、(8) 式を用いて LAC に変換すると $232.8(\text{cm}^{-1})$ 、 $151.5(\text{cm}^{-1})$ 、 $89.6(\text{cm}^{-1})$ となる。これらより、両者はほぼ等しく高調波はかなり軽減され、ほとんどその影響がないこと

が分かった。

(3) L2005AC11

Fig.3-3 には再構成計算より得られた 7.124 keV, 7.098 keV, 10 keV における CT 像に関する情報が示されている。このサンプルはサイズが約 10 μm と非常に小さいが、内部にはクラックのようなものや色のやや暗い部分と少し明るい部分が見られる (Fig.3-14)。

Fig.3-3 左下のグラフは各エネルギーにおける CT 像のヒストグラムであり、7.124 keV、7.098 keV、10 keV のヒストグラムはそれぞれ CT 値 350, 100, 110 (cm^{-1}) 辺りにピークが見られる。このサンプルもオリビンと同様に蛍光 X 線のため 7.124 keV のピークは幅の広いものとなっている。一方、7.098 keV のヒストグラムでは、サンプルのピークはグリコールフタレートとのピークに重なってしまっている。先にも述べたように、このサンプルはサイズが 10 μm と非常に小さいので、dark rim の影響を受けておりヒストグラムのピーク位置は低い方にややシフトしていると思われる。また右下のグラフはこのサンプルの代表的なスライスの各エネルギーにおける TA の 9 点隣接移動平均を示したものである。それらの標準偏差は全て 0.04 未満 (Table 3-1) であるので、有効なデータとして扱うことにした。

(4) L2036H1

Fig.3-4 には再構成計算より得られた 7.124 keV, 7.098 keV, 10 keV における CT 像に関する情報が示されている。このサンプルはサイズが約 15 μm と非常に小さいが、内部にはサイズの異なる多くの空隙と、大きさ約 1 μm 程度の白く光る物体が所々に存在する (Fig.3-15)。この白く光る物体は XRD 測定の結果 (Fig.3-1) と合わせ

ると kamacite あるいは troilite であることが予測される。

Fig.3-4 左下のグラフは各エネルギーにおける CT 像のヒストグラムであり、7.124 keV、7.098 keV、10 keV のヒストグラムはそれぞれ CT 値 130, 60, 50 (cm^{-1}) 辺りにピークが見られる。このサンプルもオリビンと同様の理由で 7.124 keV のピークは幅の広いものとなっている。それに加え先にも述べたように、このサンプルはサイズが約 15 μm と非常に小さいので、dark rim の影響を受けておりヒストグラムのピーク位置は低い方にややシフトしていると思われる。

また右下のグラフはこのサンプルの代表的なスライスの各エネルギーにおける TA の 9 点隣接移動平均を示したものである。それらの標準偏差は全て 0.04 未満 (Table 3-1) であるので、有効なデータとして扱うことにした。

(5) KW740215

Fig.3-5 には再構成計算より得られた 7.124 keV, 7.098 keV, 10 keV における CT 像に関する情報が示されている。このサンプルはサイズが約 40 μm であり、dark rim の影響が無視できるほどの大きさを持っている。サンプル内部には多くの空隙と様々な大きさの白く光る物体が見られるが (Fig.3-16)、これは XRD 測定の結果 (Fig.3-1) と合わせると magnetite であると考えられる。Fig.3-16 は各エネルギーにおける CT 像を連続的に示したものであるが、7.124 keV の CT 像には空隙があまり見受けられない。これは上記の蛍光 X 線による CT 像の空間分解能の低下の程度が大きく、空隙が認識できなくなってしまったからである。

この画質の低下は Fig.3-5 左下のヒストグラムを見ると明らかである。各エネルギーにおける CT 像のヒストグラムを見ると、7.124 keV、7.098 keV、10 keV のヒスト

グラムはそれぞれ CT 値 250, 80, 100 (cm^{-1}) 辺りにピークを持つが、7.124 keV のヒストグラムは蛍光 X 線による CT 像の空間分解能の低下によってピークの幅が他のエネルギーのものに比べてかなり広がっている。

また右下のグラフはこのサンプルの代表的なスライスの各エネルギーにおける TA の 9 点隣接移動平均を示したものである。7.124 keV の CT 像はひどく画質が低下しているが、他のエネルギーのものも含め、それらの TA の標準偏差は全て 0.04 未満 (Table 3-1) であるので、有効なデータとして扱うことにした。

3.2.2 差分像からの Fe 濃度推定

2-2-2 章で求めた CT 値と LAC の関係式を用いて差分像から Fe 濃度を推定した。1-2-4 章で述べたように、X 線線吸収係数 LAC は (4) 式から計算される。Fe の吸収端の直上と直下の差をとると、その間に他の元素の吸収端は存在しないので、(4) 式は (6) 式のように近似できる。差分像は CT 値の空間分布を表しているが、2-2-2 章で求めた (12) 式を用いて LAC についての像を求めることができる。一方 F_e は既知の値であり、 $F_e = 352.5 (cm^2/g)$ である。従って、画像についての演算によって $LAC / F_e (= \rho w_{Fe})$ の像を求めることが可能となる。olivine サンプルでは ρ も既知であるので、LAC 像より w_{Fe} 像を直接求めることができる。しかし宇宙塵については各画素における密度 ρ は未知の値であり、Fe の濃度についての像 (w_{Fe} 像) を直接求めることはできない。このため w_{Fe} を推定するために以下の方法を用いた。宇宙塵に含まれる代表的な鉱物である、olivine、orthopyroxene、clinopyroxene、serpentine-cronstedtite、Fe-Ni metal、magnetite、troilite について ρw_{Fe} と w_{Fe} の値を計算した。これらのうち olivine、orthopyroxene、clinopyroxene、

serpentine-cronstedtite、Fe-Ni metal は固溶体組成比を 0.1 ずつ変えて ρw_{Fe} 、 w_{Fe} を計算した。各鉱物の端成分の密度については文献値 (carmichael, 1989) を用い、また固溶体の密度については olivine を除いては組成に線形に比例すると仮定して求めた。Olivine については Bloss (1971) を用いた。計算によって求めた ρw_{Fe} と w_{Fe} をグラフにプロットしたものが Fig.3-17 である。このグラフを基にして CT 像の変換から得られた ρw_{Fe} 像から Fe 濃度を推定した。

3.2.3 テストサンプル

この olivine (San Carlos 産) は均質かつ密度が分かっている ($\rho = 3.334 \text{ g/cm}^3$) ので、先に述べた方法で求めた ρw_{Fe} 像から直接 Fe の concentration 像、即ち w_{Fe} 像を得た。得られた濃度像のサンプル周辺にはグリコールフタレートの部分かノイズとして残っているので、サンプル部分だけを抽出した。これを mask-concentration 像と呼ぶ。

Mask-concentration 像の作成手順を Fig.3-18 に示した。まず、7.124 keV、7.098 keV、10 keV の CT 像の中から最も空間分解能の高いものを選び出す。空間分解能が高いと、サンプルとそれ以外 (空気やグリコールフタレート) の境界が見分けやすいので、適当な画素値を閾値として CT 像を二値化する。二値化画像にはサンプル部分に画素値 1 が、それ以外の部分には画素値 0 が収められている。この二値化画像の画素値と Fe 濃度像の画素値を掛け合わせる (この作業を masking という) ことによってサンプル部分の画素値は元のままで、それ以外の部分の画素値は 0 になる。Fig.3-18 では olivine の 7.098 keV の CT 像を元に concentration 像の masking を行っている。Masking 後にもグラスファイバーの部分かノイズとして残るが、サンプル部分に

比べてその画素数は無視できるほど十分小さい。

Fig.3-19 は濃度像と mask 像について横軸に濃度 (wt%)、縦軸にそのボクセル数をとったヒストグラムを示す。このようにして差分 CT 法から求めた olivine の Fe 濃度ヒストグラムのピーク値としてはおよそ 6.4 wt% となった。一方、組成から計算して求めた Fe 濃度は 6.13 wt% であり、両者はよく一致する。しかしながら、このサンプルは均質であるにもかかわらず CT 像から求めた w_{Fe} 像のヒストグラムはピークの幅がかなり広いものとなった (半値幅 -2.6, +1.0 wt%)。これは 7.124 keV の CT 像が最初からヒストグラムのピークが幅広いもの (画質が悪いもの) となっているからであると考えられる。

3.2.4 宇宙塵

宇宙塵の場合については先にも述べたように密度が不明なので、 ρw_{Fe} 像より 3-2-2 章で求めた $\rho w_{Fe} - w_{Fe}$ プロット (Fig.3-17) を用いて w_{Fe} を推定した。

(3) L2005AC11(IDP)

このサンプルの差分像は先に Fig.3-8 に示した。さらに上記の過程を経て得た concentration 像と mask-concentration 像とそれらのヒストグラムを Fig.3-20 に示す。Concentration 像のヒストグラムには 20 wt% 辺りに小さなピークが見られるが、全体的になだらかなヒストグラムとなっている。これはサンプルのサイズが小さいために dark rim の影響が小さくないからであると考えられる。それに、このサンプルは小さい上に、全体がグラスファイバーとサンプルを固定する糊 (グリコールフタレート) に埋まってしまっており、その境界を厳密に見分けるのは困難であった。よってヒストグラムにおいても、どこからどこまでをサンプル部分の示すヒストグラムとするか厳

密には決められなかった。テストサンプルのオリビンの場合は concentration 像のヒストグラムだけでもピークを判別できたが、このサンプルの場合はピークが判別できない。mask-concentration 像のヒストグラムよりサンプル部分だけのヒストグラムを見ると、このサンプルの Fe 濃度はおよそ 20 wt% をピークとして 10 ~ 30 wt% の範囲で広く分布していることがわかる。また、3 次元的な Fe 濃度の分布は Fig.3-21 の通りである。

(4) L2036H1(IDP)

このサンプルの差分像も先に Fig.3-9 に示した。さらに上記の過程を経て得た concentration 像と mask-concentration とそれらのヒストグラムを Fig.3-22 に示す。Concentration 像のヒストグラムには 6 wt% 辺りに小さなピークが見られるが、全体的になだらかなヒストグラムとなっている。これもサンプルのサイズが小さいために dark rim の影響が小さくないからであると考えられる。それに、このサンプルも小さい上に、全体がグリコールフタレートに埋まってしまっているため装置の空間分解能上、その境界を厳密に見分けるのは困難である。mask-concentration 像のヒストグラムより、このサンプルの Fe 濃度はおよそ 6 wt% をピークとして 2 ~ 8 wt% の範囲で分布していることがわかる。さらにサンプル内部には時折白く光る物体が存在する。この部分の Fe 濃度は 10 wt% 程度である。また、3 次元的な Fe 濃度の分布は Fig.3-23 の通りである。

(3) KW740215(AMM)

このサンプルの差分像は先に Fig.3-10 に示した。さらに上記の過程を経て得た concentration 像、mask-concentration 像とそれらのヒストグラムを Fig.3-24 に示す。

Concentration 像は 20 wt% 辺りに小さなピークが見られるが、全体的になだらかなヒストグラムとなっている。このサンプルは大きさが 50 μm ほどであり、dark rim はそれほど影響しないと思われる。concentration 像のヒストグラムはもっとシャープになるはずなのだが、そうはなっていない。それはこのサンプル中の Fe 濃度が高いために吸収端直上における X 線 CT 撮影中に無視できないほどの蛍光 X 線が出たため、直上の CT 像が滲んでしまったためであると考えられる。Mask-concentration 像のヒストグラムより、このサンプルの Fe 濃度は 10 ~ 20 wt% になだらかなピークをもっており、さらに 5 ~ 35 wt% の範囲で広く分布していることがわかる。また、3 次元的な Fe 濃度の分布は Fig.3-25 の通りである。

3.2.5 SEM 像、EPMA データと CT 像の比較

研磨片の断面の方向と再構成した CT 像のスライス方向とは一般には一致しない。両者を比較するため、研磨片の断面と一致するようなスライス方向を 3 次元の CT 像より探した (Fig.3-26)。また前述の 13 元素について、SEM-EDS を使用して元素マッピングを行った結果を Fig.3-27 に示す。この元素マッピングでは疑似カラーで判定量的な情報が表されている。Fig.3-28 において SEM-EDS による Fe map と差分法による Fe concentration 像を比較した。Fe マッピングでは試料中の空隙がほとんど認識されておらず、また Fe concentration 像ではグリコールフタレートの一部が残ってはいるが、両者の Fe の分布は定性的によく一致していると言える。

SEM-EDS によるマッピングをもとに決定した 9 点 (Fig.3-29) の EPMA 定量分析結果を Table 3-3 に示す。上段が各金属酸化物の濃度、下段は酸素を 24 モルにしたときの各元素のモル比である。1, 2, 7 番は FeO に富み、XRD の結果 (Fig.3-1) も考慮すると、magnetite を主とする部分であると思われる。実際 SEM 像 (Fig.3-29) でも、これらの部分は framboidal magnetite であることが分かる。Fig.3-30 は EPMA で分析した 9 点について、Mg, Fe, Si+Al モル比を三角ダイアグラムにプロットしたものである。1, 2, 7 番は magnetite だけではなく、少量のシリケートを含んでいることが分かる。3 ~ 6, 8, 9 番のマトリクス部分には low-Ca pyroxene らしきもの (6 番) や極めて Fe-rich な saponite らしきもの (3 ~ 5, 8, 9 番) が含まれていると思われるが、XRD 測定 (Fig.3-1) では、そのような鉱物は認識されなかった。これは含水鉱物がわずかに加熱、脱水分解され、XRD では測定できないような微小な結晶の集合体になったからであろうと考えられる。炭素質コンドライト (CI, Tagish Lake) に

見られる saponite は一般に Mg に富んでおり (Fig.3-30 右)、今回見いだされたような Fe に富む saponite 組成のものは稀であるが、このような Fe に富むものとしては、地球上において風化を受けたと思われる saponite-rich な微隕石 (野口、私信)、もう一つは始原的な hydrated IDP (Nakamura et al., 2004) が報告されている。今回の場合がどちらに当たるかは透過型電子顕微鏡 (TEM) により、さらなる分析を行わないと判断できない。

定量分析値の合計は全ての点において 65 ~ 85 wt% となり、通常のように 100 wt% にはならなかった。その理由としては (1) このサンプルには hydrous な phase が含まれており H₂O を分析していない、(2) SEM でも見えないほどの小さい空隙が存在している、あるいはその両者の可能性が考えられる。(1) によるものであるとすると、EPMA による補正計算の際に水の効果を考慮していないので、各金属酸化物の分析値は多少の誤差はあるが、おおまかには正しいものである。一方、(2) によるものであるとすると空隙の分だけ濃度を小さく見積もってしまうので、固体部分の組成の目安として合計を 100 wt% に規格化した値も求めた。

Fe concentration 像において EPMA 分析点に対応する点での Fe 濃度も求めた (Fig.3-29, Table 3-3)。このとき、EPMA の定量分析の空間分解能はおおよそ 1 μm であるので、Fe concentration 像では、5 × 5 pixels (0.2 μm / pixel) の範囲における濃度の平均値を各点の Fe 濃度とした。Fig.3-30 には対応する Fe concentration 像も示してある。SEM 像から 1, 2 番は密な framboidal magnetite、7 番は粗な framboidal magnetite であることが分かるが、CT 像では空間分解能の不足により、これらの framboidal magnetite を認識できない。なお、framboidal magnetite の個々

の粒子の大きさは EPMA や CT 像の空間分解能よりも小さいので、今回求めた分析値は magnetite のみによるものではなく、magnetite 粒子の間を埋める珪酸塩を含めたものとなっている。

Fe 濃度について分析値と差分法により求めた値を比較すると、Fe の最も少ない 6 番の部分では両者はよく一致しているが、Fe の多いその他の部分では差分法で求めた値はかなり小さい。Fig.3-31 は横軸に Fe concentration 像から求めた Fe 濃度を、縦軸に EPMA 分析により得た Fe 濃度の分析値、濃度の合計を 100 wt% に規格化した値をプロットしたものである。Fe concentration 像から求めた Fe 濃度が分析値より小さくなる原因としては、(1) 宇宙塵は密度が不明なので $\rho w_{Fe} - w_{Fe}$ のプロットから w_{Fe} を推定したときに生じる誤差、(2) Δ_{Fe} の誤差、(3) EPMA の分析点と Fe concentration 像における分析点の微少なズレ、(4) 吸収端直上での蛍光 X 線の影響、が考えられる。Fe 濃度は宇宙塵の構成鉱物が unhydrous なものであると仮定して求めた値であるので、もし hydrous phase が含まれているとすると、(1) による影響としては数 wt% の誤差だと思われる。また吸収端直上では質量吸収係数が微小振動しており、 Δ_{Fe} を求めるときには微小振動をスムーズにした値を用いた。 Δ_{Fe} には微小の誤差が生じるが、(2) による影響はほとんど無視できる程度であろう。(3) による誤差もほとんど無視できる程度であると考えてよい。よって(1)(2)(3)の影響は(4)による影響ほど大きくないと予想される。Fig.3-31 では Fe 濃度が大きくなるほど、分析値と Fe concentration 像から求めた値の差が一般的には大きくなっている。これは Fe 濃度が大きい (> 20 wt%) ほど多量の蛍光 X 線が出るため、吸収端直上における CT 像のヒストグラムのピーク位置が CT 値の低い方へシフトするからであると考え

られる。6 番の Fe 濃度は低く、蛍光 X 線がそれほど出なかったため、分析値と差分法により求めた値はよく一致したのだと考えられる。テストサンプルの olivine も濃度が低かった (6.1 wt%) ため同様のことが言える。

。

4 まとめ

様々な要素による CT 装置の非線形性のため、単色光を用いても LAC と CT 値が等しくなることが以前より示唆されていた。これでは、試料内部の三次元構造観察はできても、CT 像の定量的な解析が行えない。そこで本研究では CT 像の定量解析を行う前に、11 種類の標準試料をエネルギーを変化させて CT 撮影し、得られた CT 像のヒストグラムを解析することにより SPring-8 BL47XU における LAC と CT 値の関係を求めた。その結果、ヒストグラムの形状は (1) ピークの左肩が上がっている (2) ピークの左右の肩が上がっている (3) ピークが判別できない、の 3 タイプに分けることができることが分かった。(3) のタイプは試料サイズの小ささゆえ、試料内部まで dark rim が及ぶ。(3) のタイプのヒストグラムではピークの値が判別できないので、このタイプの試料は有効ではないデータと判断し、以降の解析からは除外した。タイプ (1)(2) のヒストグラムについて LAC - CT 値のプロットを行ったところ、X 線エネルギーに関係なくおおよそ直線になることが分かった。しかし、いくつかのサンプルはその直線から少し外れた位置にプロットされる。そこで、全試料に関してその代表的なスライスのシノグラムを作成し、CT 撮影中の回転角による透過度を調べたところ、試料の形状により X 線が透過しきらないサンプルがあることが分かった。これは CT 値の減少に強く影響するので、LAC - CT 値プロットから除外したところ、ほぼ直線になった。これを最小自乗フィッティングし、求めた LAC と CT 値の関係式は以下ようになった。

$$CTvalue = 0.871(\pm 0.009) \times LAC$$

なお、この関係式を用いる場合は次の 2 点に注意が必要である。(1) dark rim の影響

を小さくするため、試料サイズは 40 μm 以上はあった方がよい。(2) 試料の形状による影響、特に長細い試料には注意を要する。

次に Fe の K-吸収端の直上直下で CT 撮影し、それらの差をとることにより得られた差分像に上の関係式を適用した。1 つのテストサンプルと 3 つの宇宙塵 (2 つの惑星間塵 (IDP) と 1 つの微隕石 (AMM)) の CT 像を定量解析することにより、それらの Fe 濃度の三次元分布を求めた。テストサンプルとして組成の分かっている均質な olivine($(\text{Mg}_{0.92}, \text{Fe}_{0.08})_2\text{SiO}_4$) に差分 X 線 CT 法を適用することにより、その CT 像から Fe 濃度を求めた。CT 像から求められる Fe 濃度のヒストグラムのピーク値から求めた値はおよそ 6.4 wt%、組成から計算される Fe 濃度は 6.13 wt% となり、ほぼ一致した。しかしながら、CT 像から求めた Fe 濃度の分散は大きいことが分かった (半値幅 -2.6, +1.0 wt%)。これは Fe の K-吸収端直上のエネルギーでの撮影の際に発生する蛍光 X 線のためであると考えられる。AMM(KW740215) の差分法による Fe 濃度は 5 ~ 35 wt% となった。この試料に関しては研磨片にして SEM, EPMA 観察も行った。EPMA 定量分析結果と差分法により求めた Fe 濃度を比較すると、その値は一点を除いて大きく異なった。よく一致した一点は Fe 濃度の低い (~ 10 wt%) ところであったが、大きく異なったのは Fe 濃度の高い (> 20 wt%) 部分であった。Fe-K 吸収端直上のエネルギーでは蛍光 X 線が発生するため、CT 像の空間分解能が低下し、また先に得た CT 値 - LAC の関係よりもさらに CT 値が低下することが分かった。また Fe 濃度が大きいほど、CT 撮影中に多量の蛍光 X 線が出るため、CT 値がより小さくなり、大きな Fe 濃度の減少が見られたと考えられる。一方、IDP サンプル (L2005AC11 および L2036H1) に関して CT 像からの Fe 濃度はそれぞれ 10 ~

30 wt%、2 ~ 8 wt% となった。しかしながら、これらの試料はサイズがおよそ 10 μm ほどしかないため、LAC - CT 値の関係式を用いるのには適していないので、Fe の蛍光 X 線の効果に加えてさらに Fe 濃度が小さい値を示しているだろうと思われる。

以上のことより差分 X 線 CT 法による Fe 濃度推定値は、Fe 濃度が低いところでは計算値や分析値とよく一致するが、Fig.3-32 に示すように、蛍光 X 線により Fe-K 吸収端直上での CT 像の空間分解能が低下し、分散が大きくなること、さらに Fe 濃度が高いところではより多くの蛍光 X 線によりピーク位置が CT 値の低い方へシフトし、その結果 Fe 濃度が低く求められることが分かった。今後、蛍光 X 線の対策や補正法を確立することにより、空間分解能が高く、濃度の高いところにおいても精度の良い値を得ることが必要である。

5 謝辞

土`山明教授には3年間直接の指導教官としてお世話になりました。研究に対する厳しい突っ込みや、適切なアドバイス等を数え切れないほどいただき、研究とは何ぞやということのみっちり教えていただきました。様々な視点から物事を考える力、客観的な判断をする力、自分の考えを伝えることの大切さなど、研究者として大切な姿勢を身につけることができたのも先生の厳しいご指導の賜だと思っております。身に付いたと言ってもまだまだヒヨッコですので、土`山先生のような研究者になれるよう、これからも精進していこうと思う次第であります。また、「楽しいことをしよう！そのための努力は惜しまずに。」というキーフレーズのもと、3年間公私ともに充実した生活を送れたのは他ならぬ土`山先生のおかげだと思っております。本当にありがとうございました。

上杉健太郎さんには SPring-8 での実験で大変お世話になりました。眠い目を擦りながら、実験をしている姿はとても印象的で、まるで昨日のことであるかのように鮮明に覚えています。実験には知力以外に体力も必要なんだと思い知らされました。それに、CT 装置に関して分からないことがあれば、優しい口調で懇切丁寧に説明していただきました。色々ありがとうございました。

産業技術総合研究所の中野司博士には使いやすいようにカスタマイズされた様々な画像処理ソフトを開発していただきました。これらの画像処理ソフトがなければこの研究は絶対に成立しませんでした。また、SPring-8 での実験ではいつもお世話になりました。気さくに話しかけていただいたり、研究の相談に乗っていただいたりしたことをいつまでも忘れません。ありがとうございました。

茨城大学の野口高明博士、九州大学の中村智樹博士には宇宙塵についての知識を色々教えていただいたり、XRD 測定をしていただきました。宇宙塵への興味と理解がより一層深まりました。ありがとうございました。

松田准一教授にはこの修士論文の副査を担当していただき、ありがとうございます。また、松田研究室の方々には修士一年の一年間セミナーで色々とお世話になりました。ありがとうございました。

佐伯和人助教授には研究はもちろん、様々な行事や C 言語のことで色々とお世話になりました。それにこの修士論文の副査を担当していただき、ありがとうございます。

大高理助教授は直接の指導教官ではありませんでしたが、私の研究発表時に幾度となく鋭い質問を受け、答えられず詰まってしまったことをよく覚えています。そういった質問のおかげで、研究に対する理解をより深めることが出来ました。ありがとうございました。

遠藤徳孝助手には C 言語で問題が発生したときに親身になって一緒に考えていただきました。とても心強かったです。ありがとうございました。

谷篤史助手には研究に関連して数え切れないほど相談にのっていただきました。私が落ち込んでいるときも気さくに話しかけていただき、その笑顔に何度救われたことか…。ありがとうございました。

茅原弘毅博士には EPMA の使用法を教えてくださいました。それに研究発表の際に鋭い御指摘や、助言をいただきました。ありがとうございました。

福井宏行博士には研究室に設置してある装置の使用法など研究関連のことを色々教えていただきました。また、大人のお酒の飲み方や、様々な遊びを教えてくださいまし

した。ありがとうございました。

秘書の田中真理子さんには B4, M1 の二年間、前川江梨奈さんには M2 の一年間色々とお世話になりました。ありがとうございました。

研究室の先輩である、奥山茜さん、北村完志さん、草加浩都さん、竹部仁さん、有馬寛さん、岡澤隆宏さんには公私ともに本当に色々お世話になりました。同期の伊藤一洋さん、岡本佳子さん、久保勝之くん、長谷川直美さん、後輩の谷口圭輔くん、中島瑠美さん、村田敬介くん、石川謙二くん、板倉慶宜くん、斎藤貴美子さん、古川博一くんには色々とお世話になりました。研究室はアットホームな雰囲気だったので、先生方を含め、大阪にもう一つ大きな家族ができたようで、とても楽しく、そして有意義な 3 年間でした。本当にありがとうございました。これからも土`山研を盛り上げていってください。

2005 年 2 月 1 日

参考文献

- [1] Bloss, F. D. (1971) *in* Crystallography and Optical Chemistry, an Introduction. Holt, Rinehart and Winston, 545 pp.
- [2] Bonse, U. and Busch, F. (1996) X-RAY COMPUTED MICROTOMOGRAPHY (μ CT) USING SYNCHROTRON RADIATION (SR) *Prog. Biophys. Molec.*, **65**, pp.133-169.
- [3] Borodin, Yu. I., Dementyev, E. N., Dragun, G. N., Kuilpanov, G. N., Mezentsev, N. A., Pindyurin, V. F., Sheromov, M. A., Skrinsky, A. N., Skolov, A. S. and Ushakov, V. A. (1986) : *Nucl. Instrum. and Methods Phys. Res.* **A246** 649.
- [4] Bradley, J. P., Sanford, S. A. and Walker, R. M. (1987) Interplanetary dust particles. In: *Meteorites and the early solar system* (eds.J.F.Kerridge and M.S.matthews), Univ. of Arizona Press, Tucson, pp.861-895.
- [5] Brownlee, D.E. (1985) Cosmic dust: Collection and research. *Ann Rev. Earth Planet. Sci.* **13**, 147-173.
- [6] Carmichael, R. S. (1989) Handbook of Physical Properties of Rocks and Minerals *CRC Press, Inc.*
- [7] Flannery, B. P., Deckman, H. W., Roberge, W. G. and D'Amico, K. L. (1987) Three-dimensional X-ray microtomography. *Science*, **237**, pp.1439-1444.
- [8] Genge, M. J., Grady, M. M. and Hutchison, R. (1996) Parent body associations of fine-grained Antarctic micrometeorites. *Meteoritics and Planet. Sci.* **31**, suppl., A48-49.
- [9] Greshake, A., Klock, W., Arndt, P., Maetz, M. and Bischoff, A. (1994) Pulse-heating of fragments from Orgeil (CI): simulation of atmospheric entry heating of micrometeorites. In : *The cosmic dust connection* (ed. J. M. Greenberg), Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, pp.303-311.
- [10] Harman, G. T. (1980) Image Reconstruction from Projections. *Academic Press*, 316p
- [11] Hirano, T., Eguchi, S. and Usami, K. (1989) Study of quantitative elemental analysis of monochromatic X-ray CT using synchrotron radiation. *Japanese Journal of Applied Physics*, **28**, pp.135-139.

- [12] Kinney, J., Johnson, Q., Nichols, M. C., Bonse, U. and Nusshardt, R. (1986) Elemental and chemical-state imaging using synchrotron radiation. *Applied Optics*, **25**, pp.4583-4585.
- [13] Klock, W. and Stadermann, F. J. (1994) Mineralogical and chemical relationships of interplanetary dust particles, micrometeorites and meteorites. In : *Analysis of interplanetary dust* (eds. M. E. Zolensky, T. L. Wilson, F. J. M. Rietmeijer and G. J. Flynn), American Institute of Physics, New York, pp.51-87.
- [14] Kurat, G., Presper, T. and Brandstatter, F. (1992) CI-like micrometeorites from Cap Prudhomme, Antarctica. *Lunar Planet. Sci.* **XXIII**, 747-745.
- [15] Mackinnon, I. D. R. and Rietmeijer, F. J. M. (1987) Mineralogy of chondritic interplanetary dust particles. *Rev. Geophys.* **25**, 1527-1553.
- [16] Mason, B. (1962) *Meteoritics*. John Wiley and Sons, Inc., New York, 274pp.
- [17] Maurette, M., Olinger, C., Christophe Michel-Levy, M., Kurat, G., Pourchet, M., Brandstatter, F. and Bourot-Denise, M.(1991) A collection of diverse micrometeorites recovered from 100 tonnes of Antarctic blue ice. *Nature* **351**, 44-47.
- [18] Nakamura, K., Keller, L. P., Nakamura, T., Noguchi, T. and Zolensky, M. E. (2004) MINERALOGICAL STUDY OF HYDRATED IDPs: X-RAY DIFFRACTION AND TRANSMISSION ELECTRON MICROSCOPY. *Lunar and Planetary Science*, **XXXV**, abstract.
- [19] Nakamura, T., Noguchi, T., Yada, T., Nakamura, Y. and Takaoka, N. (2001) Bulk mineralogy of individual micrometeorites determined by X-ray diffraction analysis and transmission electron microscopy. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **65**, 4385-4397.
- [20] Nakamura, T., Noguchi, T., Ozono, Y., Osawa, T. and Nagao, K.(2005) A large carbonaceous micrometeorite: a pristine carbon microcapsule delivered to the Earth. In submitting
- [21] Nakamura, T. and Noguchi, T.(2004) Characteristics of phyllosilicates in micrometeorites derived from synchrotron X-ray diffraction analysis. *Meteoritics and Planet. Sci.*, Abstract.

- [22] Nakano, T., Nakamura, K., Someya, T. and Ohtsuka, H. (1997) Observation of 3-dimensional Internal Structure of Rock Using X-ray CT : (1) Density Calibration of CT value. *GEOINFORMATICS*, Vol.8, No.4
- [23] Noguchi, T., Nakamura, T. and Nozaki, W. (2002) Mineralogy of phyllosilicate-rich micrometeorites and comparison with Tagish Lake and Sayama meteorites. *Earth and Planetary Science Letters*, **202**, 229-246.
- [24] Okazawa, T., Tsuchiyama, A., Yano, H., Noguchi, T., Osawa, T., Nakano, T. and Uesugi, K. (2003) Densities of Antarctic micrometeorites and Chondrites using X-ray microtomography. *Antarctic Meteorites, Evolution of Solar System Materials*, 113-114.
- [25] Sandford, S. A. and Walker, R. M. (1985) Laboratory infrared transmission spectra of individual interplanetary dust particles from 2.5 to 25 microns. *Astrophys. J.* **291**, 838-851.
- [26] Thomas, K. L., Keller, L. P., Blanford, G. E. and McKay, D. S. (1994) Quantitative analysis of carbon in anhydrous and hydrated interplanetary dust particles. In : *Analysis of interplanetary dust* (eds. M. E. Zolensky, T. L. Wilson, F. J. M. Rietmeijer and G. J. Flynn), American Institute of Physics, New York, p.165-172.
- [27] Thompson, A. C., Llacer, J., Finman, L. C., Hughes, E.B. Otis, J. N., Wilson, S. and Zeman, H. D. (1984) : *Nucl. Instrum. and Methods Phys. Res.* **222** 319.
- [28] Tomeoka, K. (1991) Aqueous alteration in hydrated interplanetary dust particles. In : *Origin and evolution of interplanetary dust* (eds. A. C. Levasseur-Regourd and H. Hasegawa), Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, pp.71-78.
- [29] Tsuchiyama, A., Uesugi, K. and Nakano, T. (2000) A study of three-dimensional structures of rocks and minerals using a high-resolution X-ray CT method -Primitive materials in the solar system and chondrules-. *Journal of Geography*, **109(6)**, 845-858.
- [30] Tsuchiyama, A., Hanamoto, T., Nakashima, Y. and Nakano, T. (2000) Quantitative evaluation of attenuation contrast of minerals by using a medical X-ray CT scanner. *Journal of Mineralogical and Petrological Sciences*, **95**, 125-137.

- [31] Tsuchiyama, A., Uesugi, K., Nakano, T., Suzuki, Y. and Yagi, N. (2001) X-ray microtomography system using SR at SPring-8 for studies of three-dimensional microstructures of meteorites. *Antarctic Meteorites*, , 151-153.
- [32] Uesugi, K., Tsuchiyama, A., Nakano, T., Suzuki, Y., Yagi, N., Umetani, K. and Kohmura, Y. (1999) Development of microtomography imaging system for rocks and mineral samples. *Proc. SPIE, Developments in X-ray Tomography*, , 3772, 214-221.
- [33] Uesugi, K., Suzuki, Y., Yagi, N., Tsuchiyama, A. and Nakano, T. (2001a) Development of high spatial resolution X-ray CT system at BL47XU in SPring-8. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research. Section A*, 467-468, 853-856.
- [34] Uesugi, K., Suzuki, Y., Yagi, N., Tsuchiyama, A. and Nakano, T. (2001b) Development of sub-micrometer resolution x-ray CT system at SPring-8. *Proc. SPIE, Developments in X-ray Tomography*, , 4503, 291-298.
- [35] 草加 浩都 (2003) radial pyroxene コンドリユールの X 線 CT 法による三次元構造解析とその再現実験 (修士論文、大阪大学)
- [36] 岡澤 隆宏 (2004) 高分解能 X 線 CT 法を用いた南極微隕石の密度・空隙率測定 (修士論文、大阪大学)
- [37] 中村 健太郎 (2003) X 線 CT 法による CT 値と LAC の関係の定量的評価と密度測定 (卒業論文、大阪大学)
- [38] 「地球化学」(1998) 日本地球化学会 **32**, no.4
- [39] 国立極地研究所 編 (1987) 「南極隕石」南極の科学 **6**

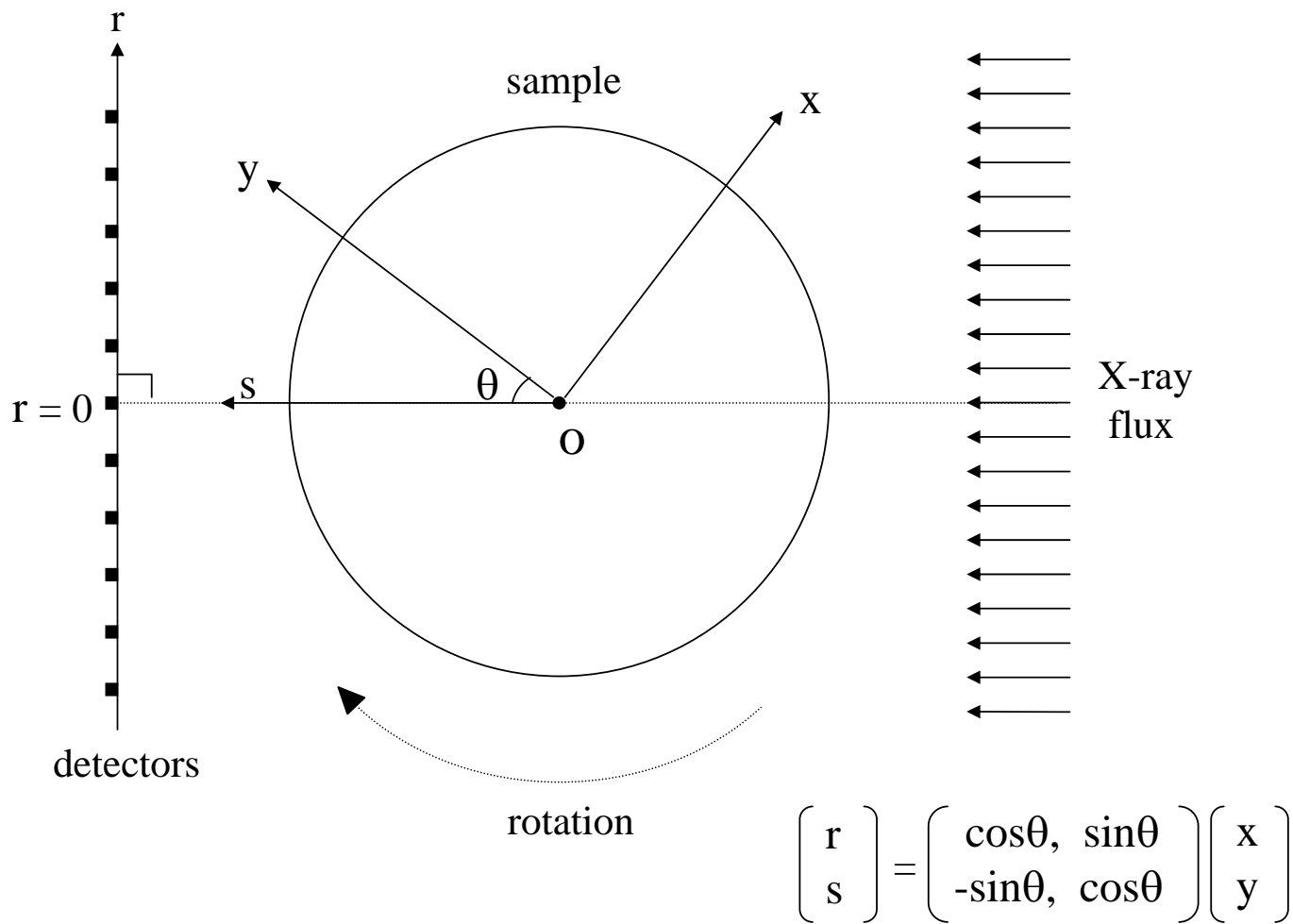


Fig.1-1 (x, y) と (r, θ) の関係

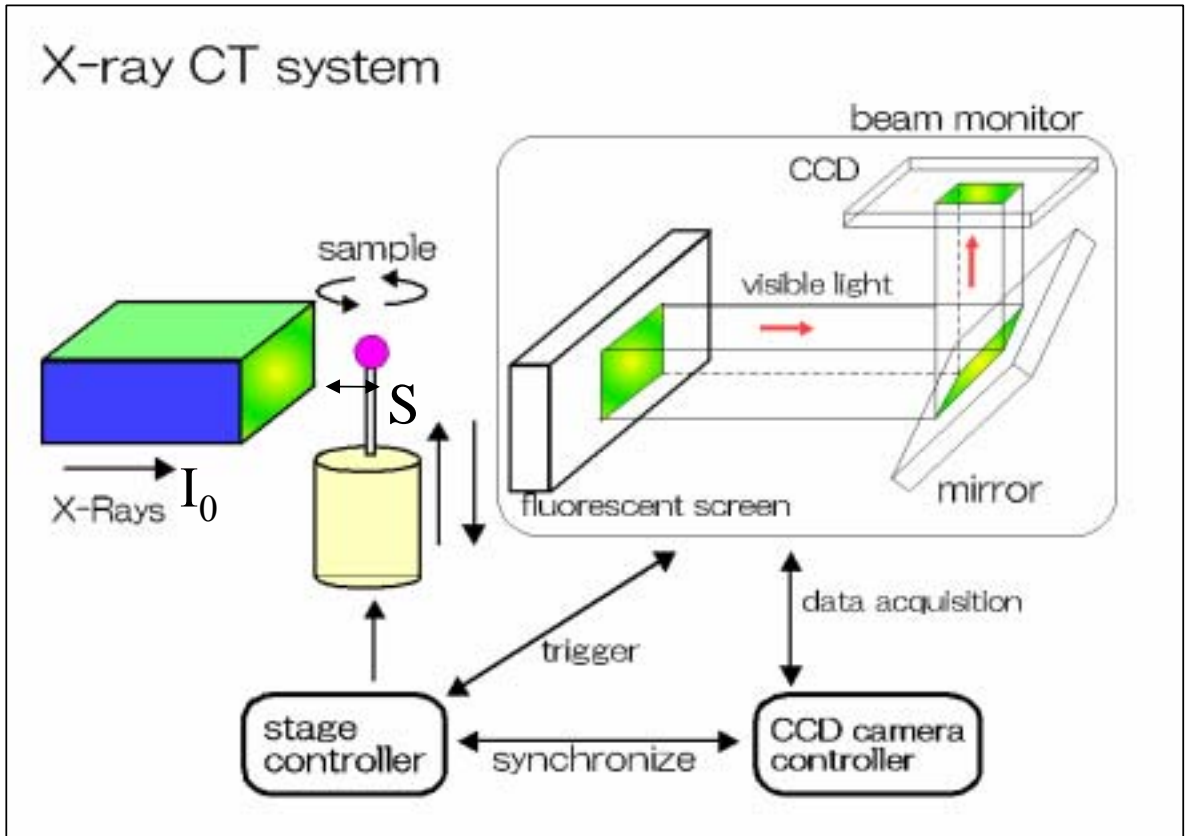


Fig.1-2 SP- μ CT @ SPring-8 BL47XU

撮影番号	sample	size(μ m)	composition	energy (keV)	density(g/cm ³)	exposure (msec)	resolution (μ m / pixel)	
021024f	quartz	150 × 130 × 210	SiO ₂	10	2.65	1.5	0.5	
030208c		300 × 200 × 270		10		2.0	0.5	
041001d		90 × 120 × 40		7		2.0	0.2	
041001j				8		2.0	0.2	
041001k				10		2.0	0.2	
021024g	olivine	160 × 140 × 220	(Fe _{0.08} ,Mg _{0.92}) ₂ SiO ₄	10	3.32	1.5	0.5	
021025b				20		2.5	0.5	
021025g				15		1.5	0.5	
041001e				65 × 50 × 100		7	2.0	0.2
041001h						8	2.0	0.2
021024h	rutile	145 × 90 × 140	TiO ₂	10	4.25	2.0	0.5	
021024i				20		2.5	0.5	
021025h				15		2.0	0.5	
030208a				260 × 320 × 400		25	1.5	0.5
030208b						20	2.0	0.5
021025a	magnetite	170 × 210 × 230	Fe ₃ O ₄	20	5.20	2.5	0.5	
021025f				15		1.5	0.5	

Table.2-1(a) Standard Samples Information-1

撮影番号	sample	size(μ m)	composition	energy (keV)	density(g/cm ³)	exposure (msec)	resolution (μ m / pixel)	
041001f	corundum	20 × 70 × 40	Al ₂ O ₃	7	3.99	2	0.2	
041001g				8		2	0.2	
030411f	Ag wire	50	Ag	15	10.5	2	0.5	
030411g	Cu wire	30	Cu	15	8.93	2	0.5	
030414d				20		2	0.5	
030411h	Ti wire	200	Ti	15	4.54	2	0.5	
030414b		300		20		2	0.5	
030411i	Ni wire	25	Ni	15	8.91	2	0.5	
030411j				25		2	0.5	
030412c				100		25	2	0.5
030412b				50		25	2	0.5
030414c				20		2	0.5	
030414a	Al wire	300	Al	10	2.69	2	0.5	
041001c		50		7		2	0.2	
041001i				8		2	0.2	
030414e	Pd wire	50	Pd	20	12.16	2	0.5	

Table.2-1(b) Standard Samples Information-1

Sample : Ag wire (0.05mm)

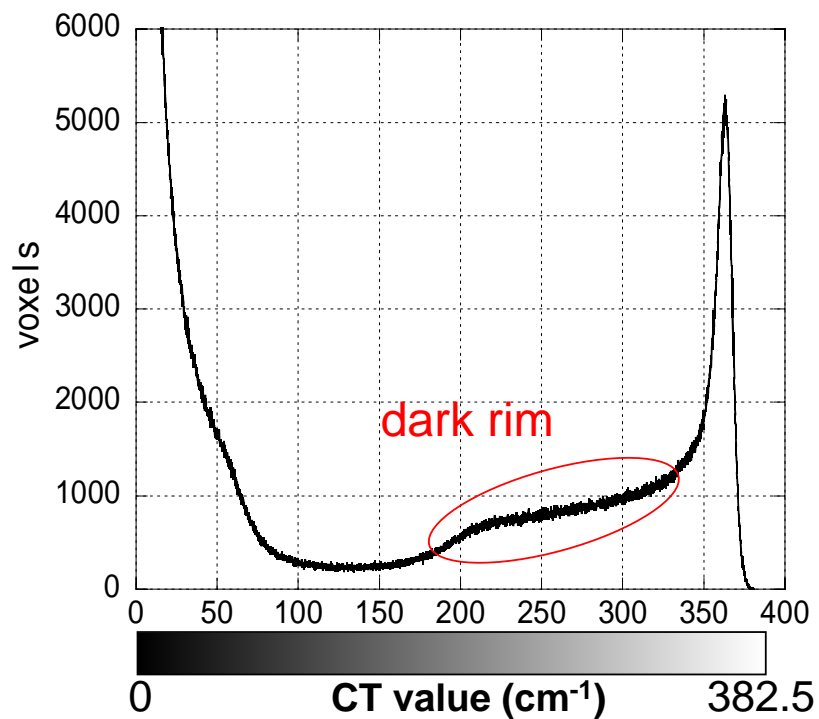
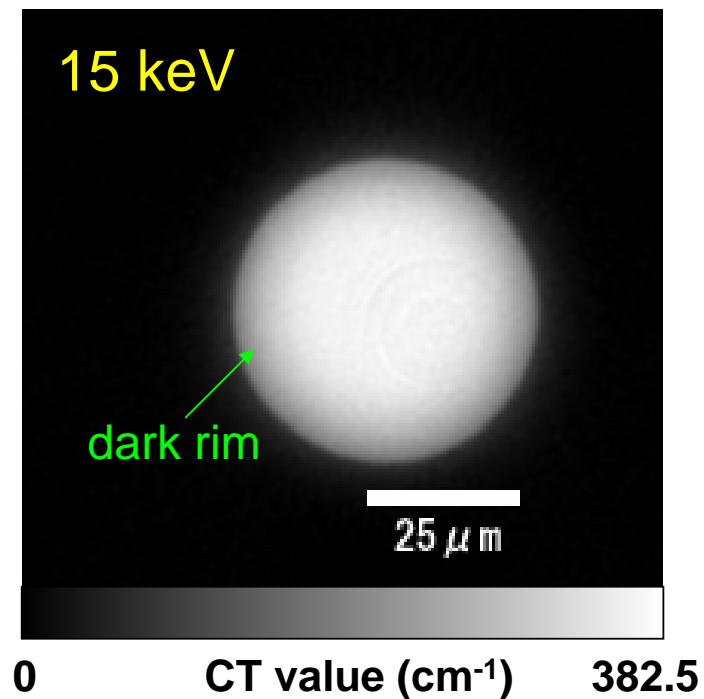


Fig.2-1 CT像とヒストグラム

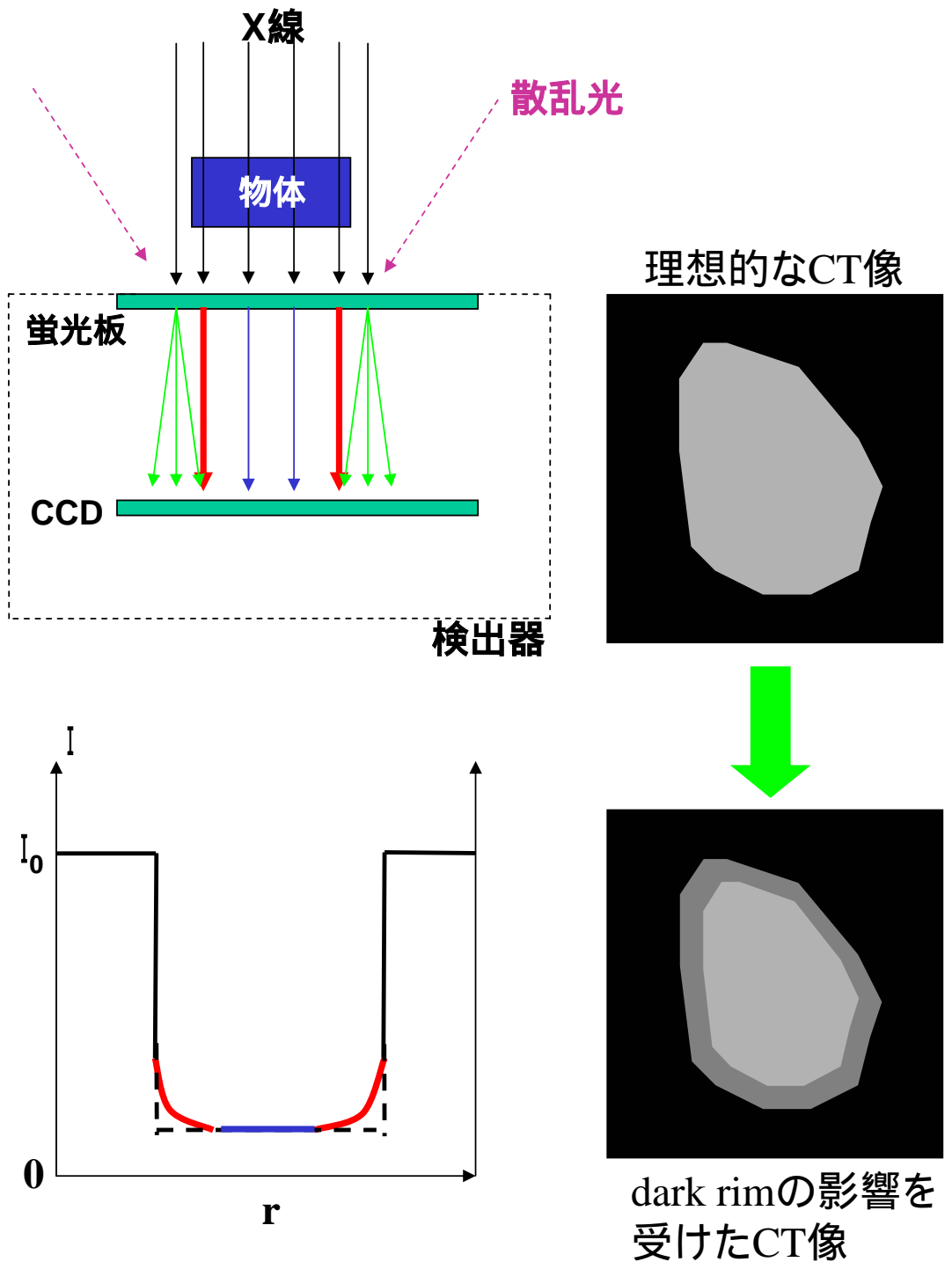


Fig.2-2 dark rim の発生メカニズム

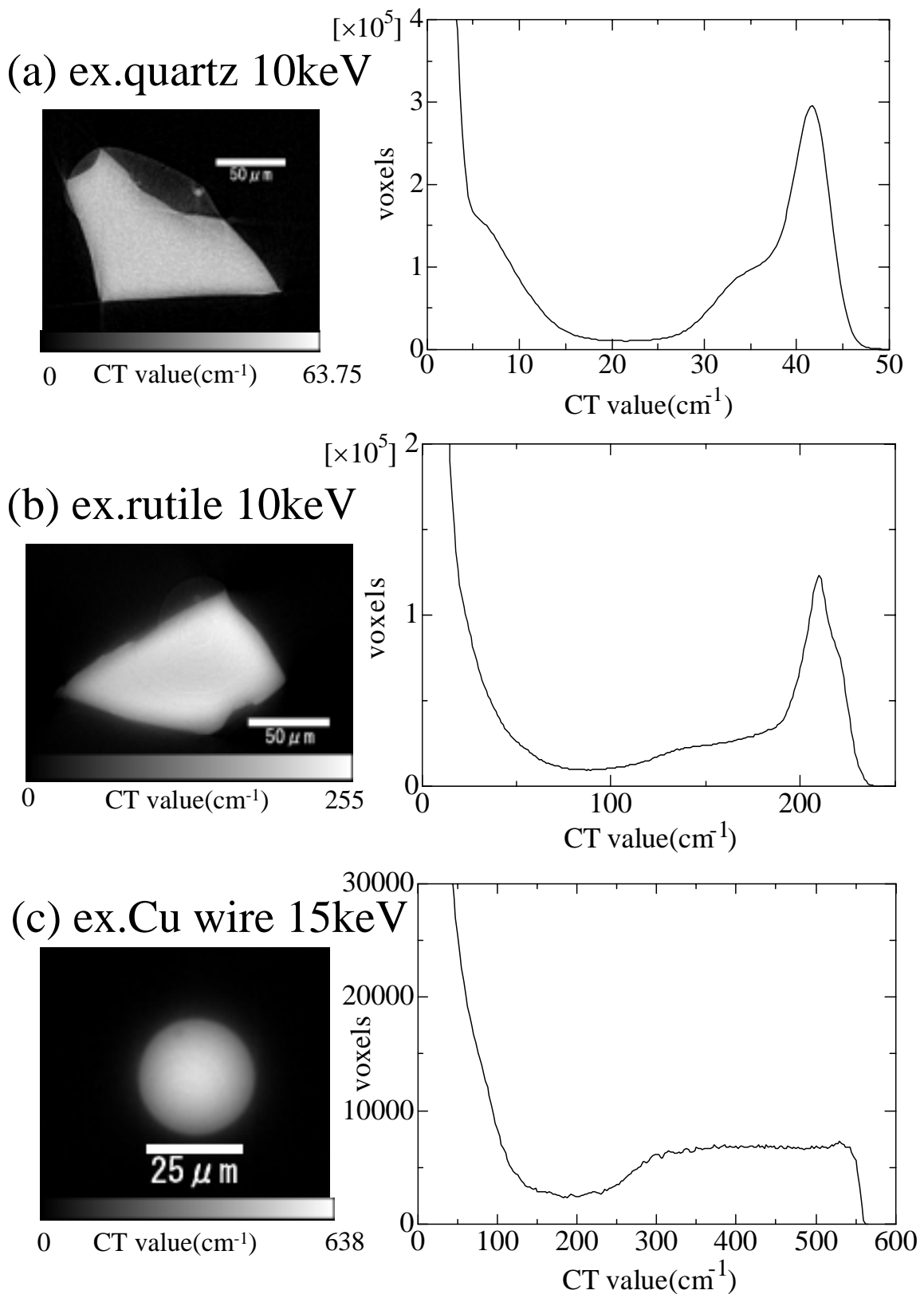
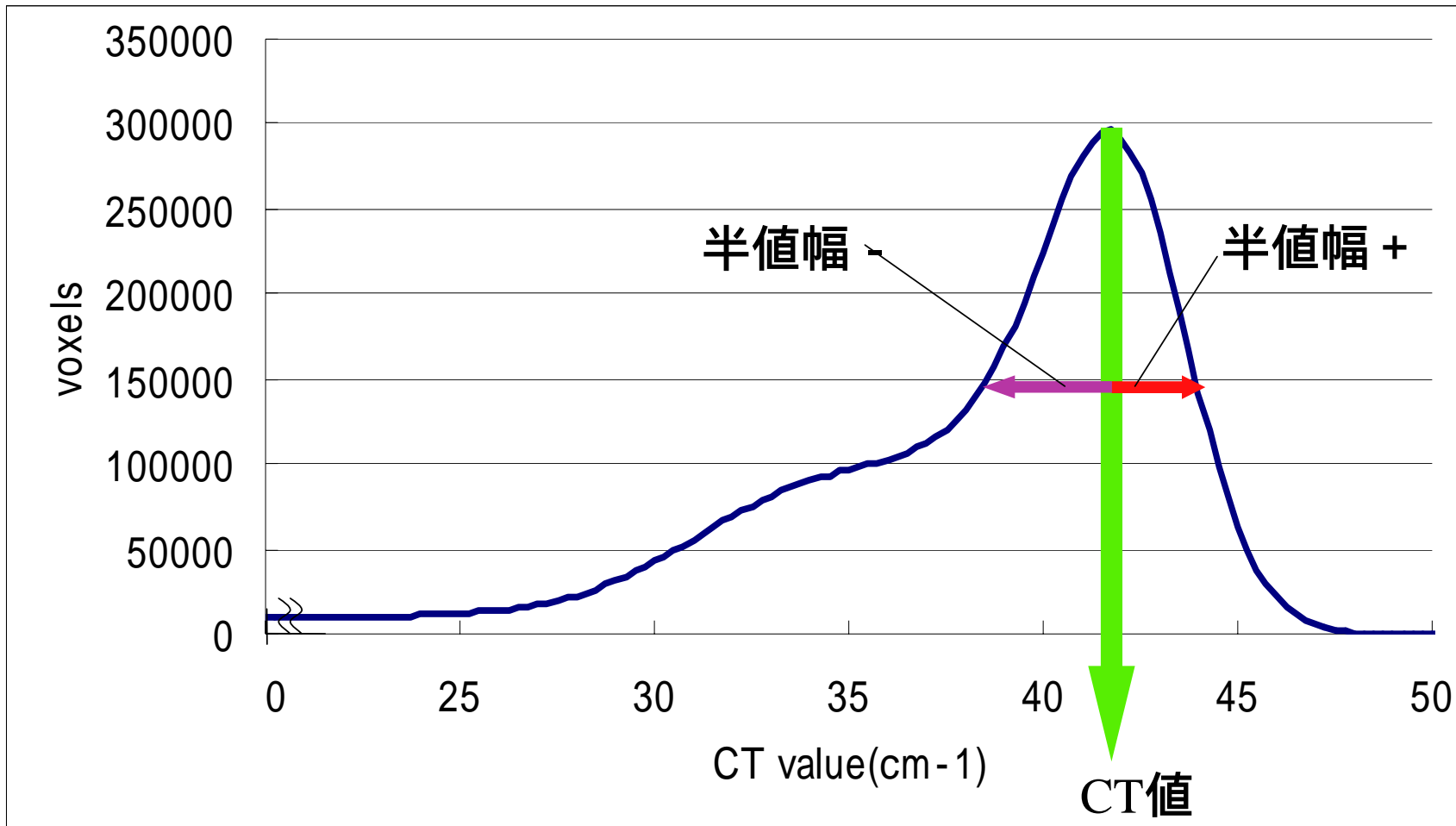


Fig.2-3 標準サンプルの代表的なCT値ヒストグラム



ex. quartz 10keV

Fig.2-4 CT値と半値幅の決定

撮影番号	sample	energy(keV)	LAC(cm ⁻¹)	CT value(cm ⁻¹)	CTv/LAC	histgram type	TA(θ) type
021024f	quartz	10	50.35	41.75	0.8291	a	b
030208c		10	50.35	44.5	0.8838	a	b
041001d		7	142	124	0.8732	a	b
041001j		8	96.44	84.8	0.8793	a	b
041001k		10	50.35	43.5	0.8639	a	b
021024g	olivine	10	87.42	78.8	0.9013	a	c
021025b		20	12.27	11.2	0.9127	a	b
021025g		15	27.62	25.74	0.9319	a	b
041001e		7	158.69	132	0.8318	a	b
041001h		8	194.49	143	0.7352	a	b
021024h	rutile	10	292.53	210	0.7178	b	c
021024i		20	41.96	35.6	0.8484	a	b
021025h		15	94.56	82.4	0.8714	a	b
030208a		25	22.21	19.7	0.8869	a	b
030208b		20	41.96	36.87	0.8786	a	b
021025a	magnetite	20	97.94	71.64	0.7314	a	c
021025f		15	217.49	147.71	0.6791	b	c

Table.2-2(a) Standard Samples Information-2

撮影番号	sample	energy(keV)	LAC(cm ⁻¹)	CT value(cm ⁻¹)	CTv/LAC	histgram type	TA(θ) type
041001f	corundum	7	189.02	153	0.8094	a	c
041001g		8	127.91	106.4	0.8318	a	b
030411f	Ag	15	402.15	363	0.9026	a	a
030411g	Cu	15	661.71	?	?	c	a
030414d		20	301.83	?	?	c	b
030411h	Ti	15	162.99	137.9	0.8460	a	a
030414b		20	72.19	65.01	0.9005	a	a
030411i	Ni	15	630.828	?	?	c	a
030411j		25	154.143	?	?	c	b
030412b		25	154.143	136.62	0.8863	a	a
030412c		25	154.143	138.04	0.8955	a	a
030414c		20	286.58	256	0.8932	a	a
030414a	Al	10	70.69	61.5	0.8699	a	a
041001c		7	199.92	181	0.9053	a	a
041001i		8	135.71	124	0.9137	a	a
030414e	Pd	20	204.34	180.9	0.8852	a	a

Table.2-2(b) Standard Samples Information-2

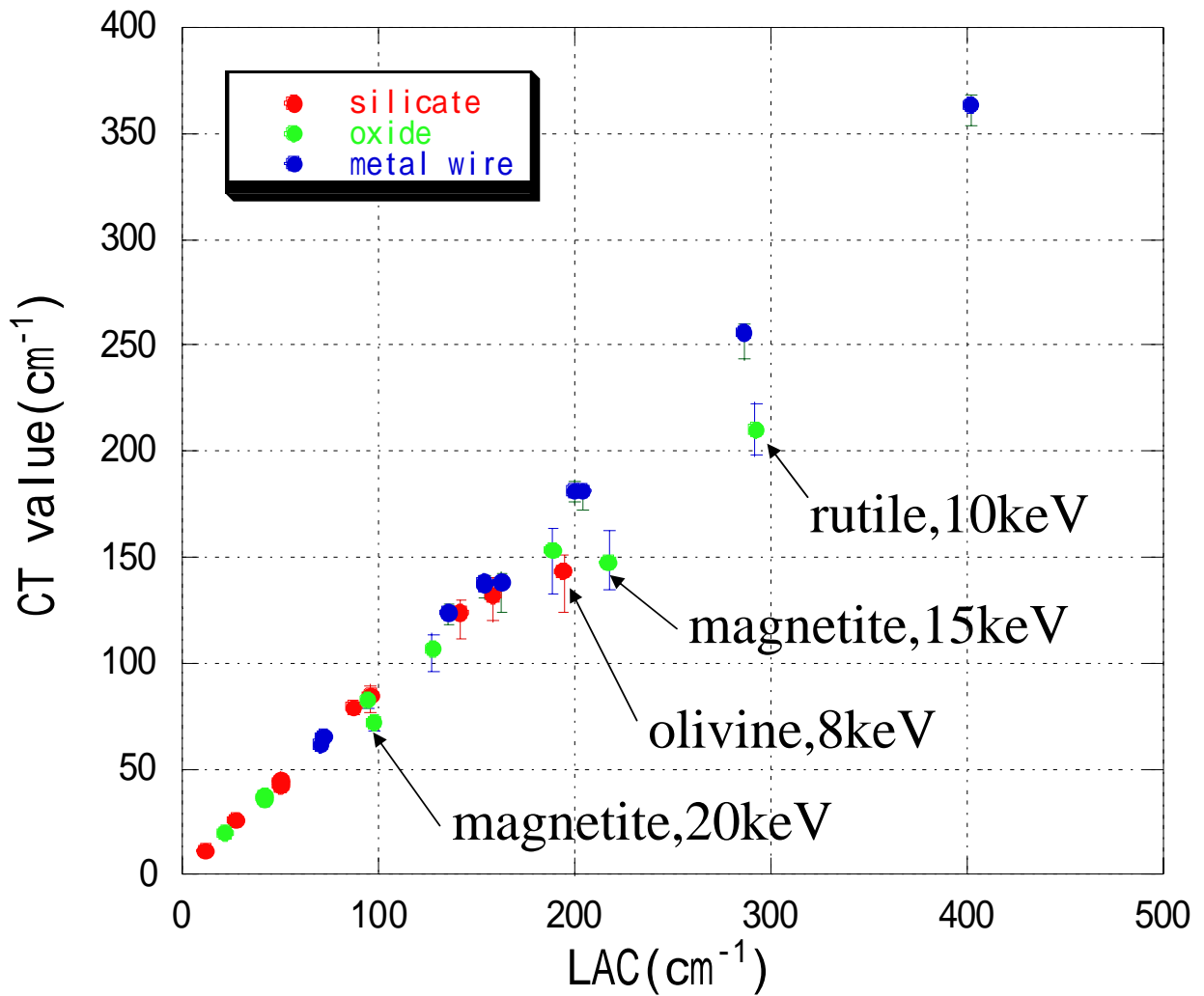
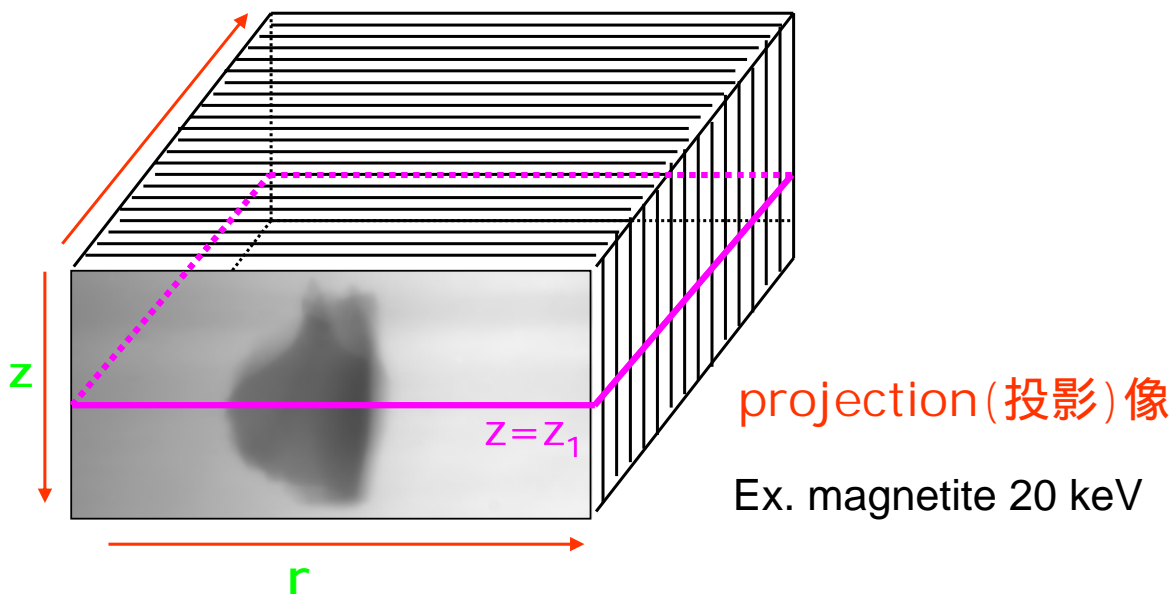


Fig.2-5 LAC - CT値のプロット



sinogram ($z = z_1$)

r

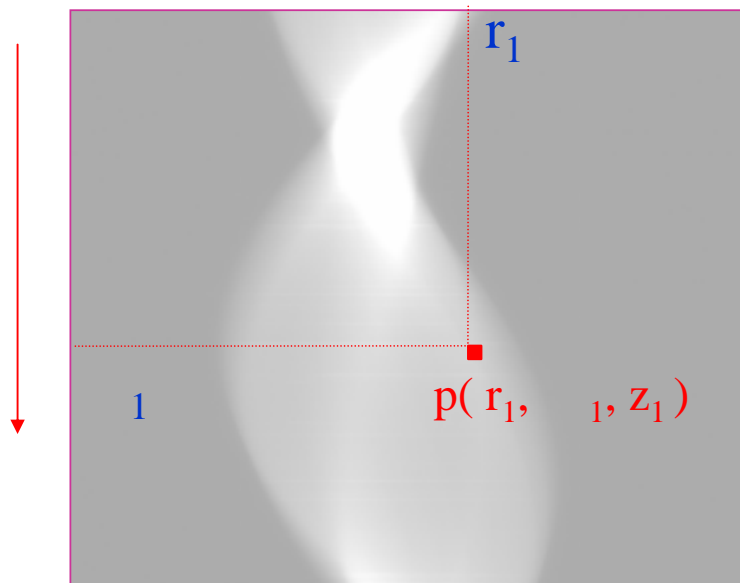
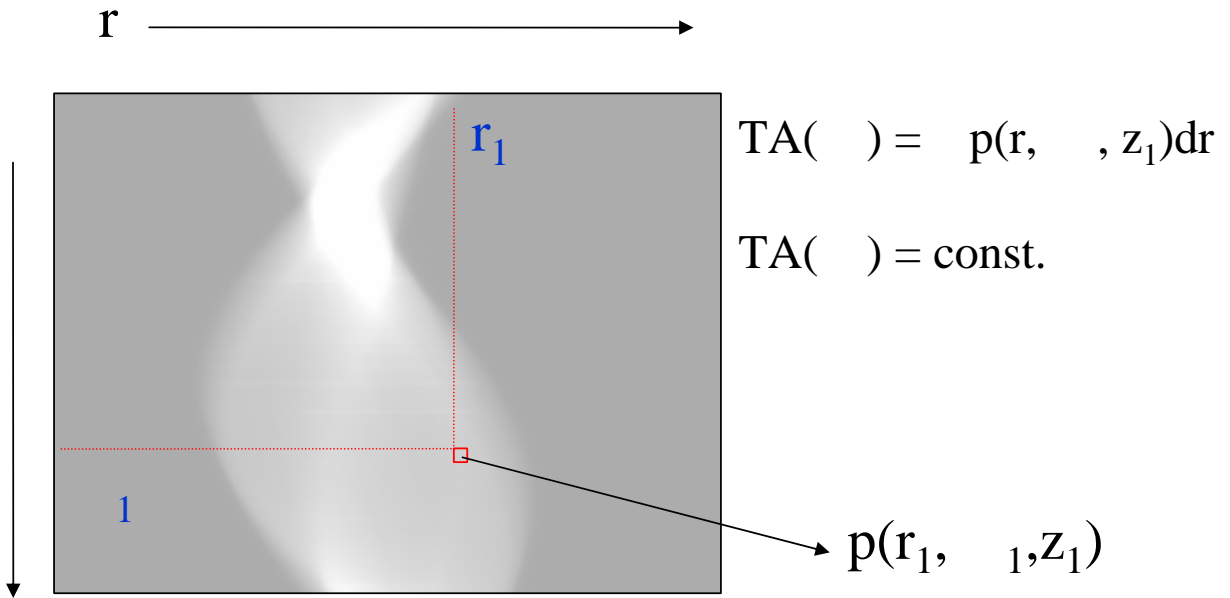


Fig.2-6 シノグラム



シノグラム ex.magnetite 20keV

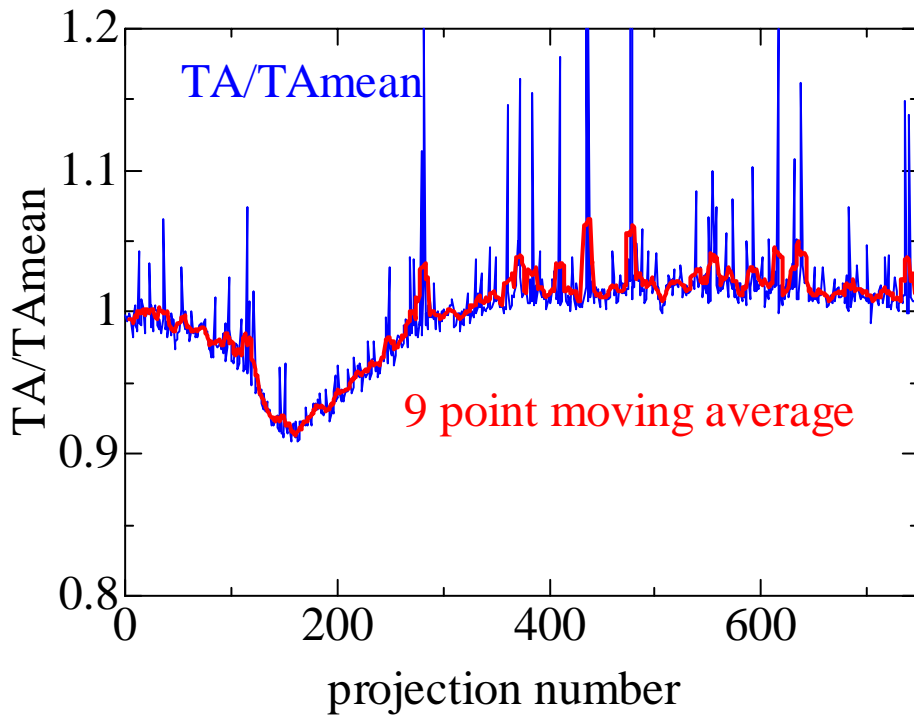
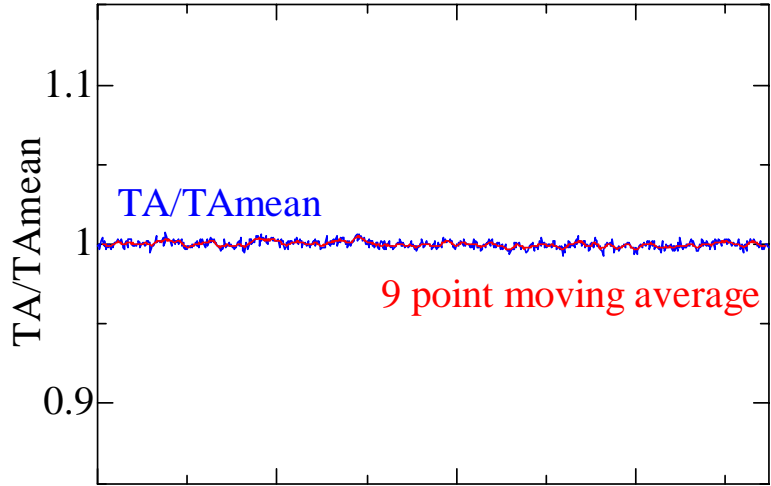
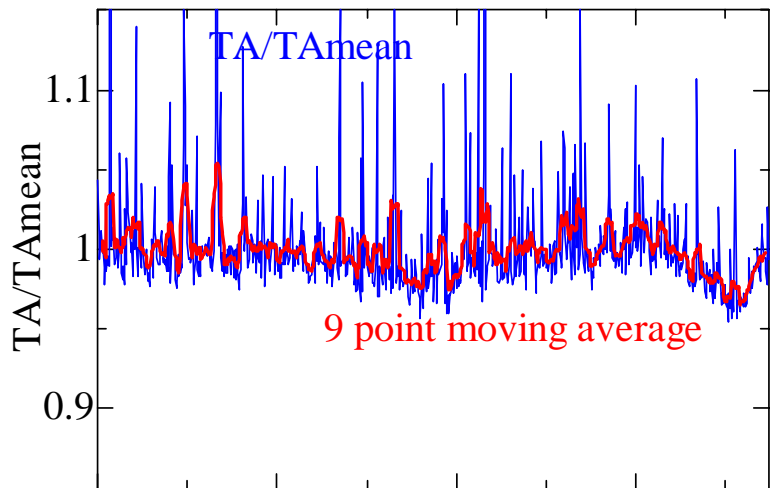


Fig.2-7 シノグラムとTotal Absorption

Type (a)
Ex. Ni wire
(100 μ m)
25keV



Type (b)
Ex. olivine-1
15keV



Type (c)
Ex. magnetite
20keV

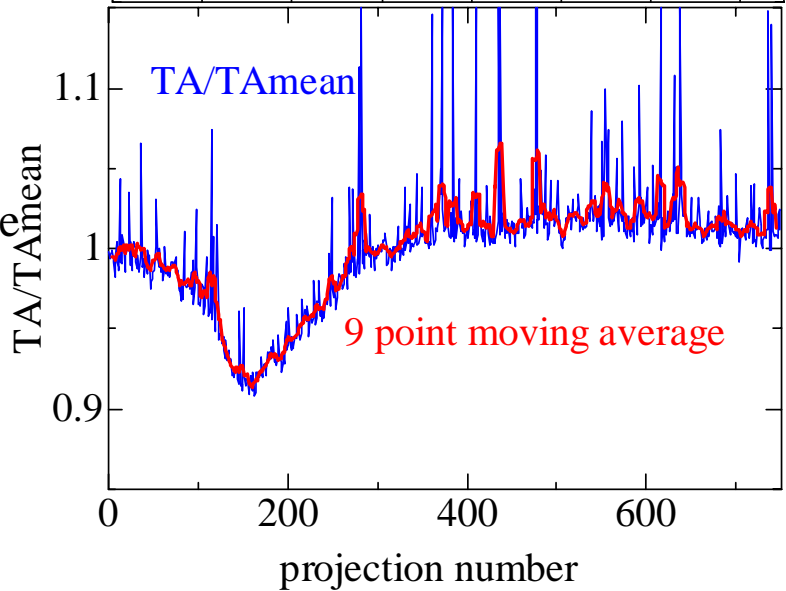
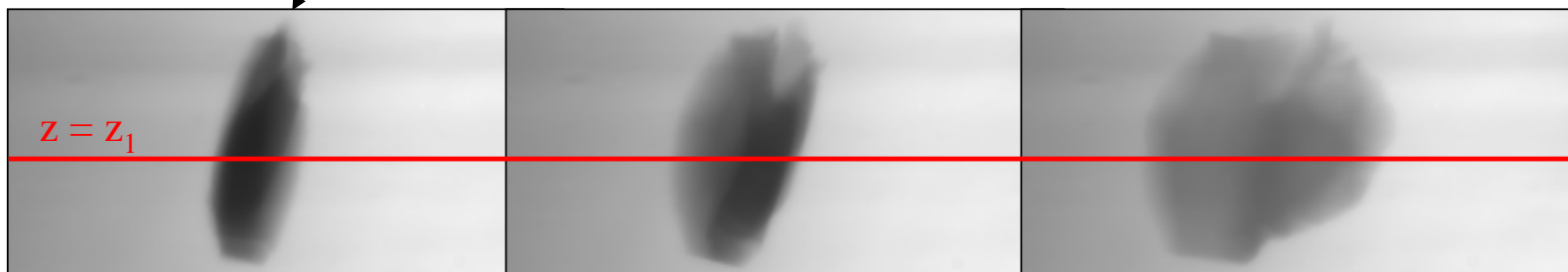
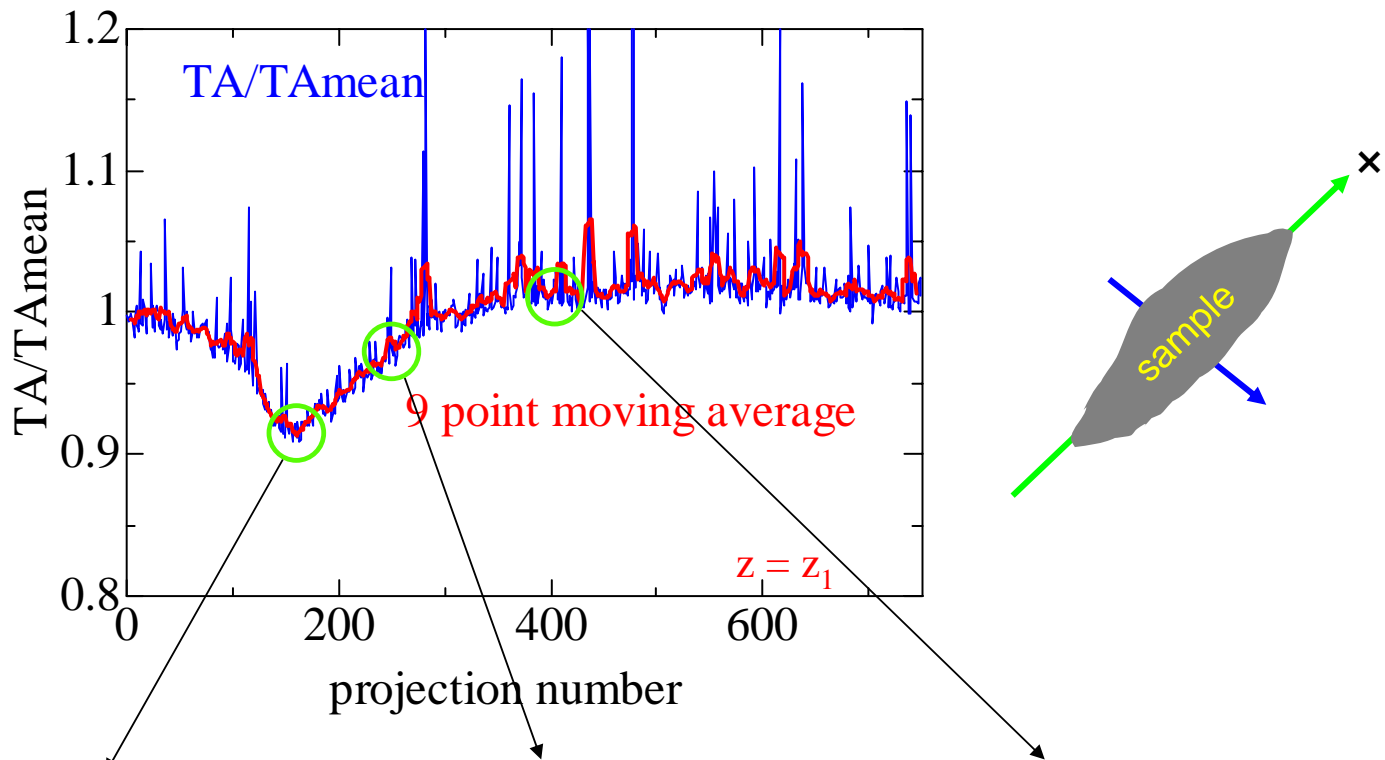


Fig.2-8 標準サンプルの代表的なTotal Absorption



Ex. magnetite 20 keV

Fig.2-9 TAのグラフの凹みとサンプルの形状効果

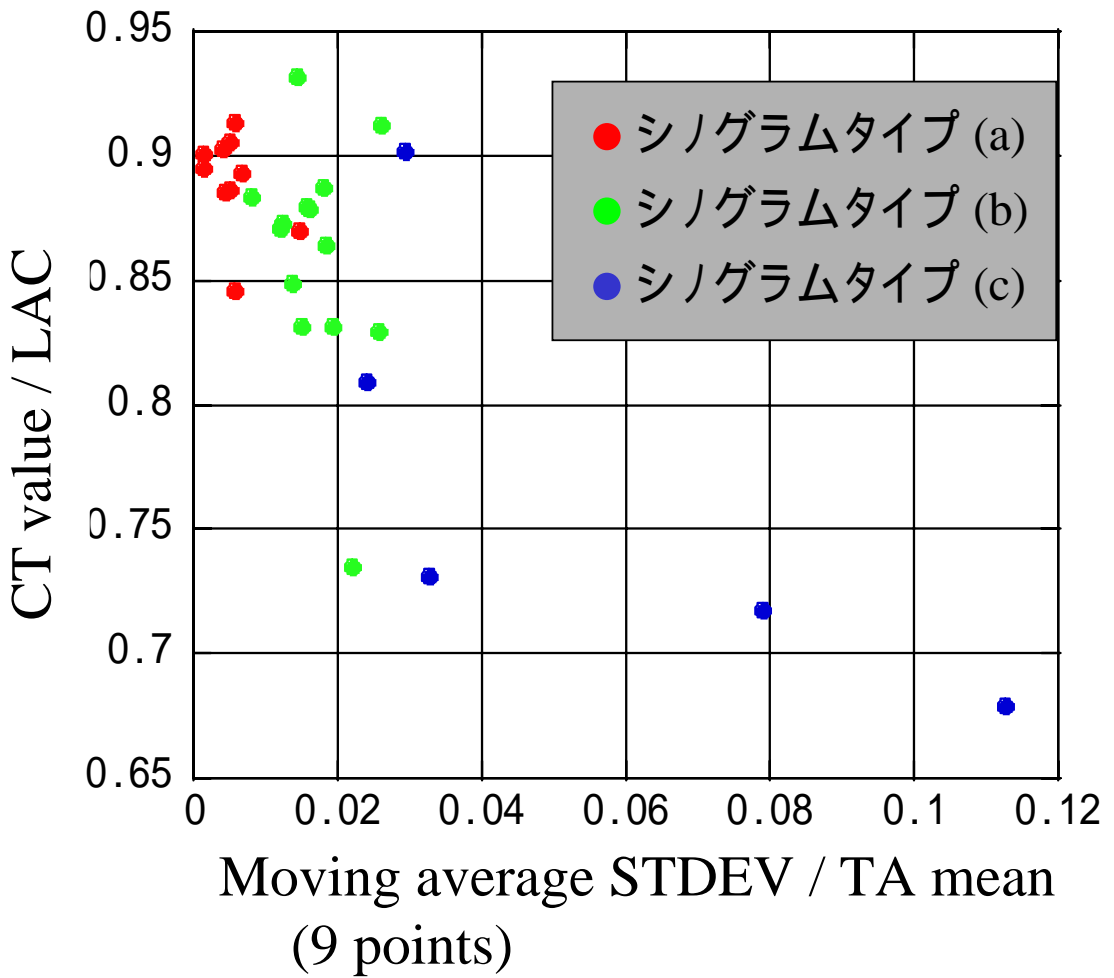
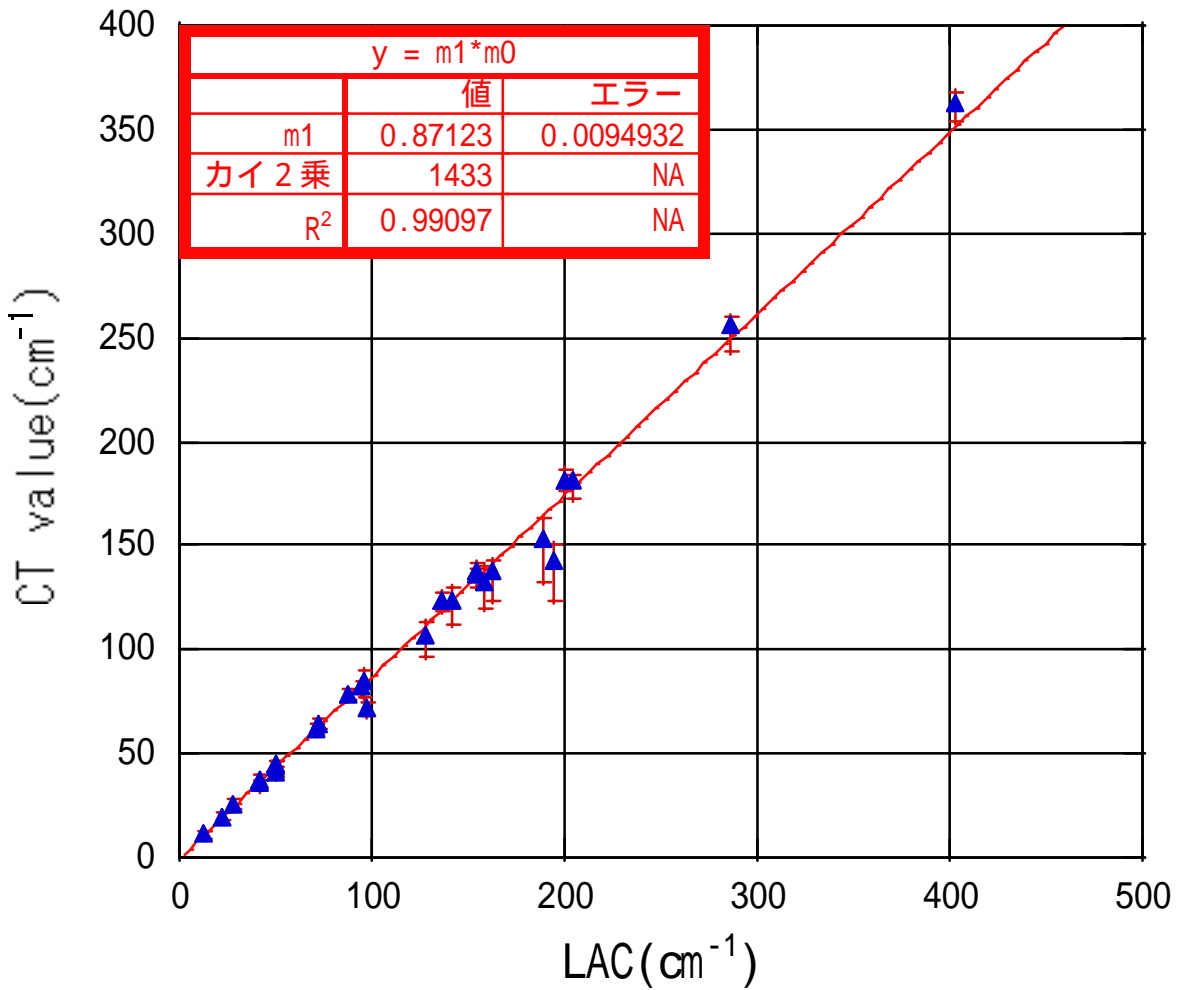


Fig.2-10 9点移動平均標準偏差と(CTvalue / LAC)の相関



$$CT \text{ value} = 0.871(\pm 0.009) \times LAC$$

Fig.2-11 LACとCT値の関係式

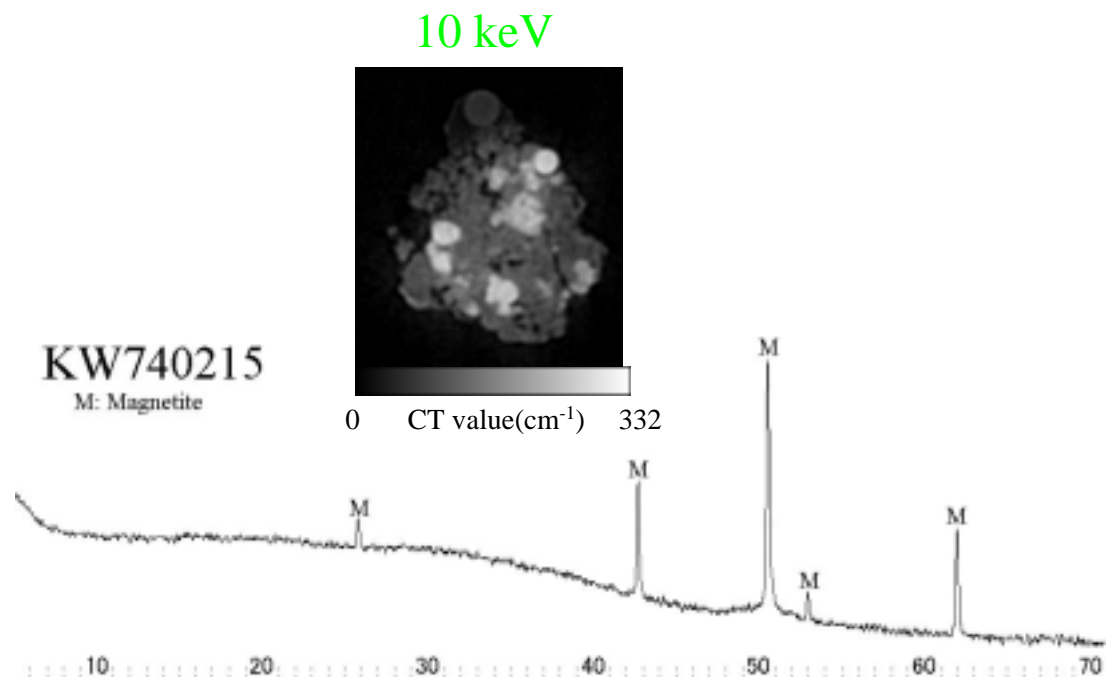
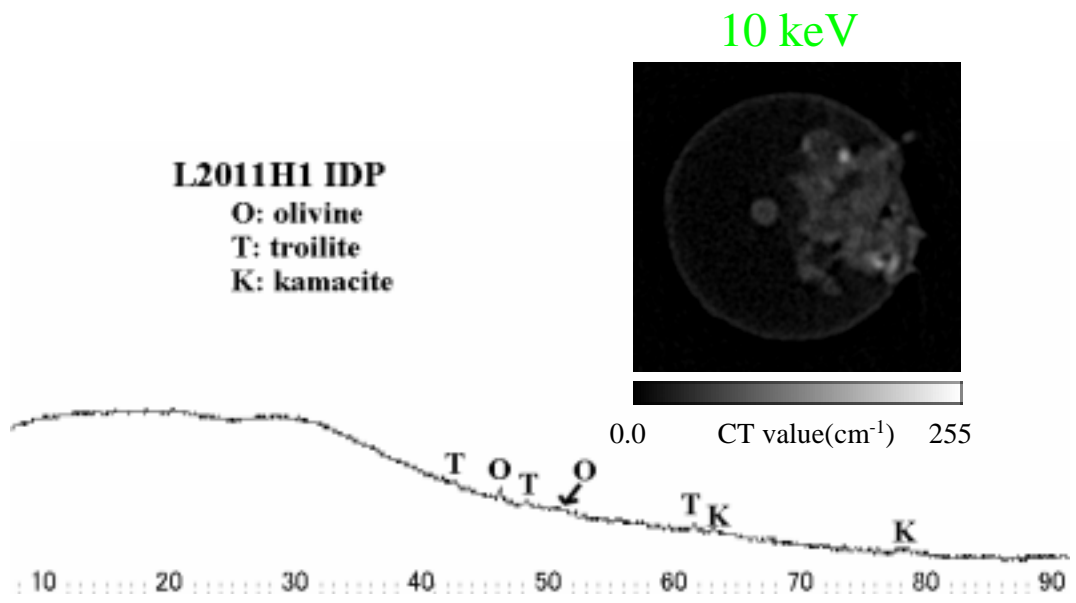


Fig.3-1 XRD測定結果

撮影番号	sample	energy (keV)	exposure (msec)	resolution (μ m / pixel)	remarks	TA,stdev
010409e		7.098				
010409f	Y98M03KS094	7.124	2	0.2	cpx	
010409g		10			dehydrated- serpentine	
041002b		7.098				0.018
041002a	San Carlos Olivine	7.124	2	0.2	$(\text{Mg}_{0.92}\text{Fe}_{0.08})_2\text{SiO}_4$	0.031
041002c		10				0.016
041002f		7.098				0.027
041002e	L2005AC11	7.124	2	0.2		0.026
041002d		10				0.022
041002i		7.098			olivine	0.029
041002h	L2036H1	7.124	2	0.2	troilite	0.014
041002g		10			kamacite	0.034
041002k		7.098				0.010
041002j	KW740215	7.124	2	0.2	magnetite	0.025
041002l		10				0.015

Table.3-1 宇宙塵のCT撮影条件

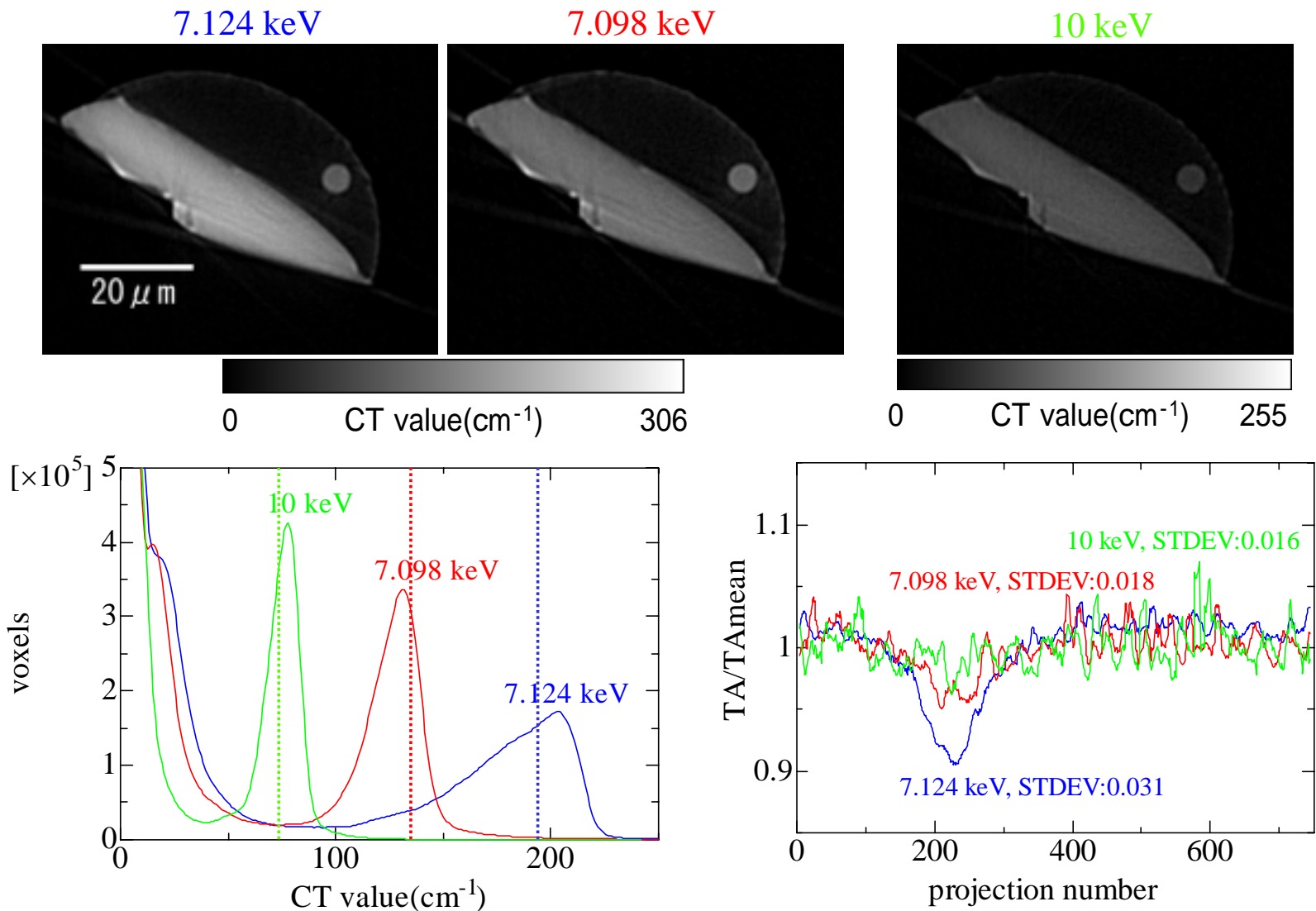


Fig.3-2 olivineのCT像、ヒストグラム、TAの時間変動
ヒストグラム中の点線は計算で求めた各エネルギーのCT値

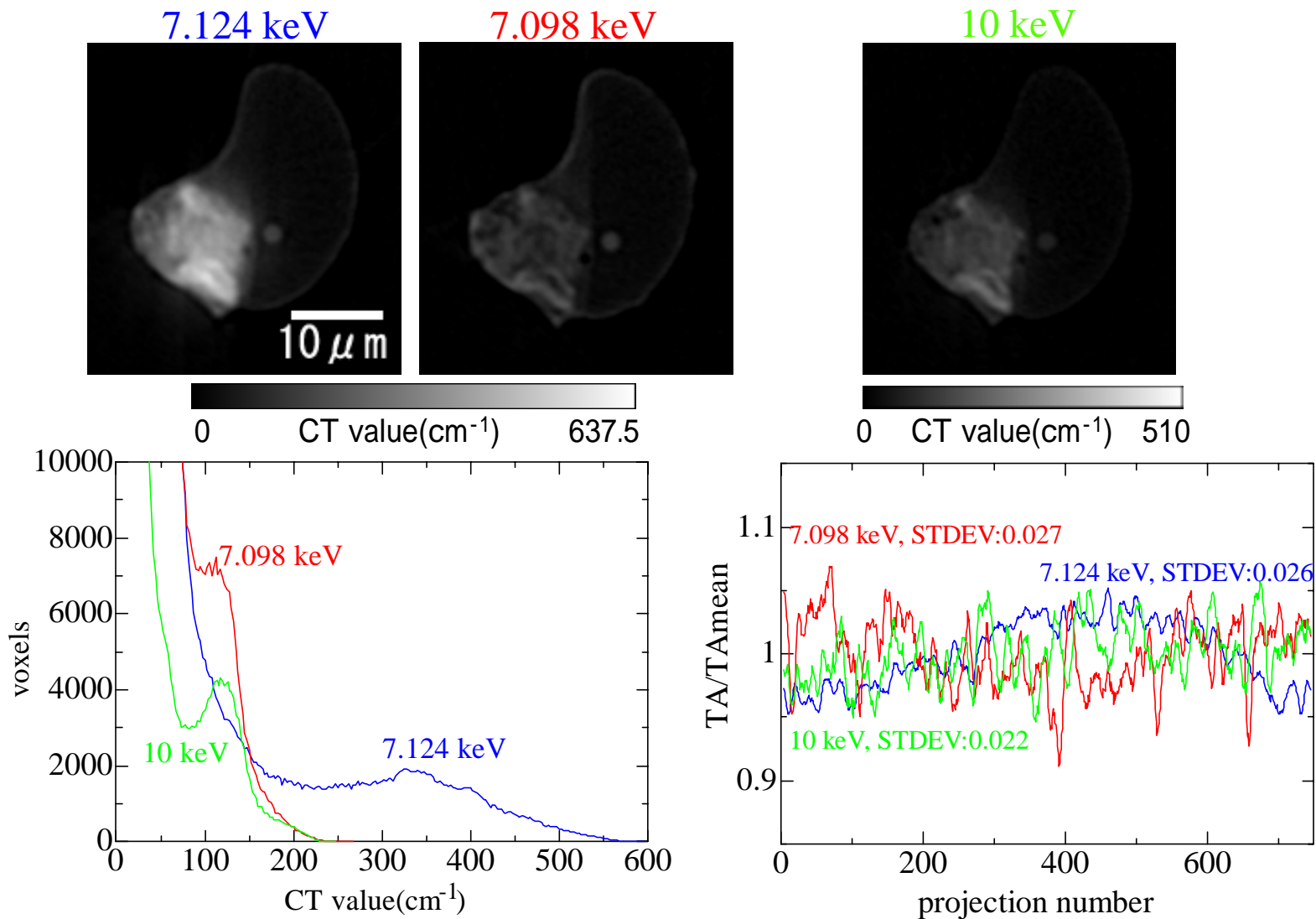


Fig.3-3 L2005AC11のCT像、ヒストグラム、TAの時間変動

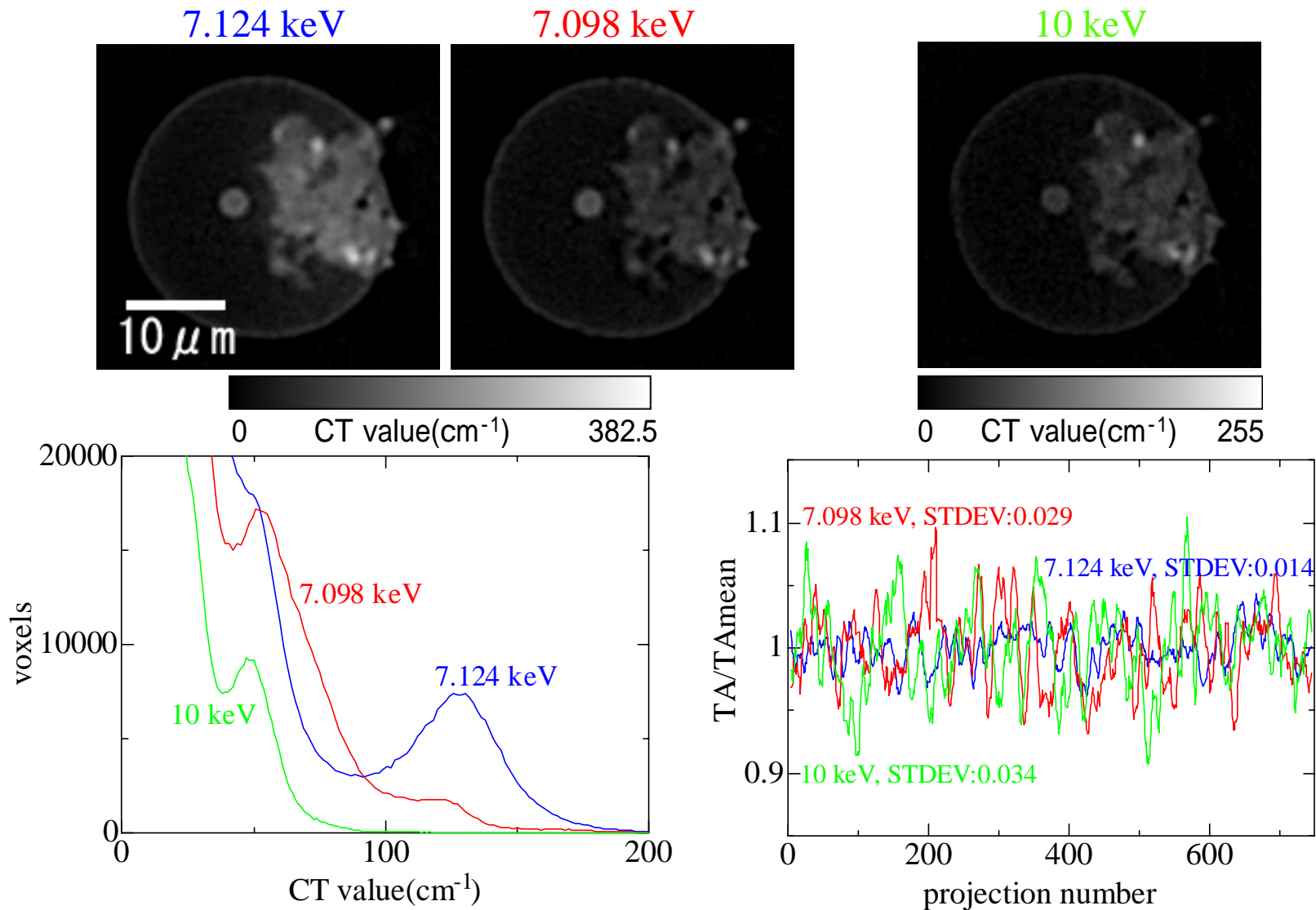


Fig.3-4 L2036H1のCT像、ヒストグラム、TAの時間変動

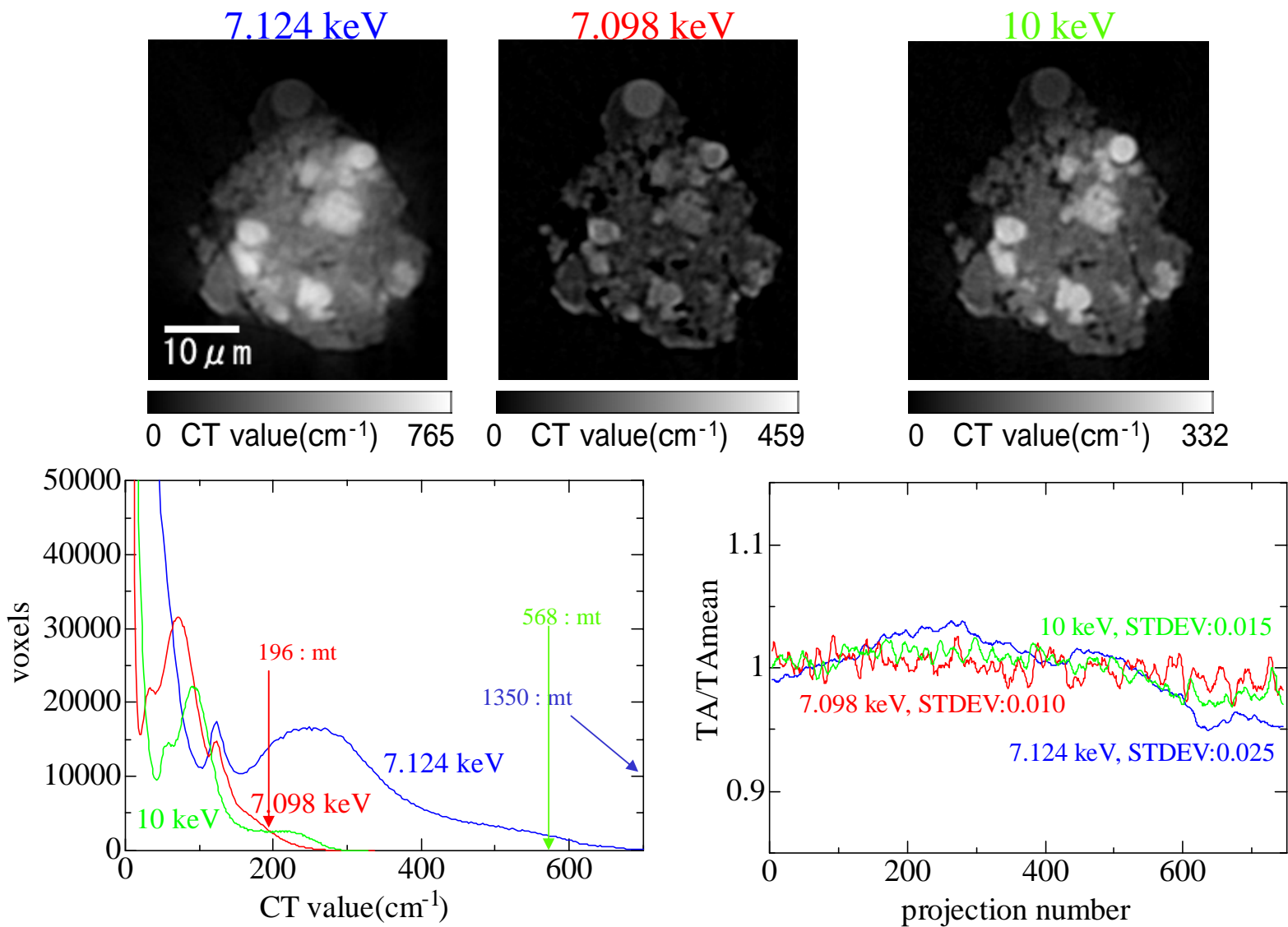


Fig.3-5 KW740215のCT像、ヒストグラム、TAの時間変動

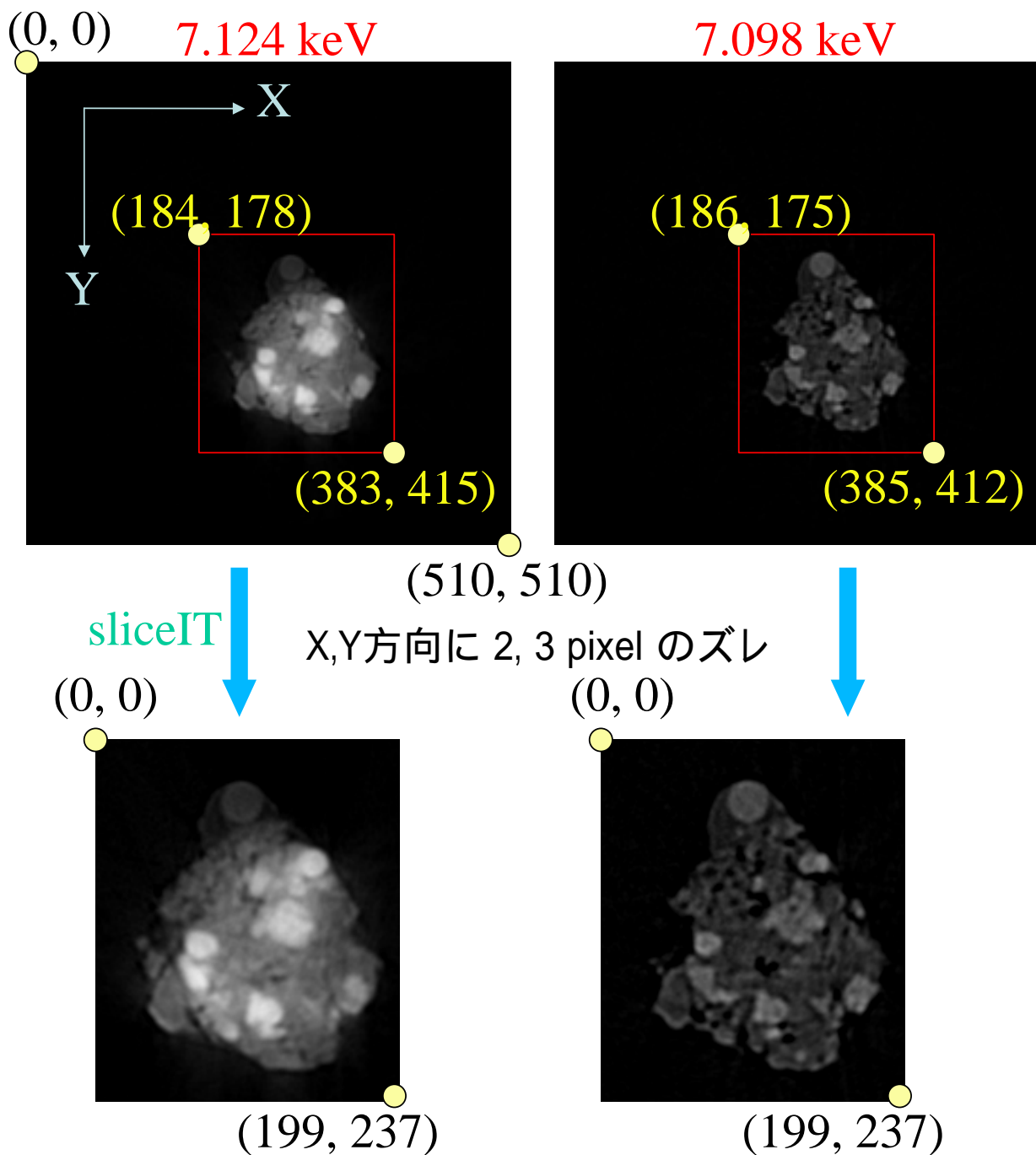
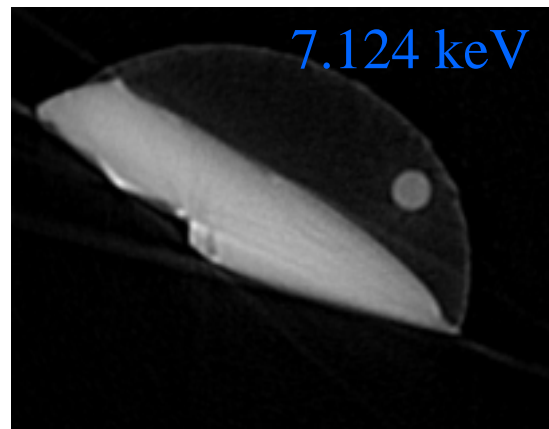
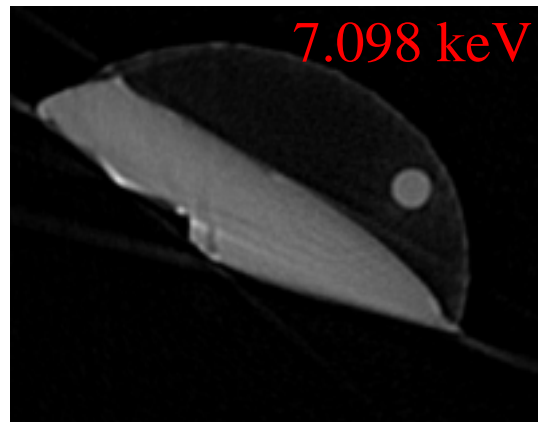


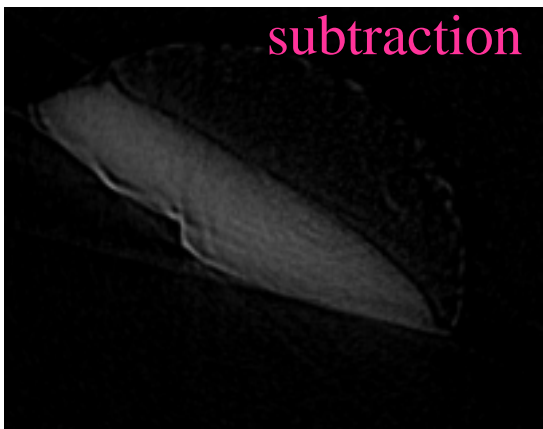
Fig.3-6 画像ズレ修正(ex.KW740215)



0.0 CT value(cm^{-1}) 306.0



0.0 CT value(cm^{-1}) 306.0



0.0 CT value(cm^{-1}) 255.0

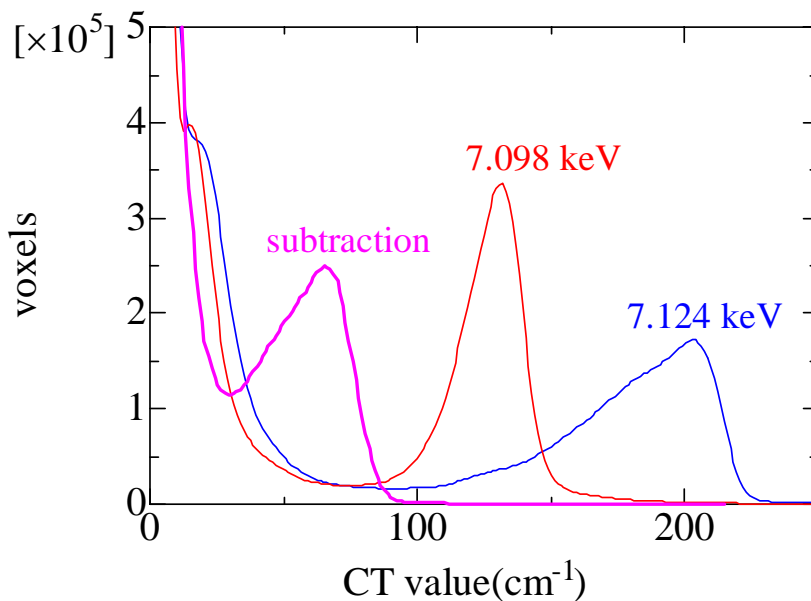


Fig.3-7 olivine (San Carlos産) の差分像作成プロセスとヒストグラムの変化

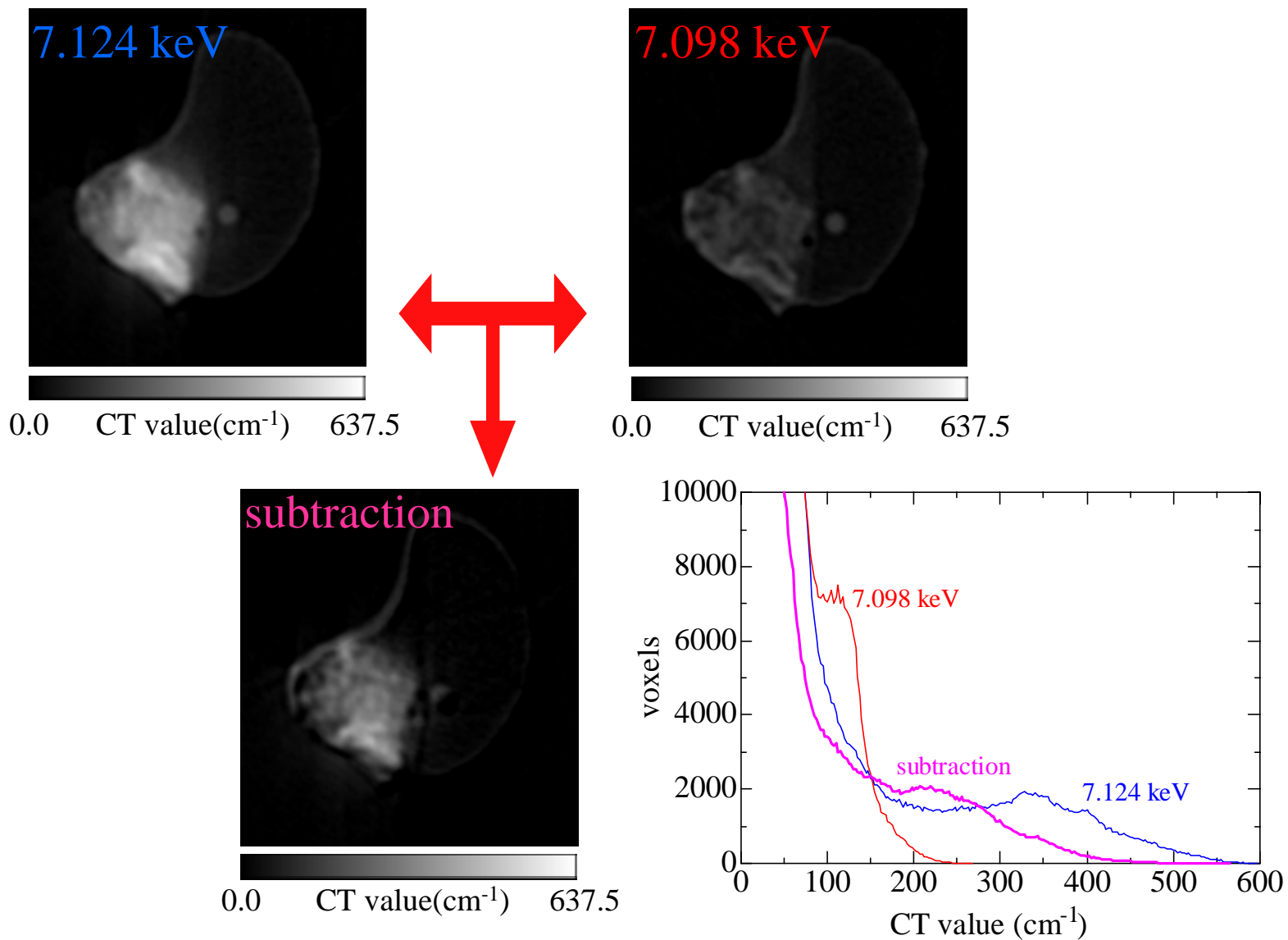


Fig.3-8 L2005AC11の差分像作成プロセスとヒストグラムの変化

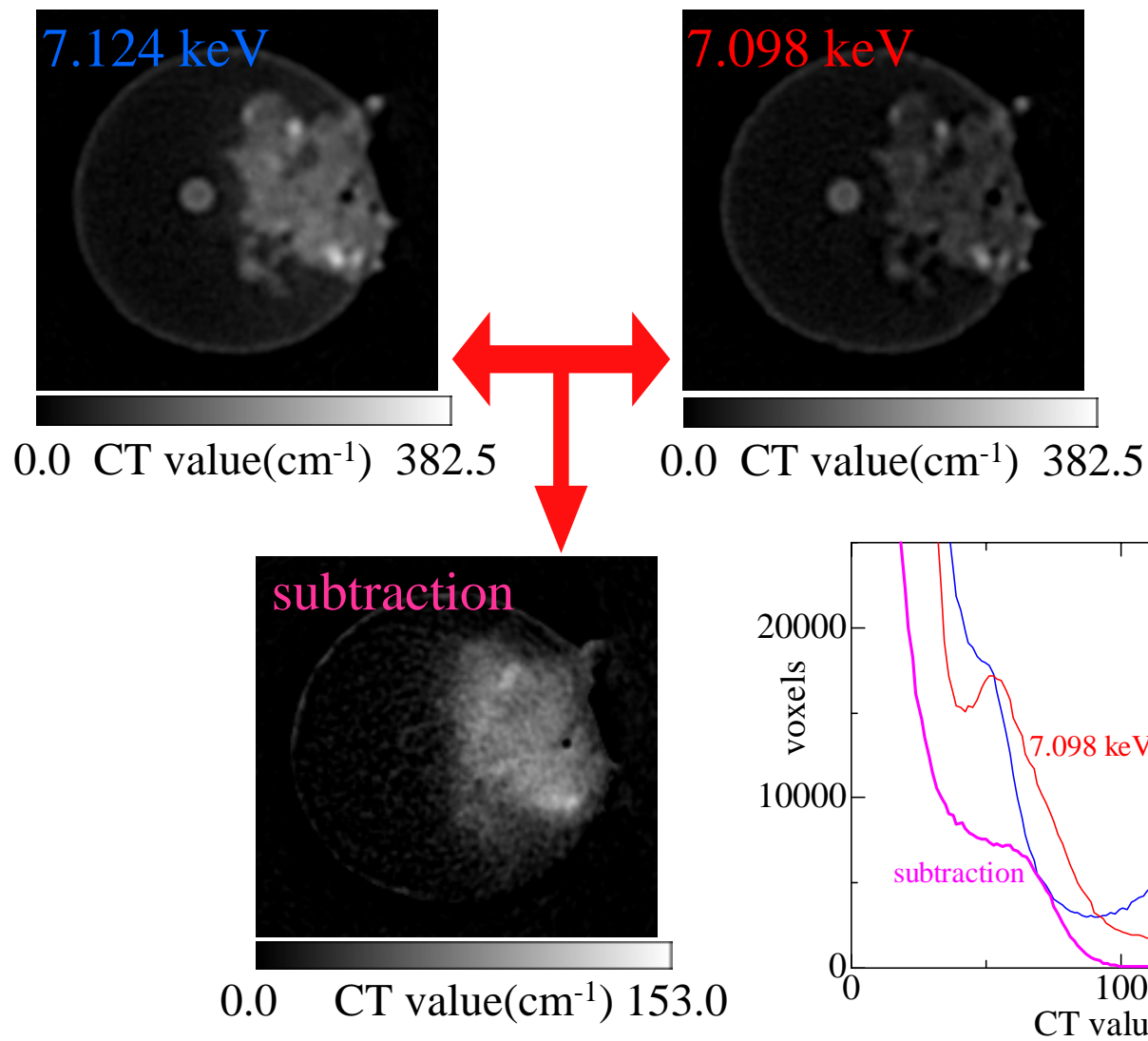


Fig.3-9 L2036H1の差分像作成プロセスとヒストグラムの変化

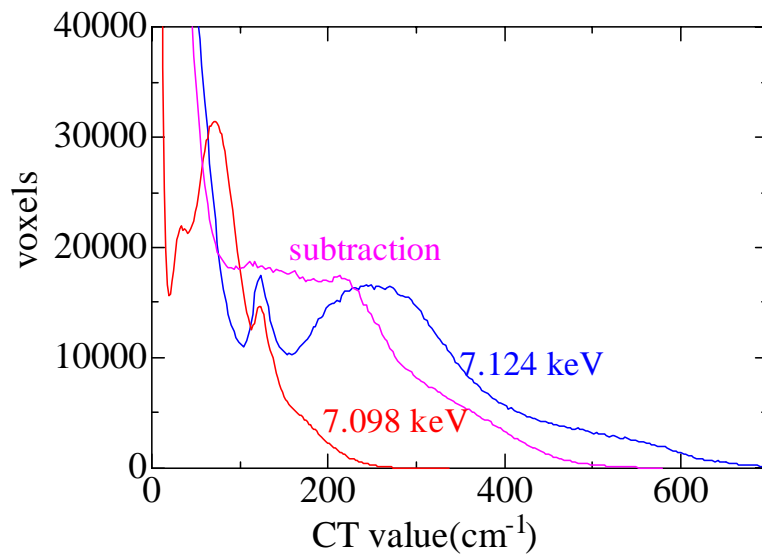
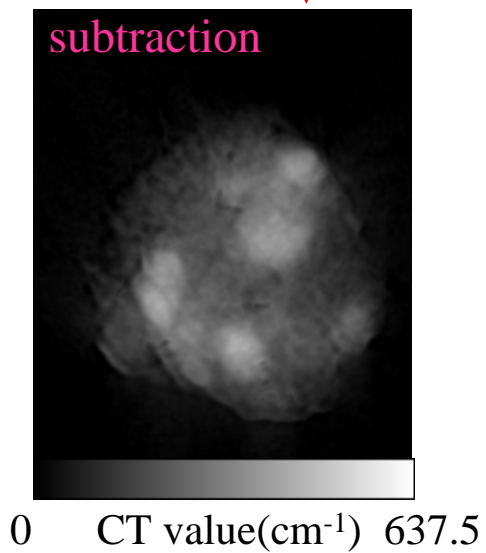
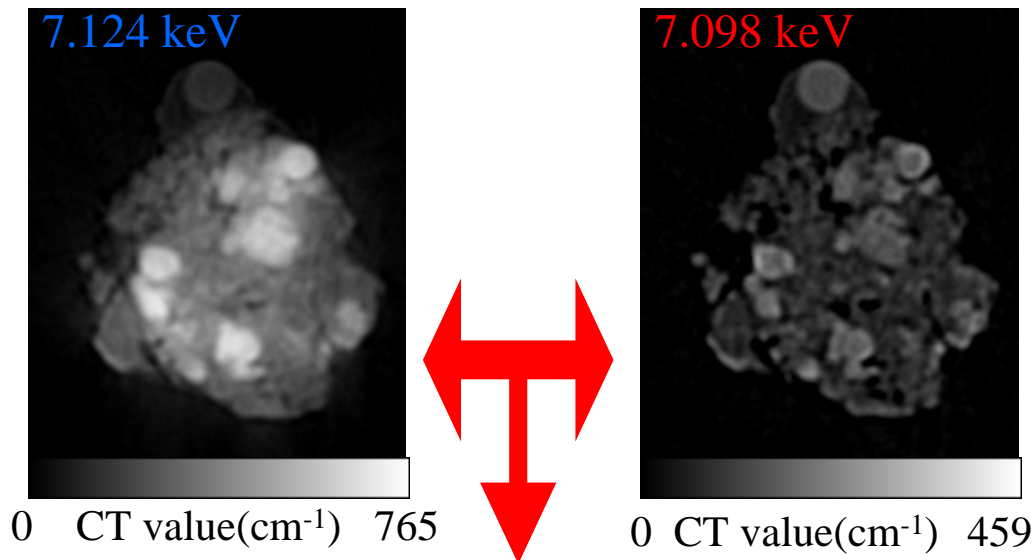
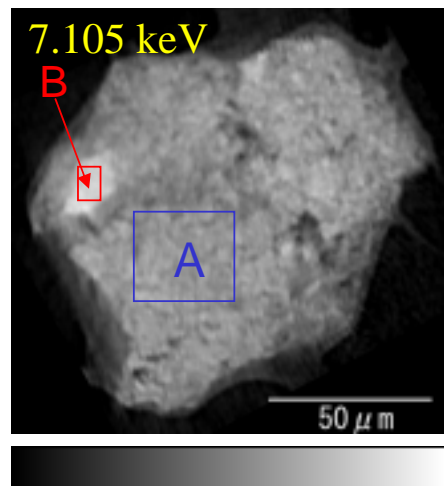
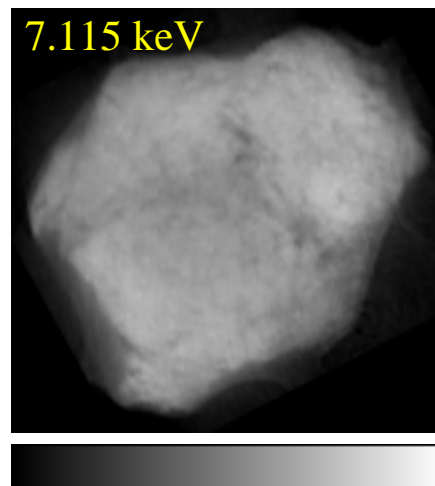


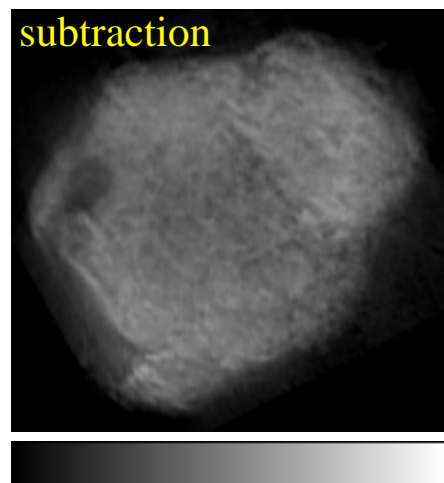
Fig.3-10 KW740215の差分像作成プロセスとヒストグラムの変化



0 LAC(cm^{-1}) 169.3



0 LAC(cm^{-1}) 360.7



0 LAC(cm^{-1}) 292.8

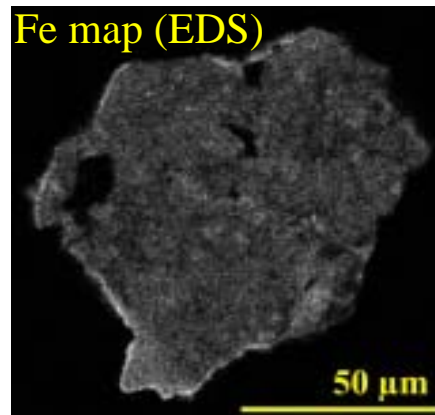


Fig.3-11 Y98M03KS094 の定量性

Fe Concentration(wt%)	A area	B area
EPMA	18.05	0.49
subtraction method	10.6	6.14
LAC(cm⁻¹)		
Calcuration	147.2	263.2
LAC image	93.8	138.9

Table 3-2 Y98M03KS094 各領域における Fe 濃度と LAC値

A areaはdehydrated serpentine B areaはcpx

数値は上から順に、EPMA分析による Fe 濃度

差分CT法により求めた Fe 濃度

EPMA分析により求めた組成と文献値を参考に計算した密度の二つから求めたLAC

CT 像をLAC像に変換して求めたLAC

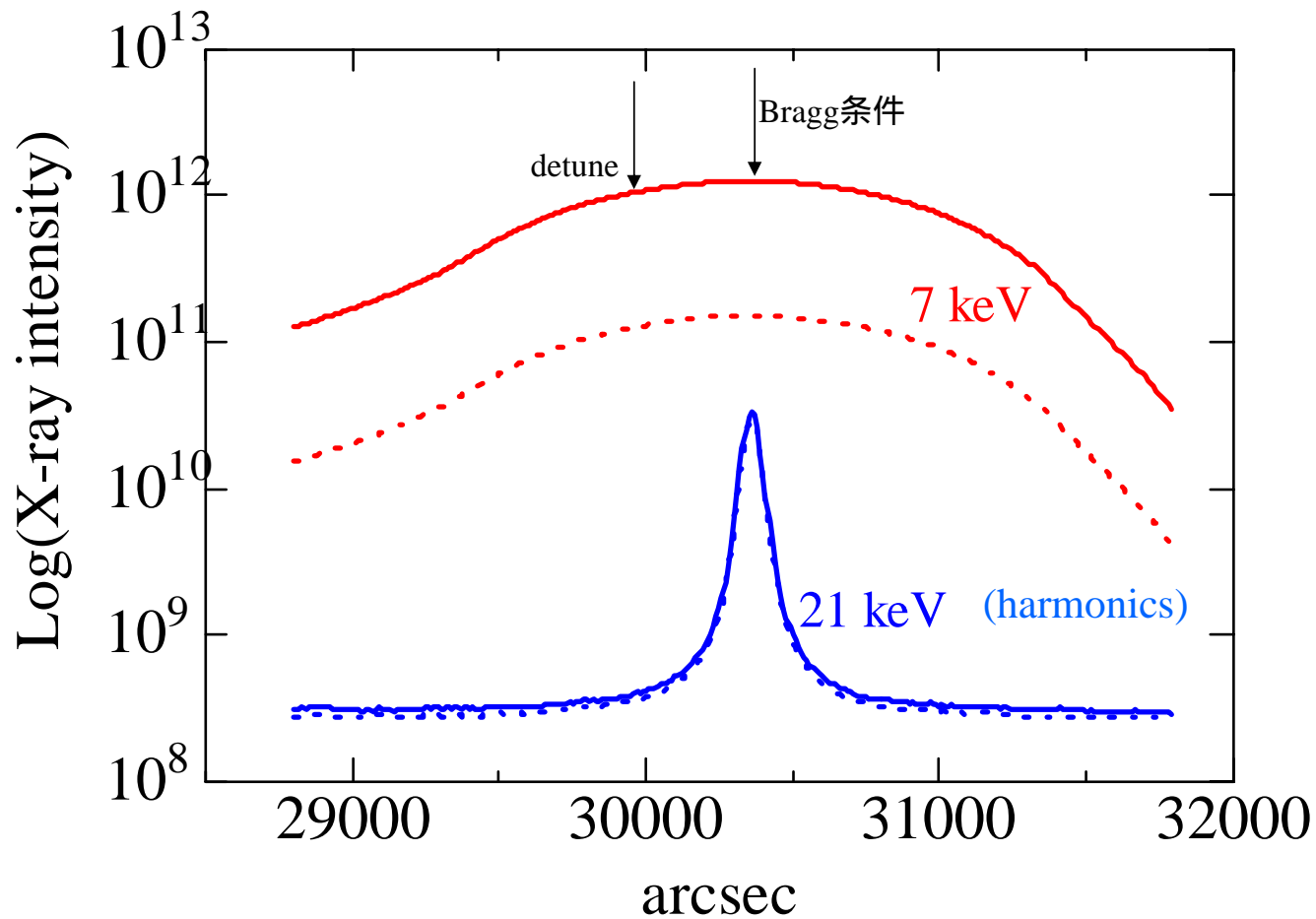


Fig.3-12 rocking curve.
 実線は He path で対策したとき
 点線は He path で対策する前

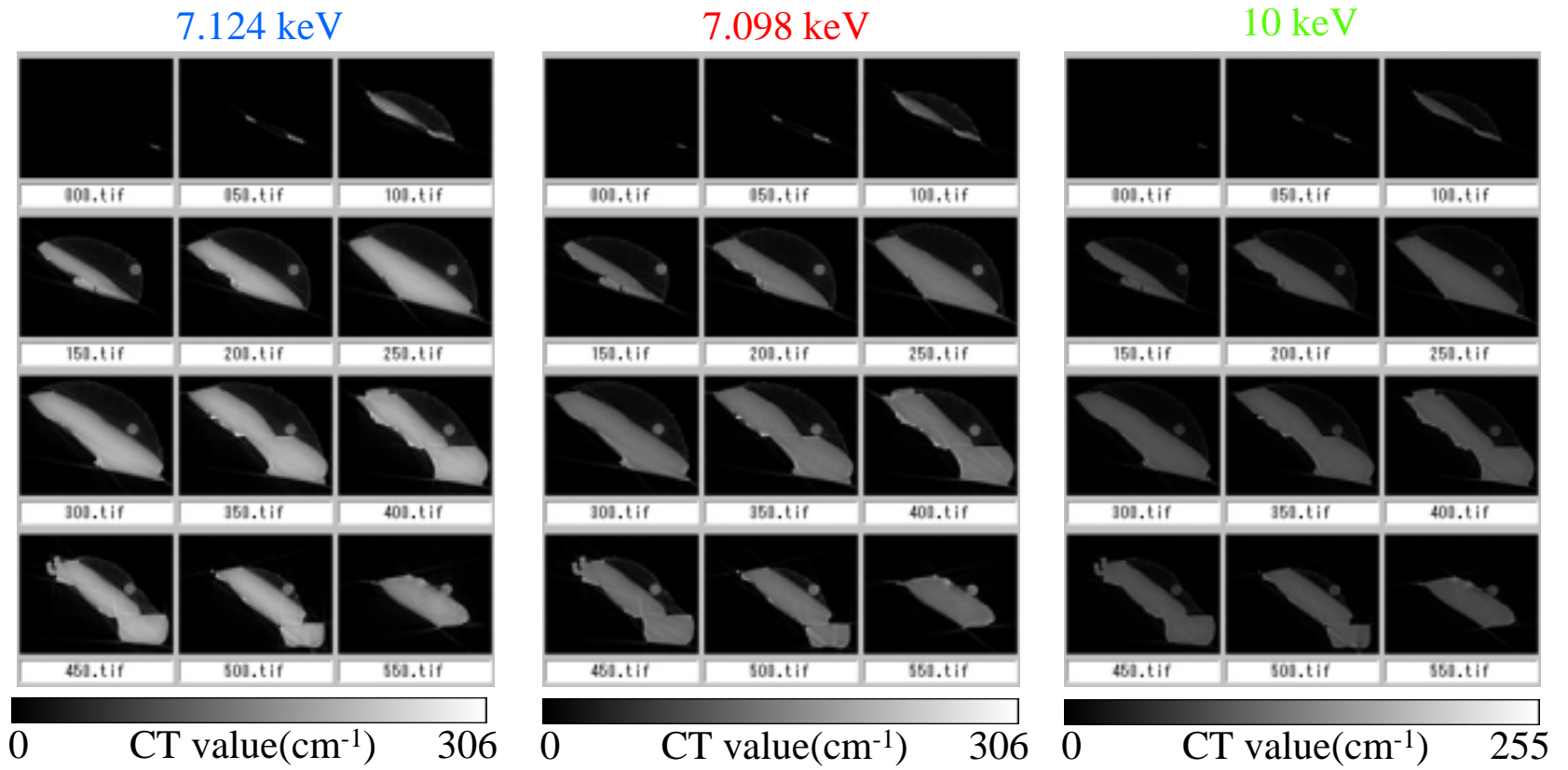


Fig.3-13 olivine(San Carlos産)の各エネルギーにおける連続CT像

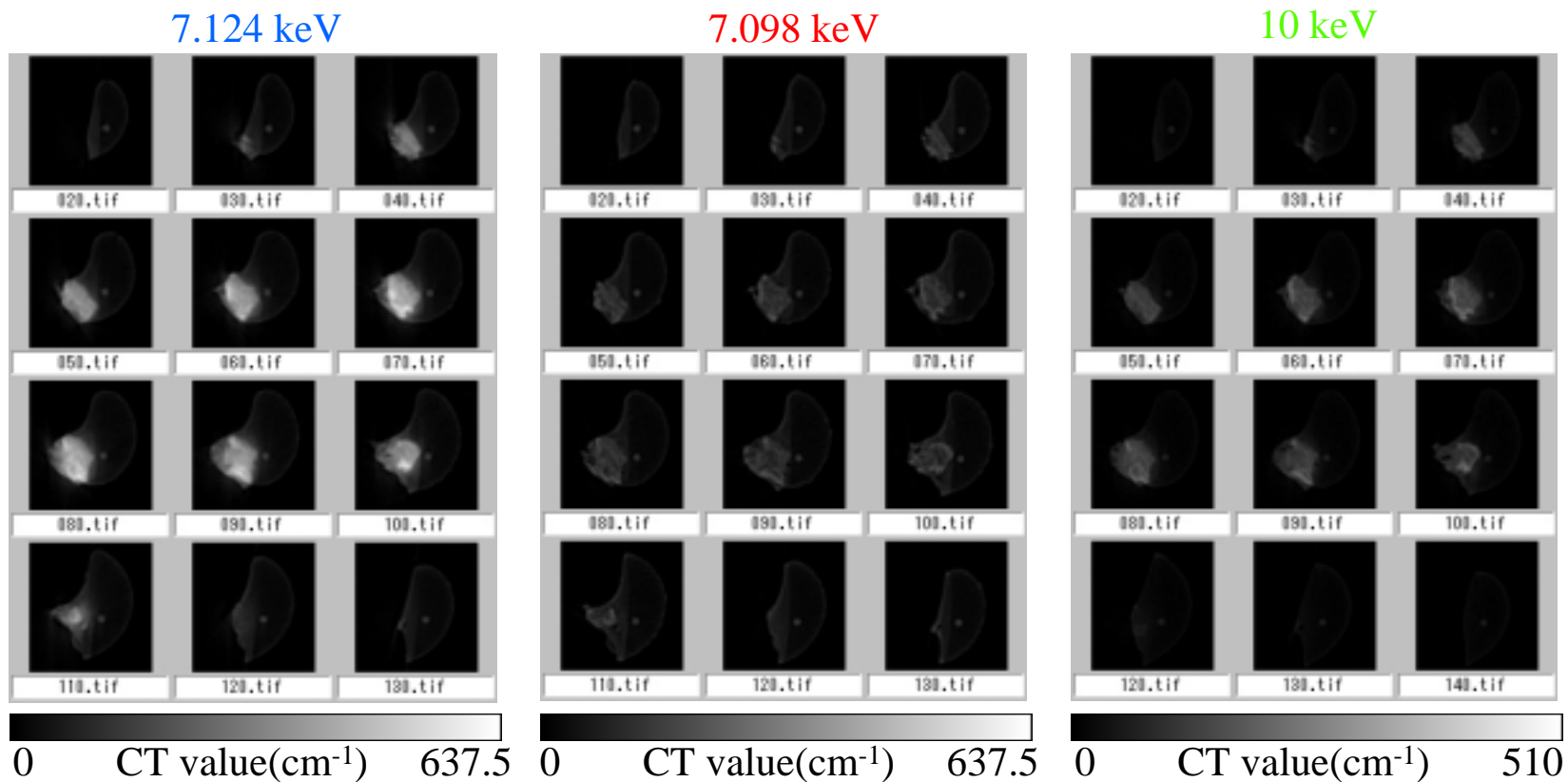


Fig.3-14 L2005AC11の各エネルギーにおける連続CT像

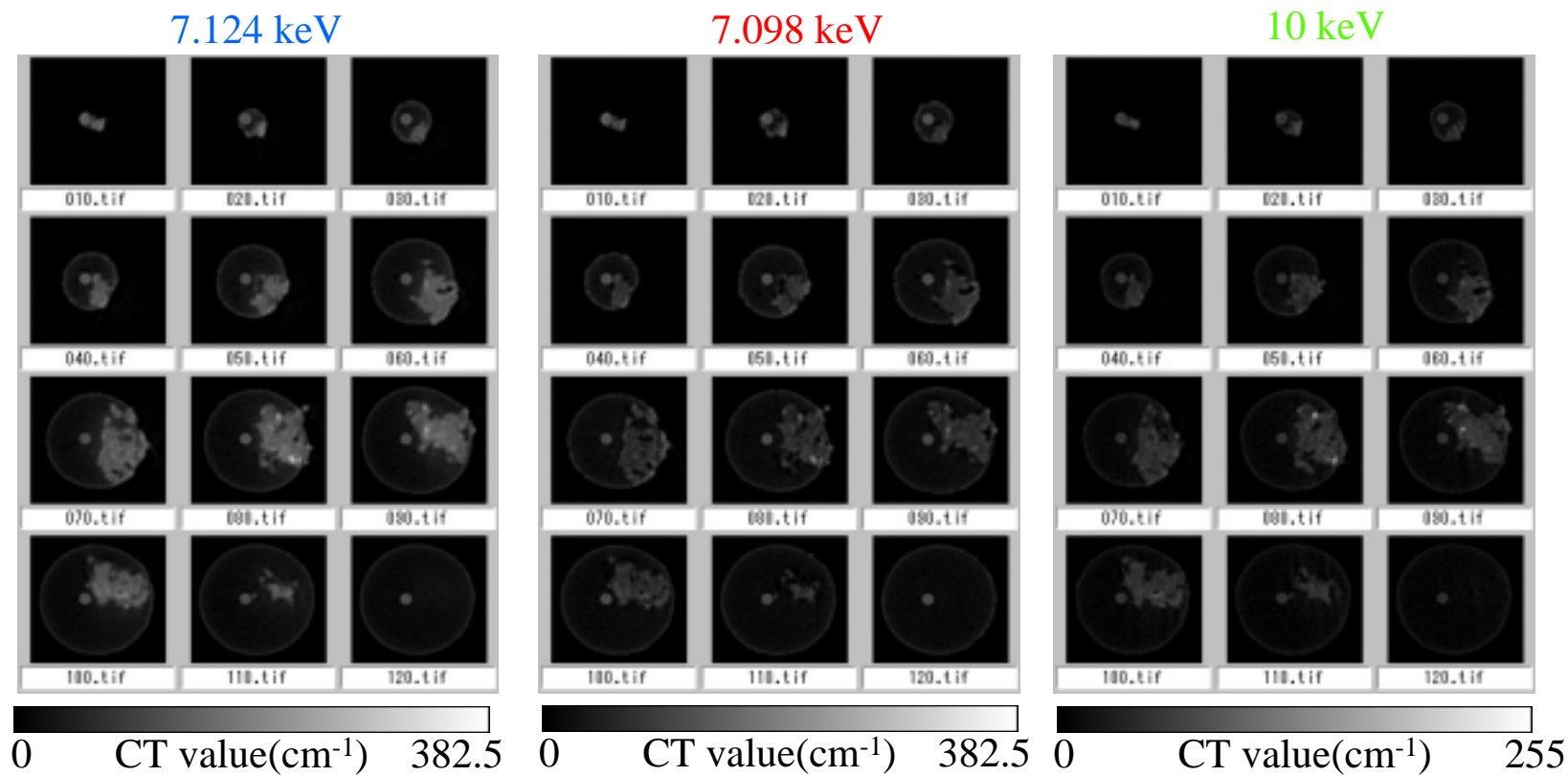


Fig.3-15 L2036H1の各エネルギーにおける連続CT像

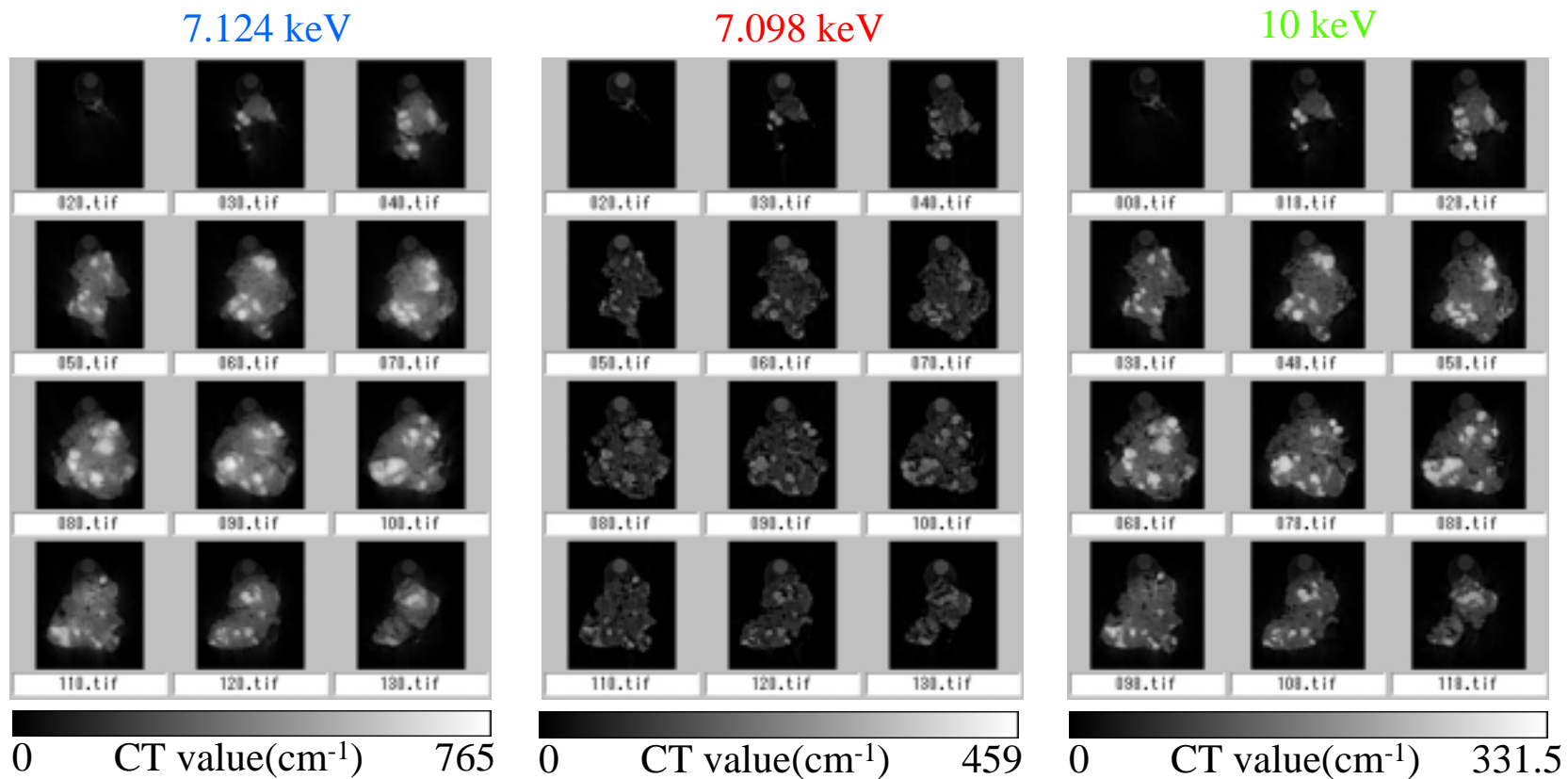


Fig.3-16 KW740215の各エネルギーにおける連続CT像

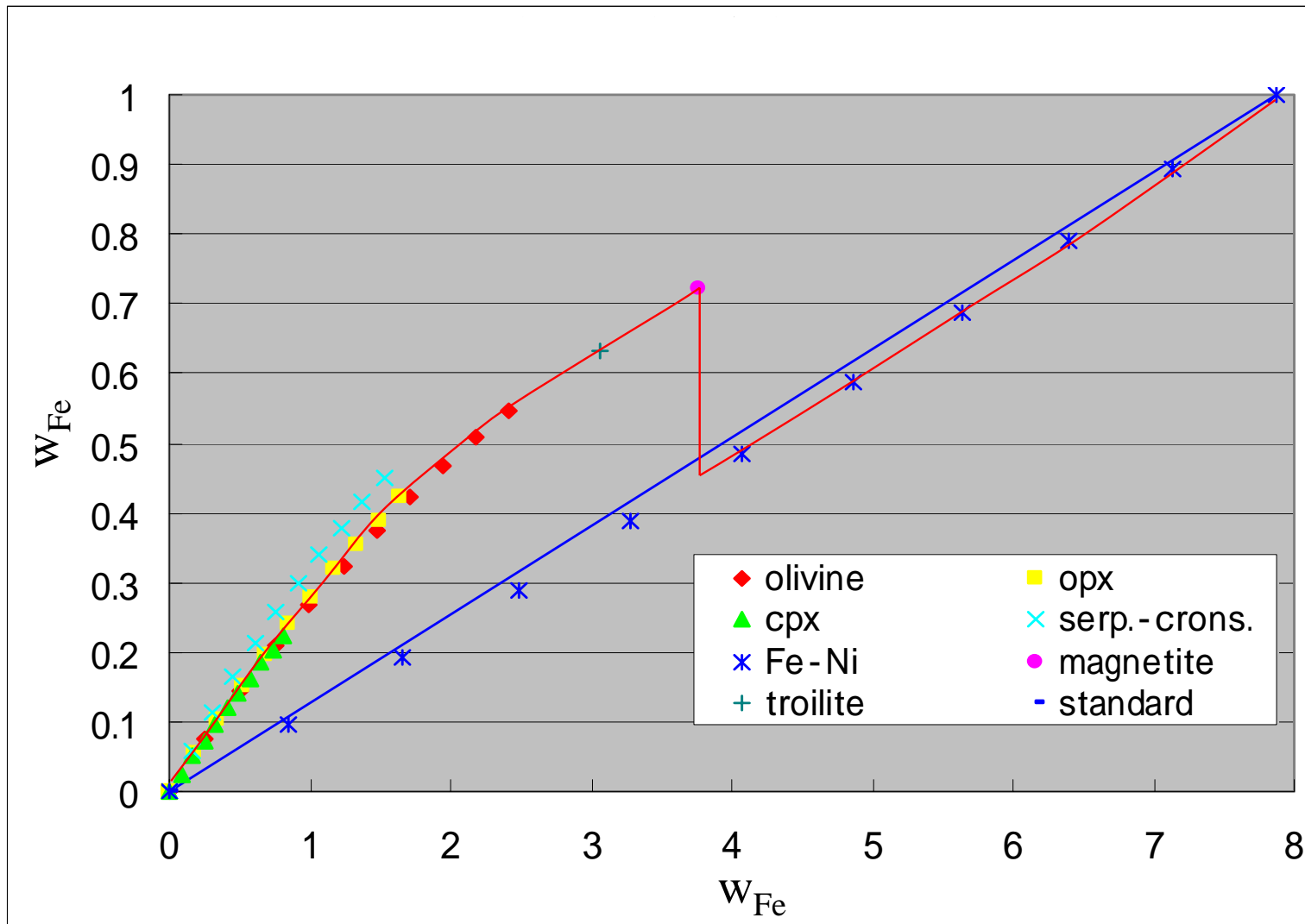
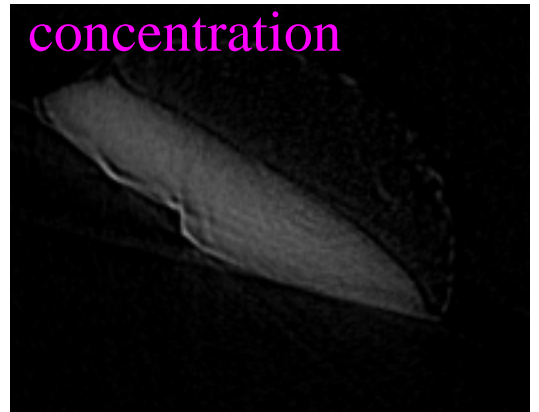
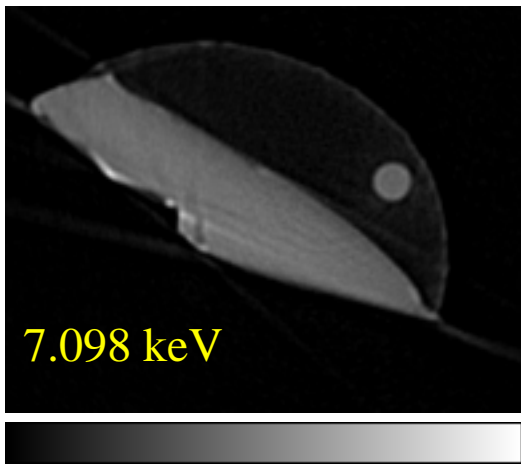
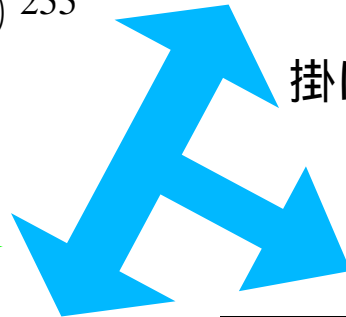
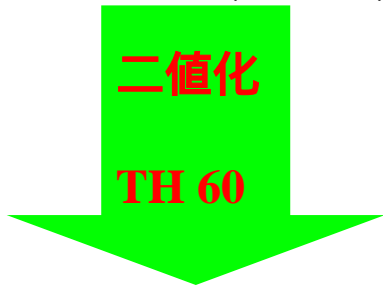


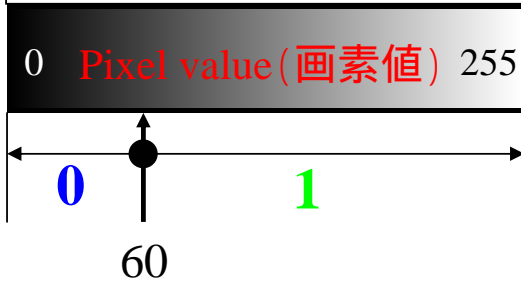
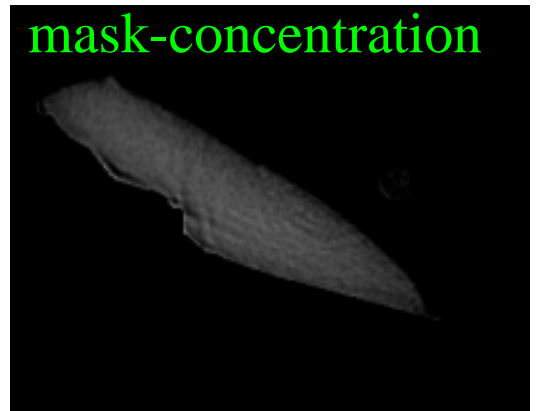
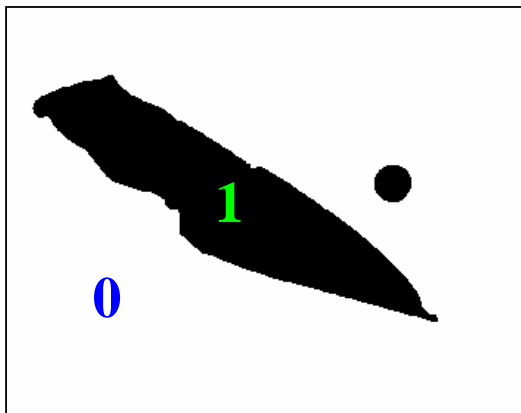
Fig.3-17 w_{Fe} と w_{Fe} の関係



0 Pixel value (画素値) 255



掛け合わせ (masking)



Ex. olivine (San Carlos産)

Fig.3-18 mask-concentration作成プロセス

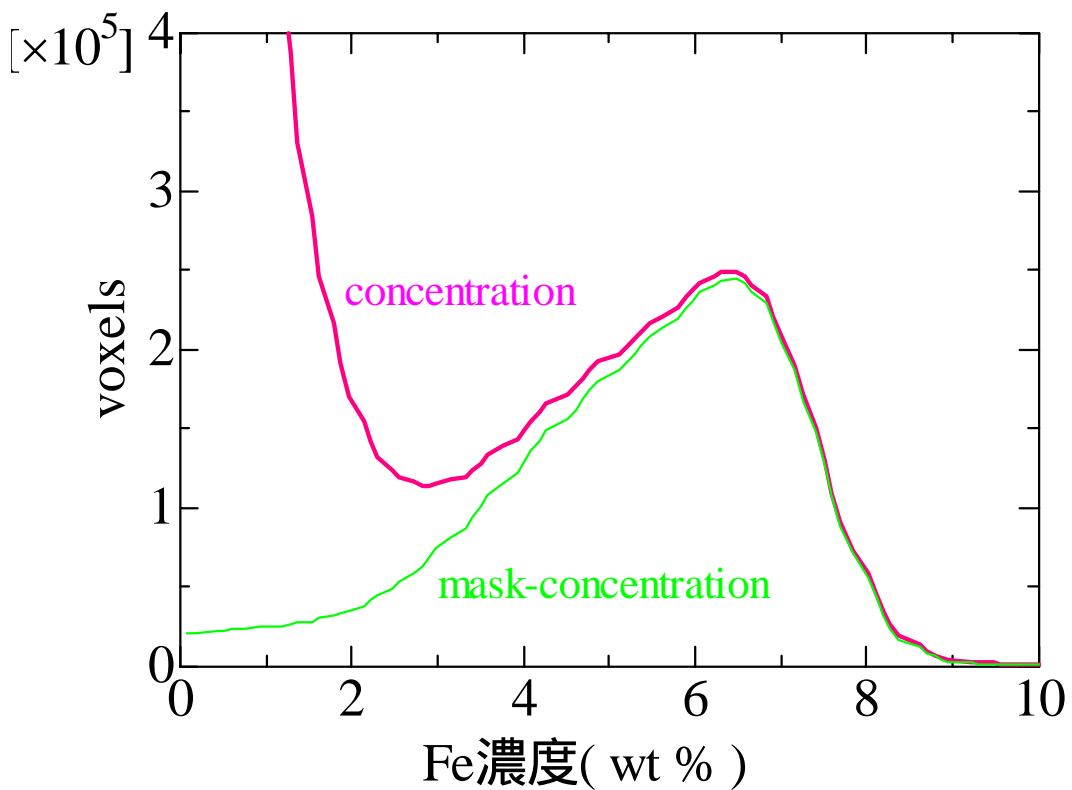
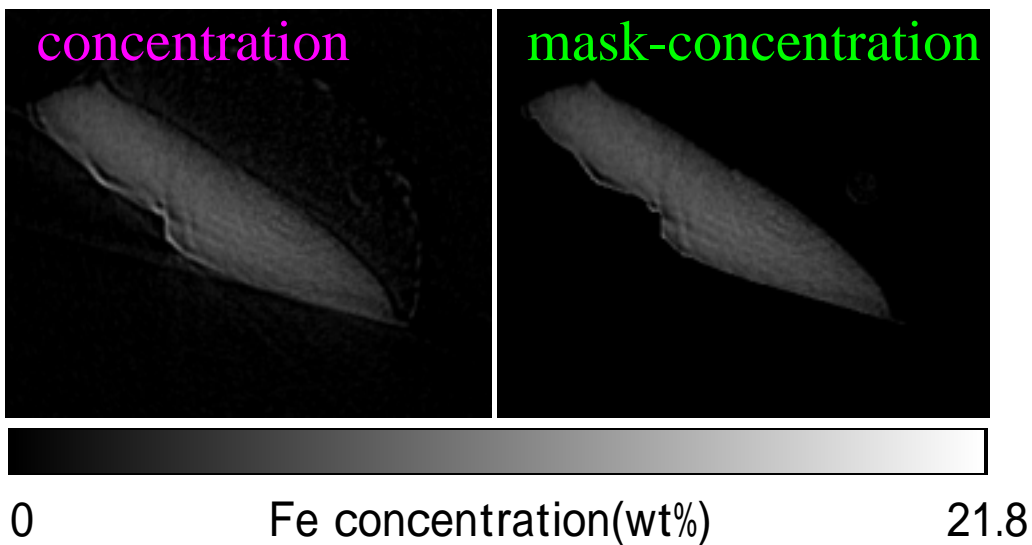


Fig.3-19 olivineのconcentration, mask-concentration像とそれらのヒストグラム

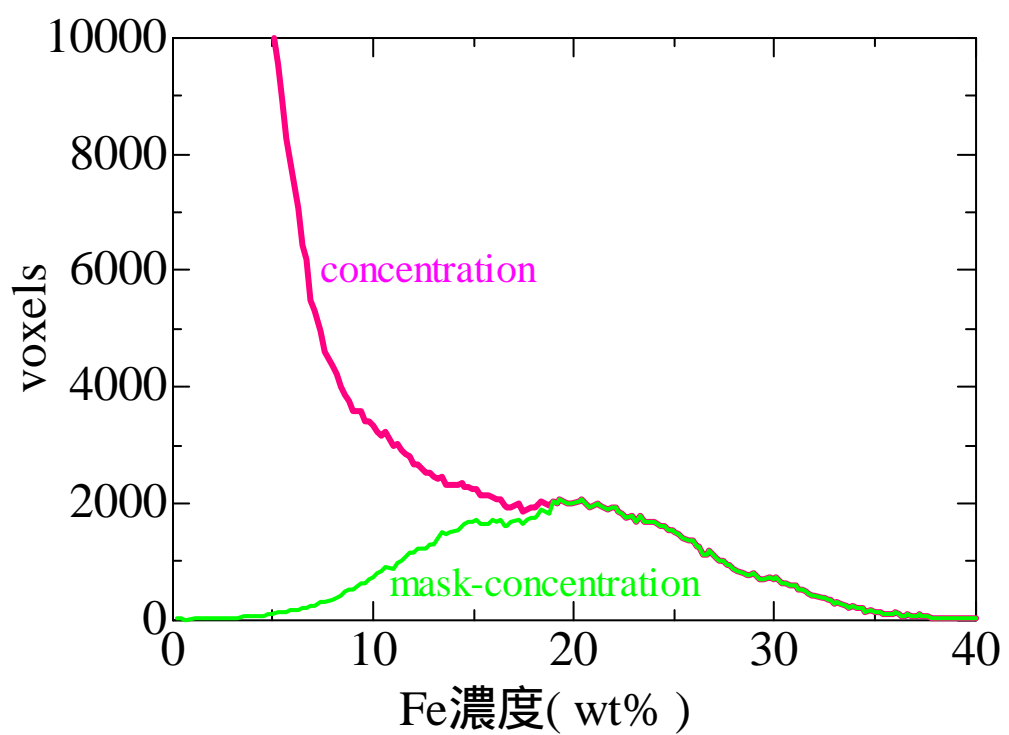
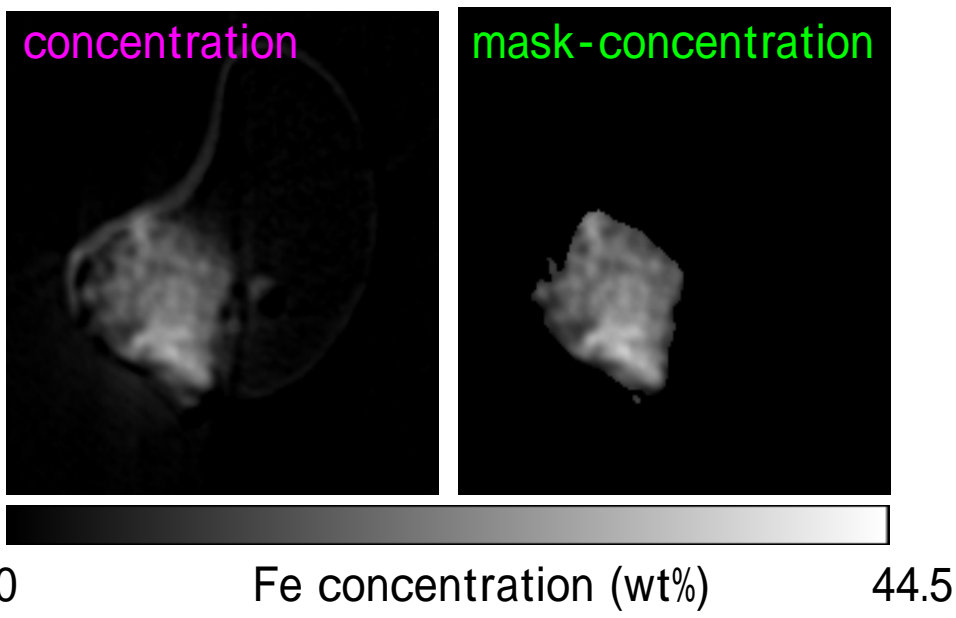


Fig.3-20 L2005AC11のconcentration, mask-concentration像とそれらのヒストグラム

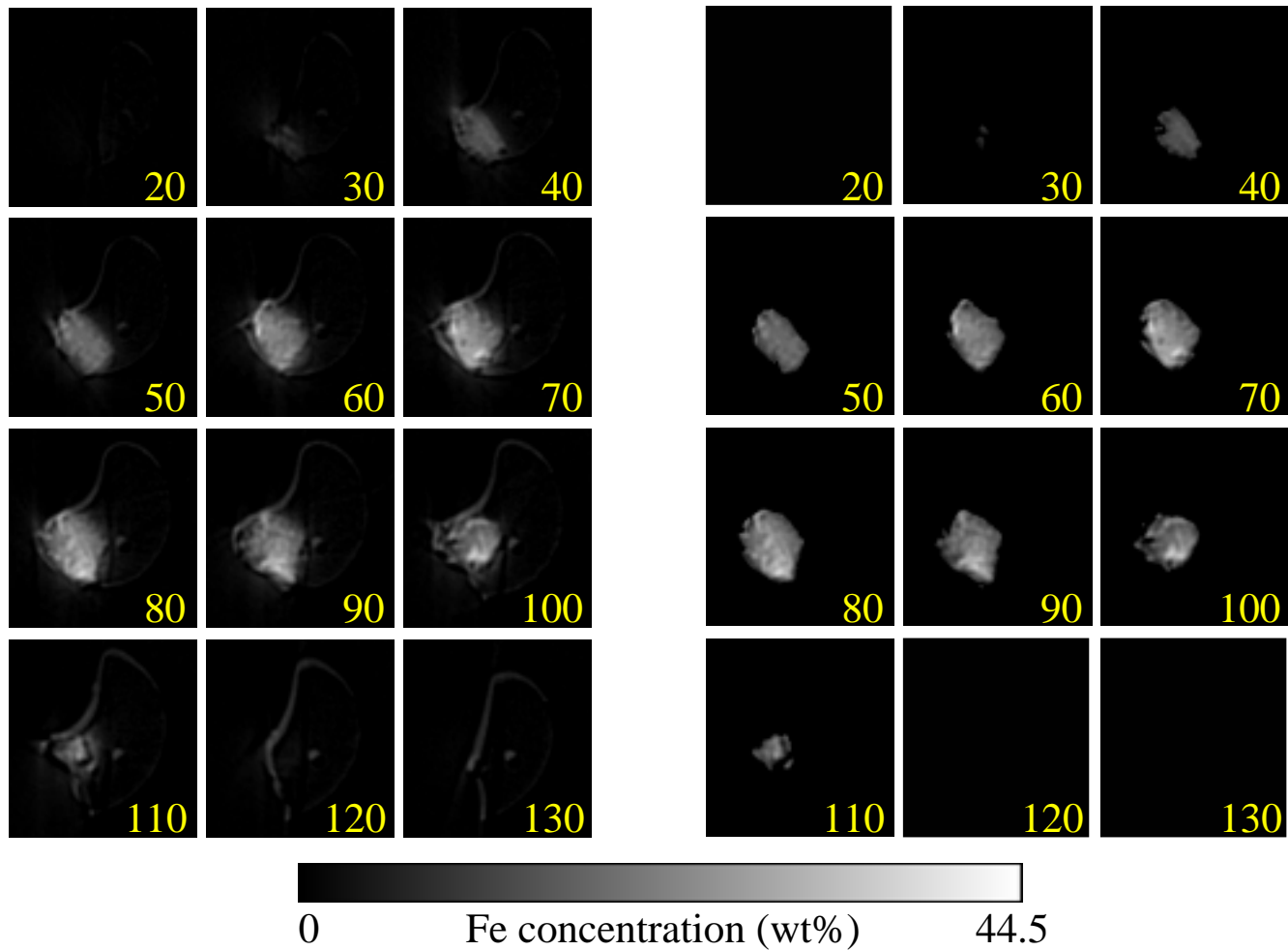


Fig.3-21 L2005AC11 の連続concentration, mask-concentration像

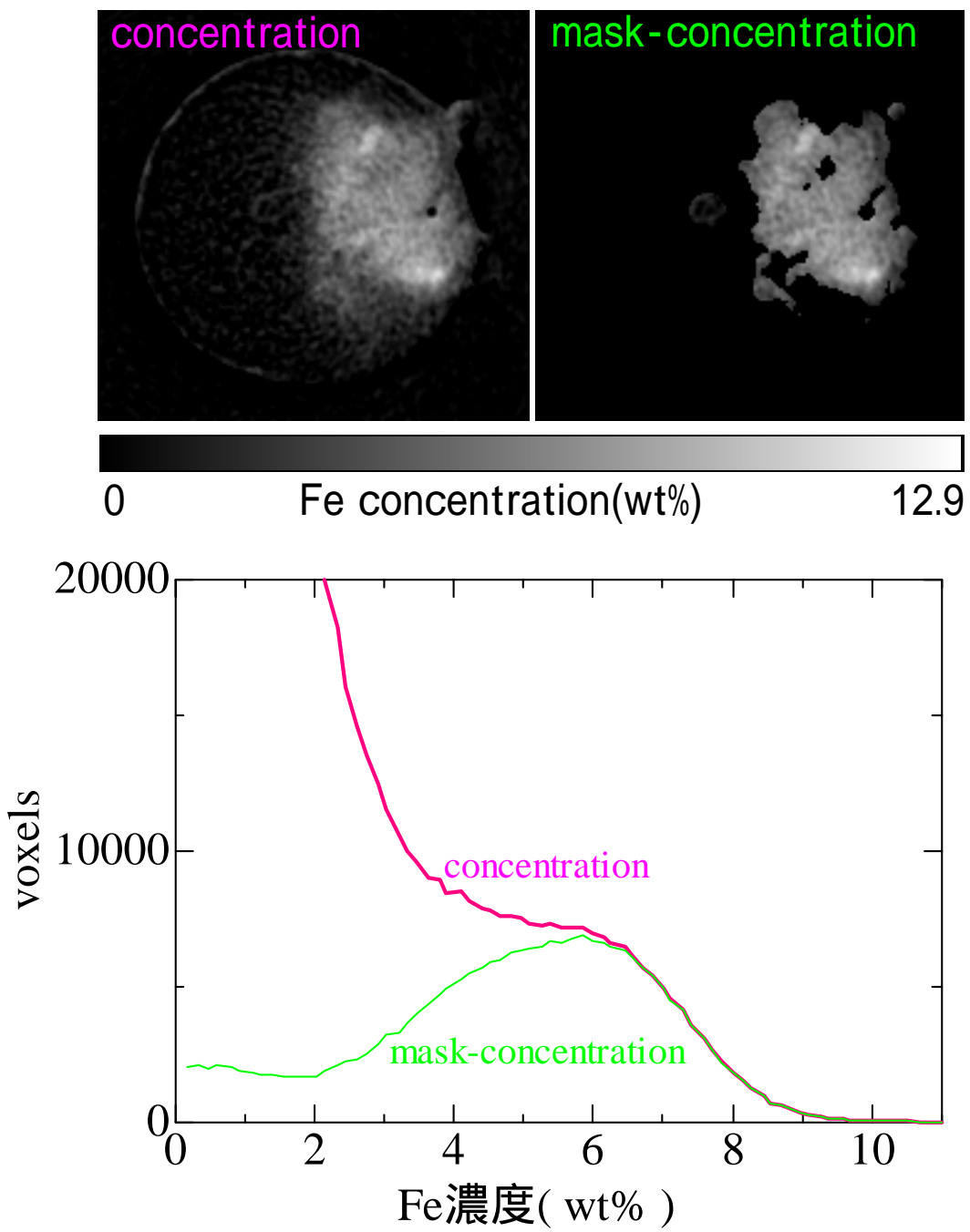


Fig.3-22 L2036H1のconcentration, mask-concentration像とそれらのヒストグラム

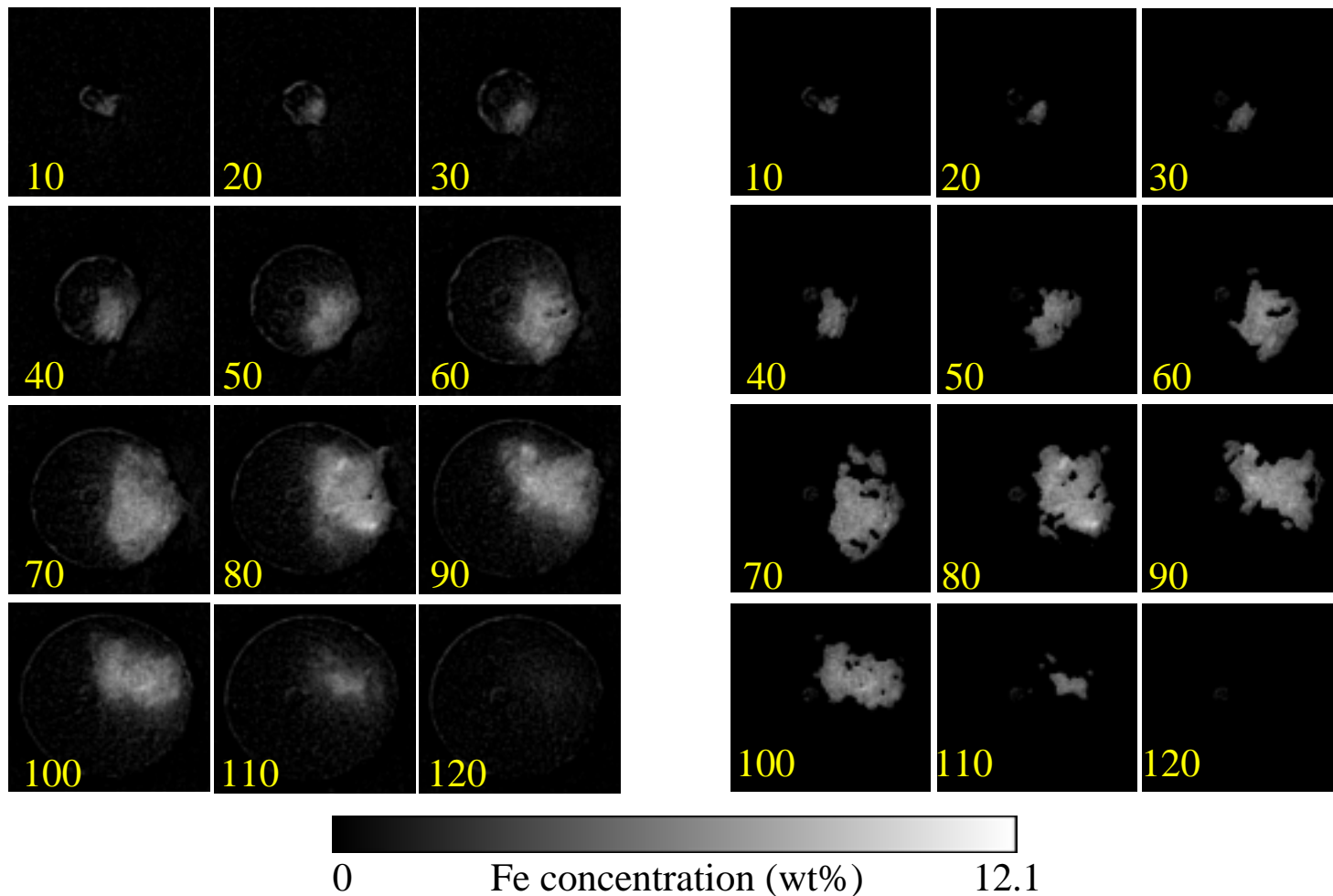


Fig.3-23 L2036H1 の連続concentration, mask-concentration像

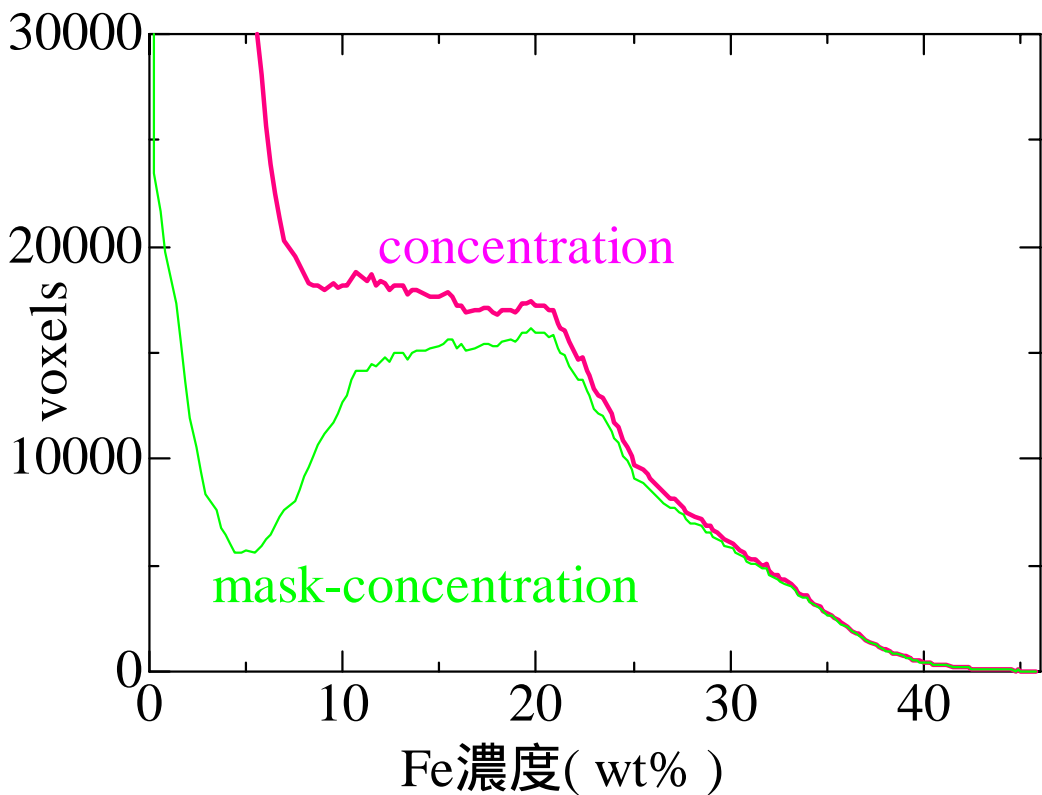
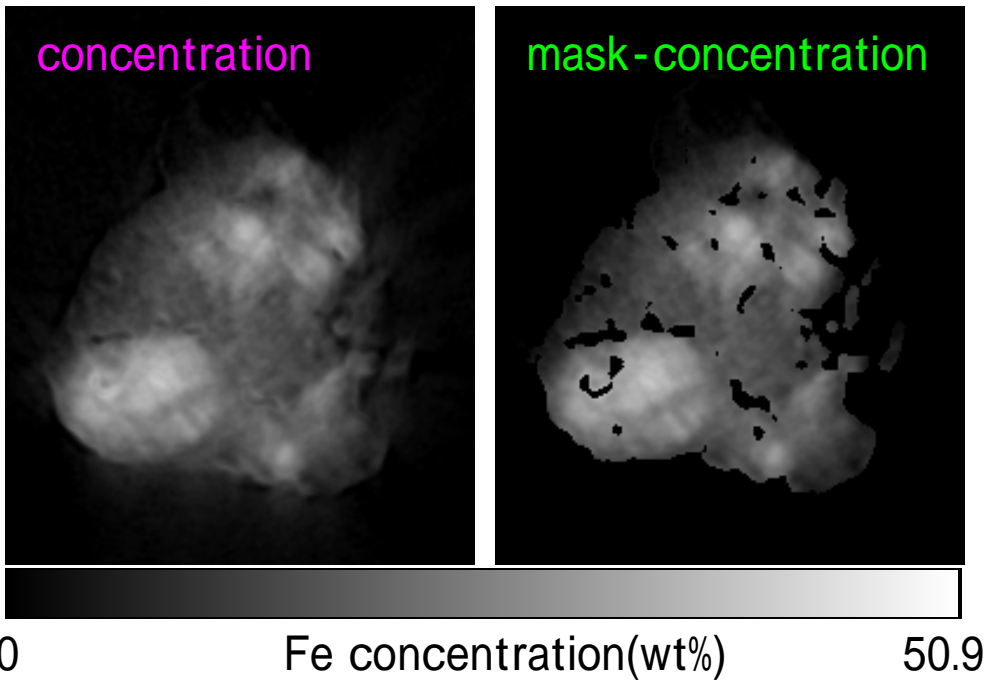


Fig.3-24 KW740215のconcentration, mask-concentration像とそれらのヒストグラム

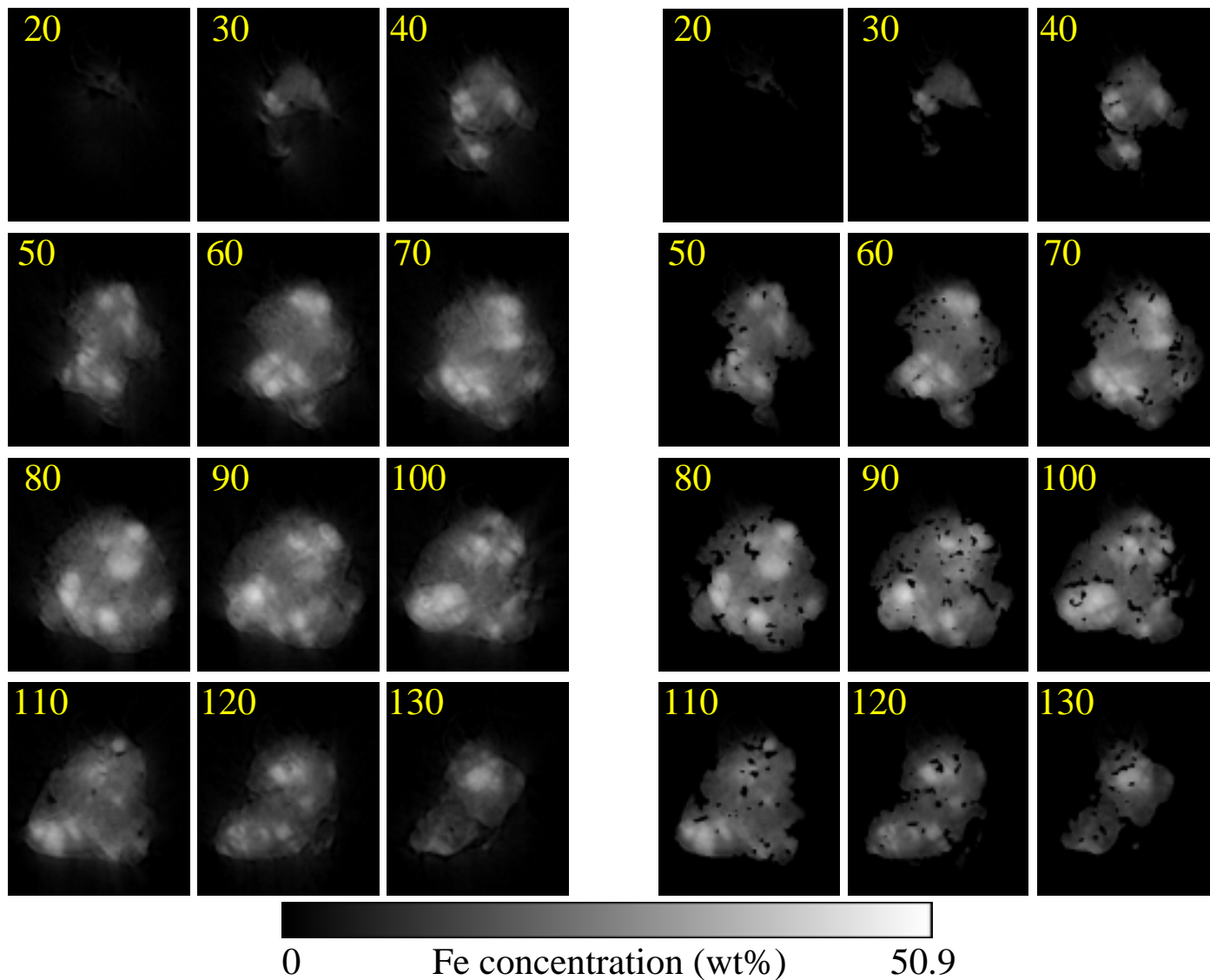


Fig.3-25 KW740215 の連続 concentration, mask-concentration 像

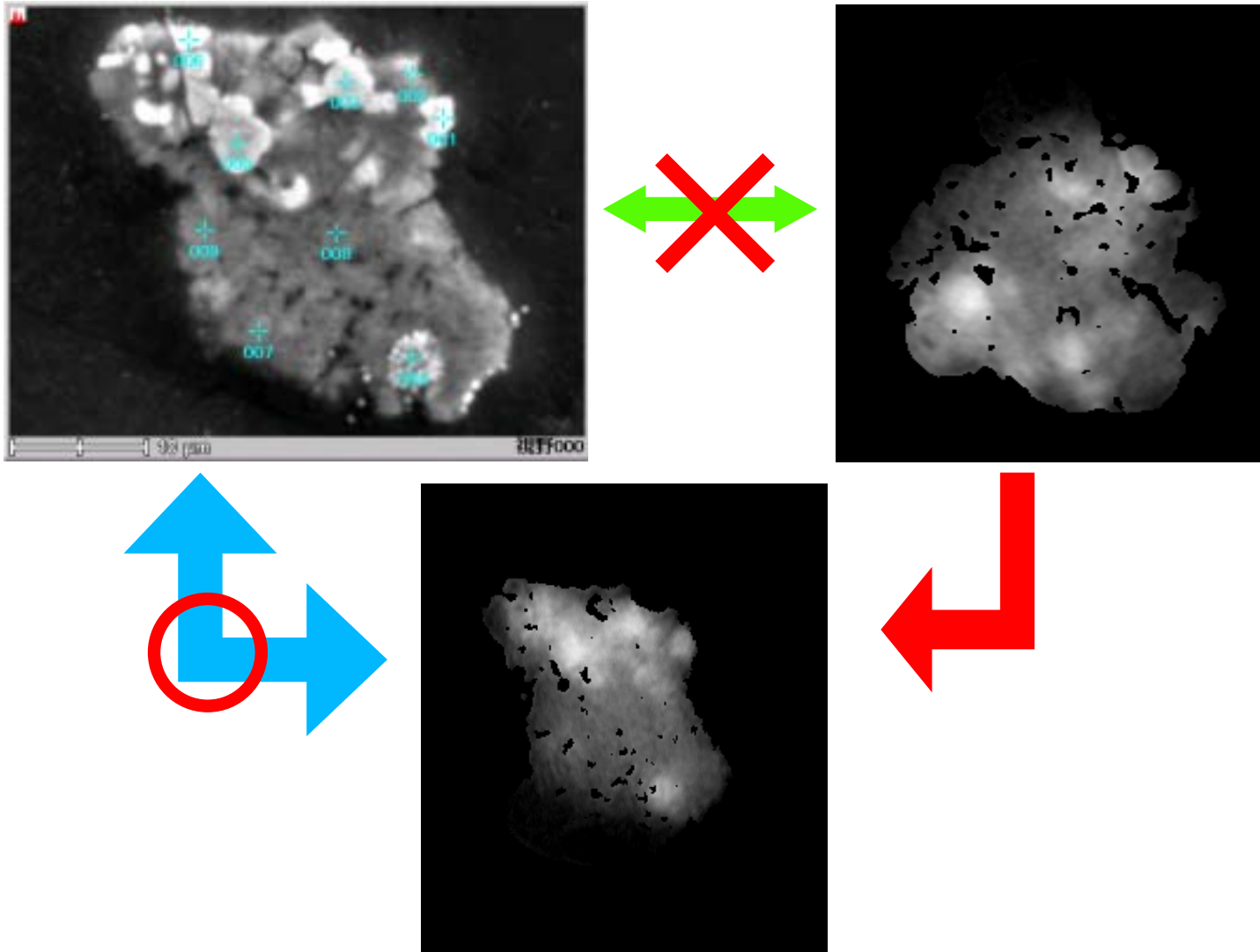


Fig.3-26 SliceIRによる断面方向変換

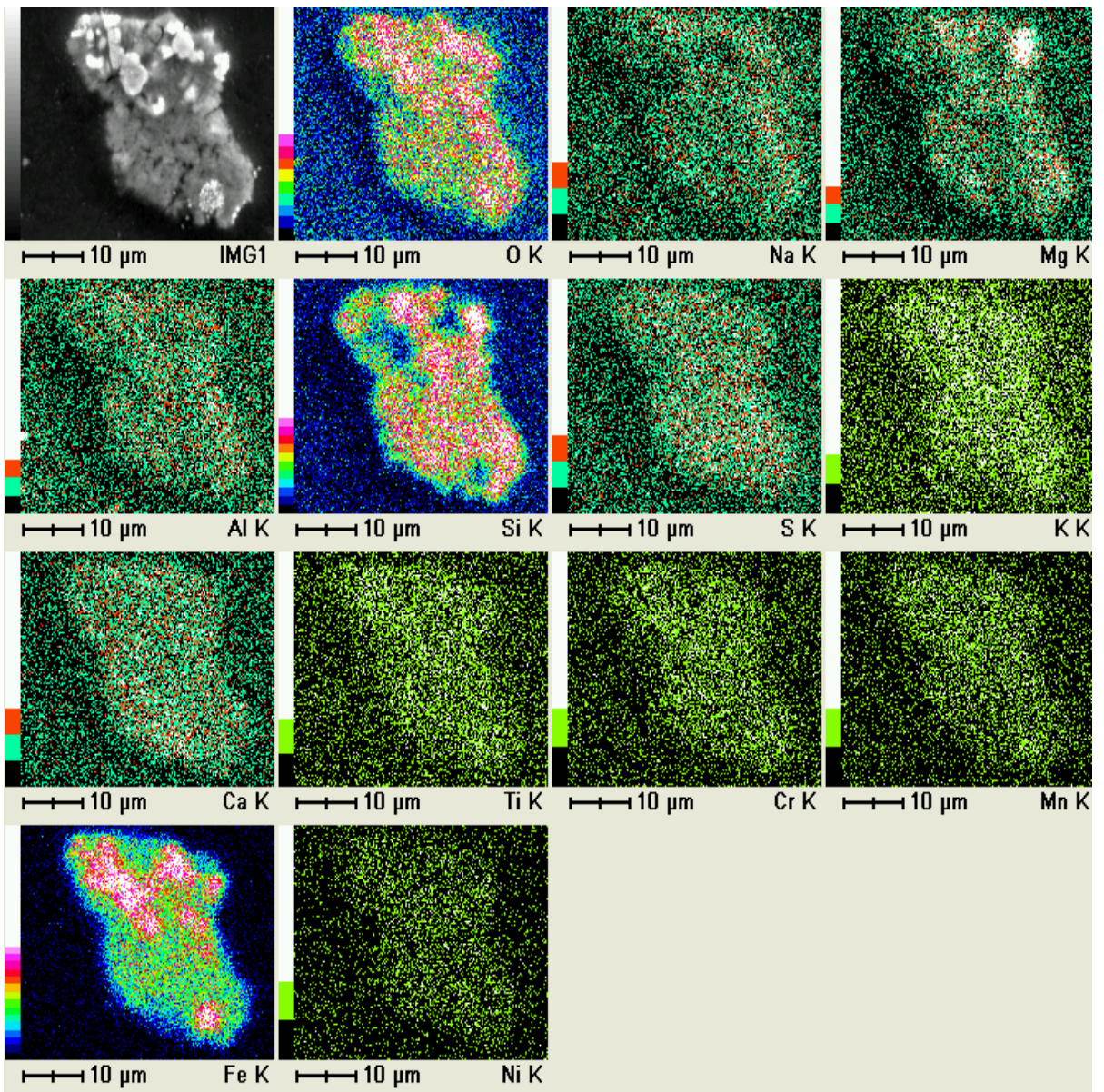


Fig.3-27 KW740215 元素マッピング

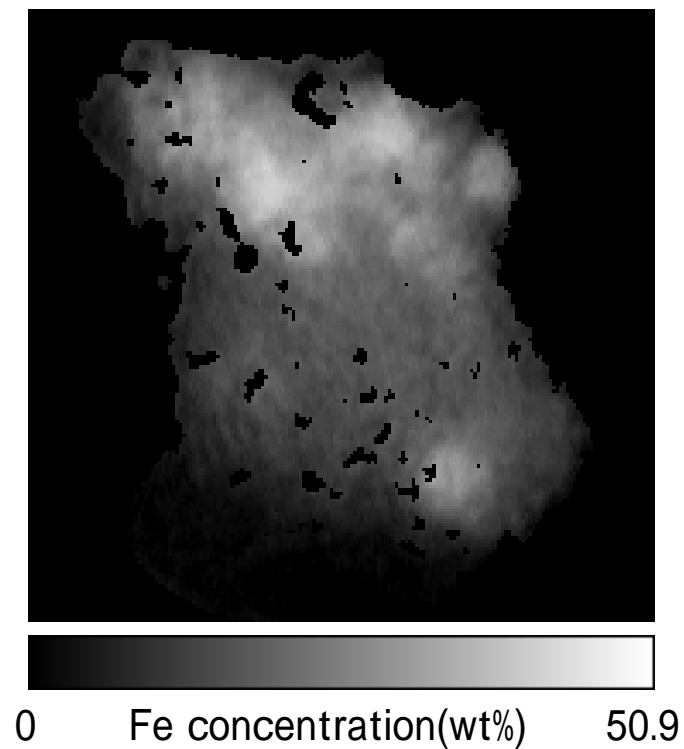
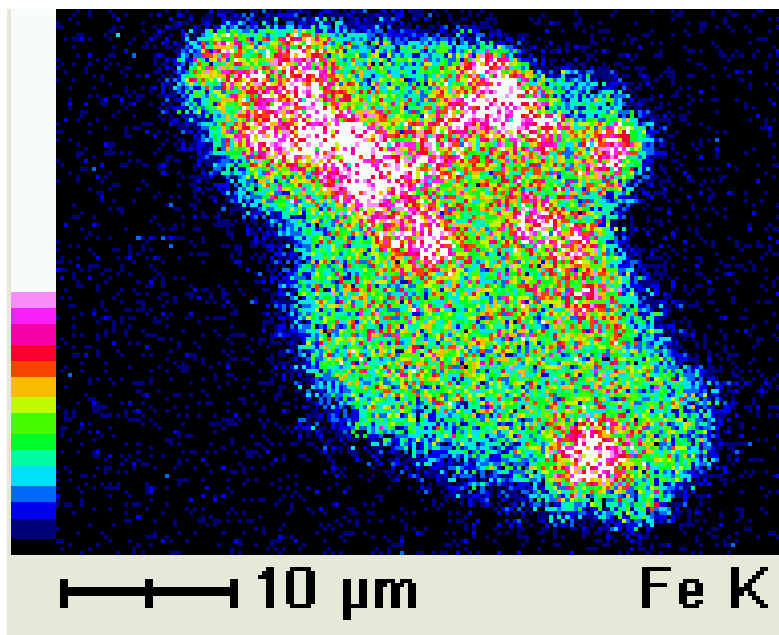
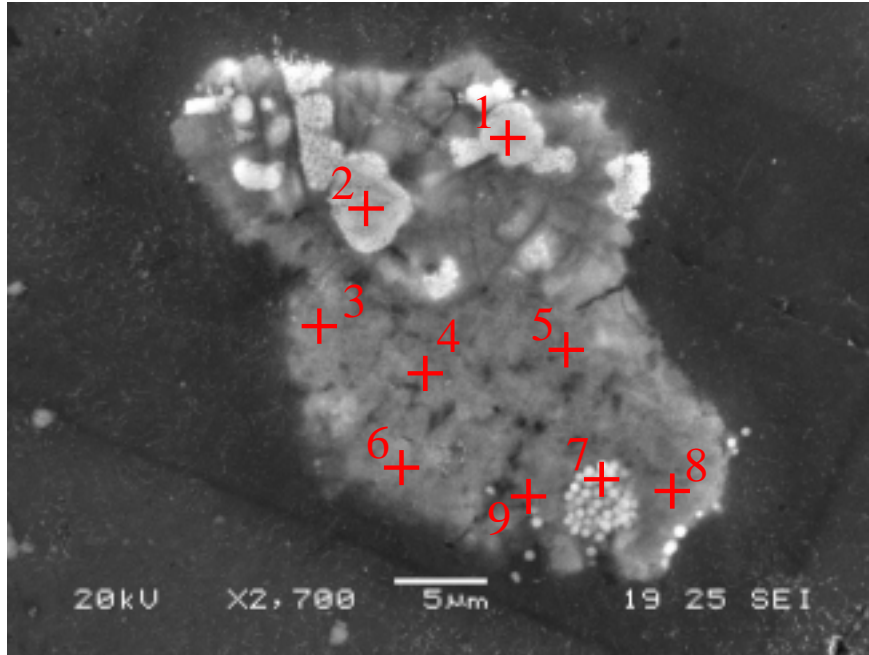


Fig.3-28 SEM-EDSによる Fe mapping と
差分法による Fe concentration image の比較

SEI image



Fe concentration image

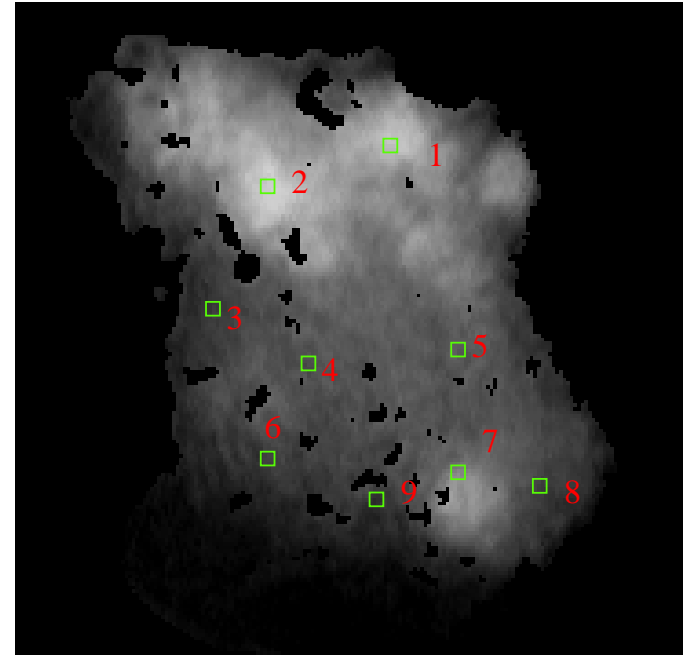


Fig.3-29 SEM像、EPMA定量分析結果とconcentration像の比較

左はSEM像、右は差分法で求めたconcentration像

Concentration像の各点において、 5×5 pixelsに収められている

濃度の平均値をその点における濃度とした。

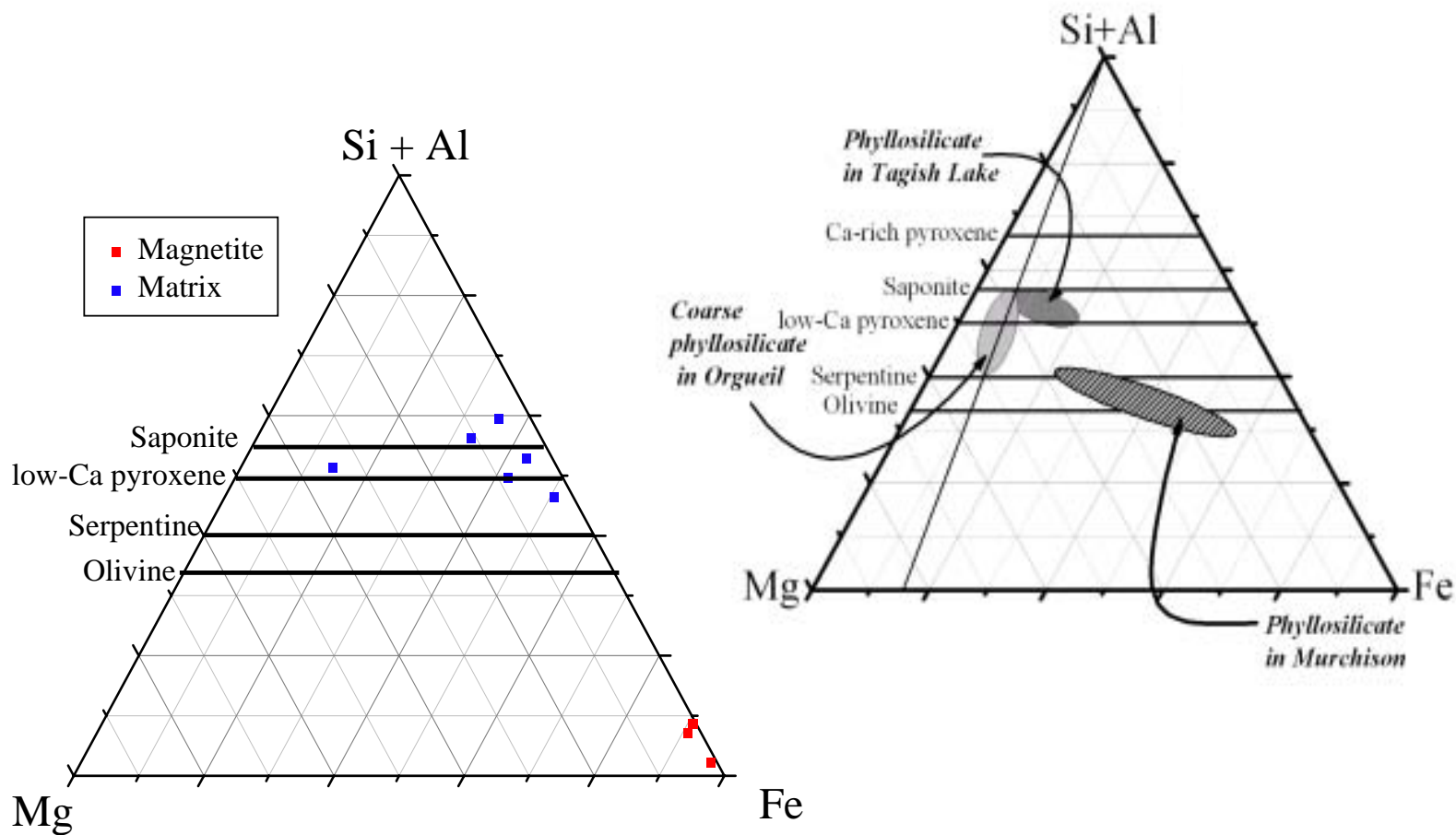


Fig.3-30 KW740215 と CI, CM, Tagish Lake隕石に含まれる
含水珪酸塩の三角ダイアグラム

position	1	2	3	4	5	6	7	8	9									
SiO2	1.77	2.09	6.00	7.04	37.16	49.07	38.23	51.86	25.24	37.80	45.79	53.88	5.54	6.60	32.73	41.62	30.44	43.83
TiO2	0.00	0.00	0.03	0.03	0.06	0.08	0.06	0.08	0.03	0.05	0.05	0.06	0.00	0.00	0.04	0.05	0.04	0.05
Al2O3	0.36	0.43	0.29	0.35	1.93	2.54	1.30	1.76	1.23	1.84	0.78	0.92	0.41	0.49	1.80	2.29	1.05	1.51
Cr2O3	0.02	0.02	0.10	0.12	0.32	0.43	0.53	0.71	0.34	0.51	0.22	0.26	0.11	0.13	0.53	0.67	0.38	0.54
FeO	81.30	96.18	77.03	90.44	26.45	34.92	26.49	35.94	33.92	50.80	13.36	15.72	75.54	89.98	35.05	44.57	30.52	43.95
MnO	0.01	0.01	0.05	0.06	0.04	0.05	0.07	0.09	0.10	0.15	0.00	0.00	0.00	0.00	0.13	0.17	0.08	0.11
MgO	0.13	0.16	0.51	0.60	4.87	6.43	2.60	3.53	1.43	2.15	21.28	25.04	0.62	0.74	3.82	4.85	1.73	2.50
CaO	0.33	0.39	0.42	0.49	2.06	2.72	1.44	1.95	0.98	1.47	1.73	2.03	0.63	0.74	1.30	1.66	2.66	3.83
Na2O	0.49	0.58	0.48	0.56	1.81	2.39	1.71	2.32	1.91	2.86	0.93	1.09	0.81	0.97	2.04	2.59	1.38	1.98
K2O	0.00	0.00	0.00	0.00	0.20	0.27	0.04	0.06	0.04	0.06	0.04	0.05	0.00	0.00	0.17	0.22	0.10	0.15
SO3	0.12	0.14	0.27	0.32	0.84	1.11	1.24	1.68	1.54	2.31	0.81	0.95	0.30	0.35	1.03	1.30	1.07	1.54
Total	84.53	100.00	85.17	100.00	75.73	100.00	73.70	100.00	66.77	100.00	84.98	100.00	83.96	100.00	78.64	100.00	69.44	100.00
Si	0.58	1.81	7.85	8.22	6.72	7.81	1.70	7.13	7.45									
Ti	0.00	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.00	0.01	0.00	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
Al	0.14	0.10	0.48	0.33	0.39	0.16	0.15	0.46	0.30									
Cr	0.01	0.02	0.05	0.09	0.07	0.03	0.03	0.09	0.07									
Fe2+	22.20	19.47	4.67	4.77	7.56	1.90	19.40	6.38	6.25									
Mn	0.00	0.01	0.01	0.01	0.02	0.00	0.00	0.02	0.02									
Mg	0.06	0.23	1.53	0.84	0.57	5.41	0.28	1.24	0.63									
Ca	0.11	0.14	0.47	0.33	0.28	0.32	0.21	0.30	0.70									
Na	0.31	0.28	0.74	0.71	0.99	0.31	0.48	0.86	0.65									
K	0.00	0.00	0.05	0.01	0.01	0.01	0.00	0.05	0.03									
S	0.03	0.06	0.13	0.20	0.31	0.10	0.07	0.17	0.20									
Total	23.45	22.13	16.00	15.52	16.93	16.05	22.32	16.71	16.31									
Fe concentration																		
EPMA	63.12	74.67	59.80	70.21	20.53	27.11	20.57	27.91	26.34	39.44	10.37	12.20	58.65	69.86	27.21	34.61	23.70	34.13
差分析法	40.5	43.3	13.8	18.9	21.3	12.2	32.4	15.2	12.6									

Table 3-3 KW740215 各点におけるEPMA定量分析結果

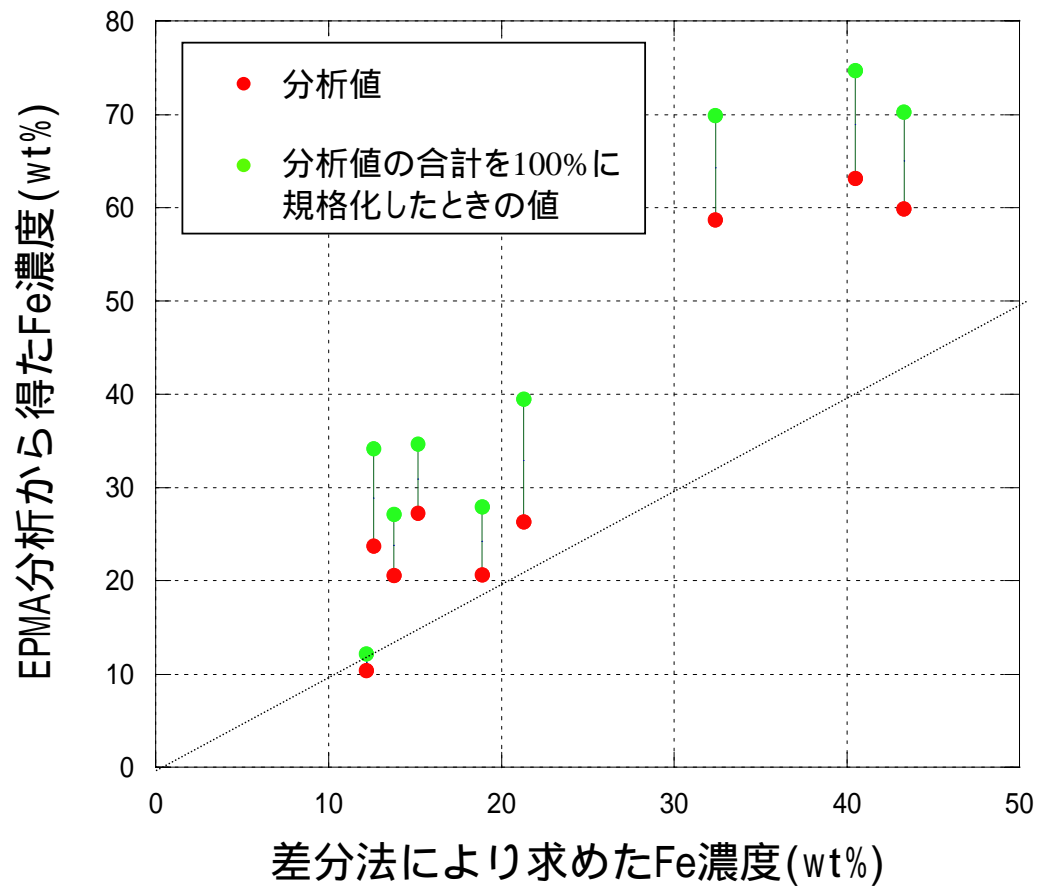


Fig.3-31 差分法とEPMAによる Fe 濃度比較

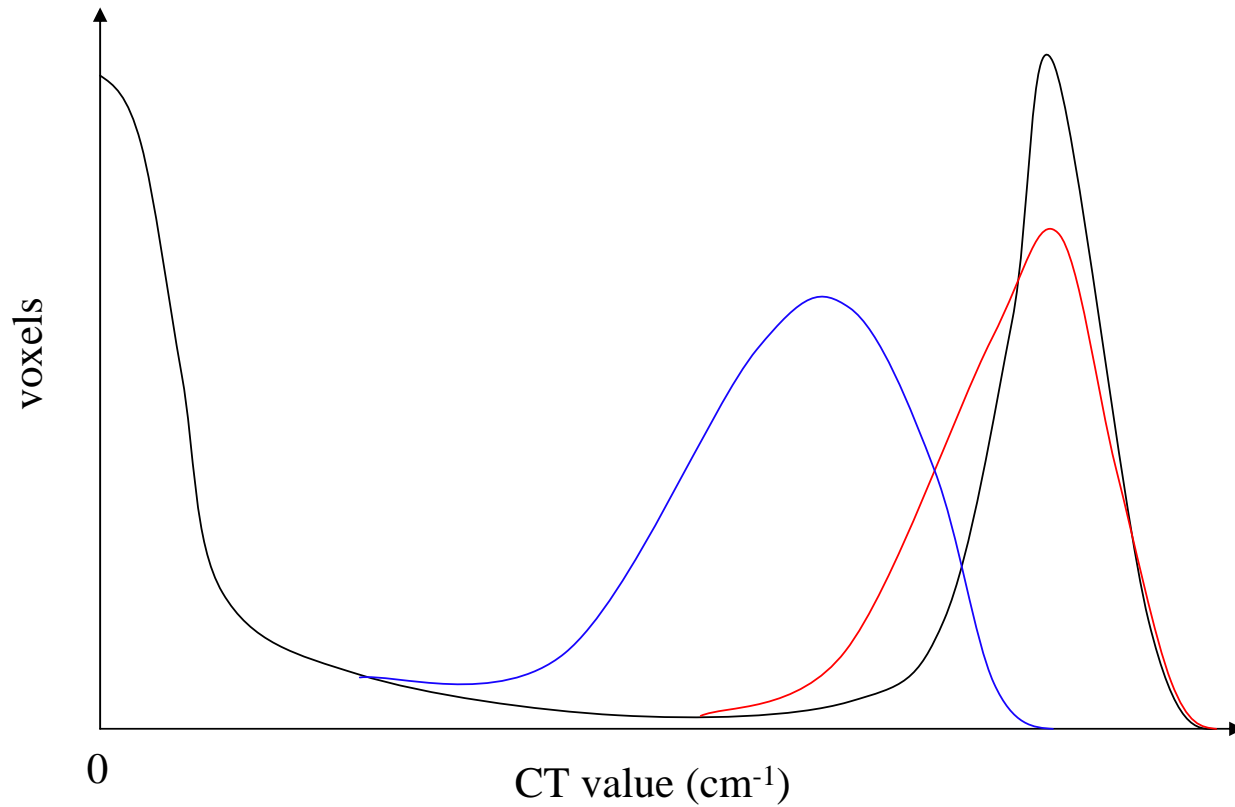


Fig.3-32 蛍光X線とヒストグラムの変化

黒線:理想的なヒストグラム

赤線:少量の蛍光X線により空間分解能が低下したヒストグラム

青線:多量の蛍光X線により空間分解能の低下とともにピーク位置が
CT値の低い方へシフトしたヒストグラム

Appendix : XRD or X-ray CT sample preparation

用意するもの

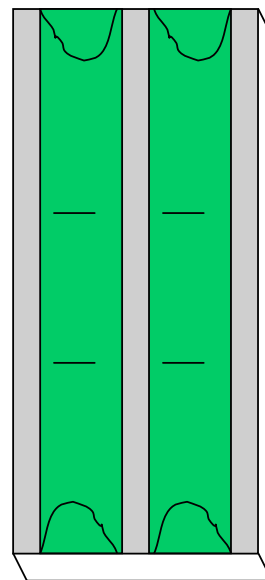
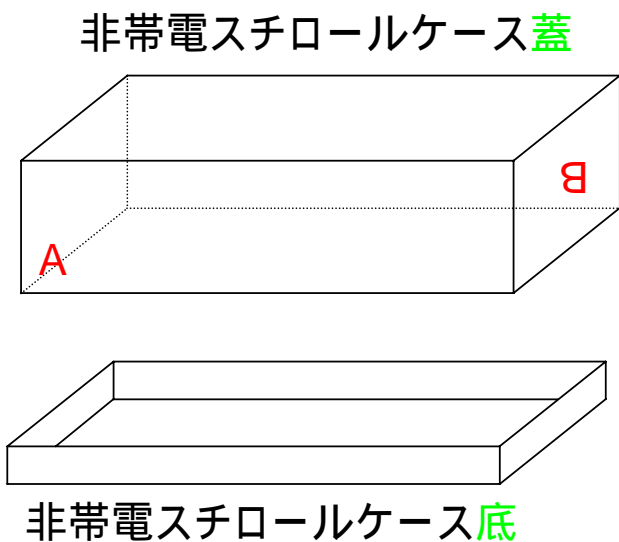
- ・非帯電スチロールケース }
・油粘土 }
・ガラスキャピラリー(100 ~ 200 μm) }
・グラスファイバー(5 μm 、IDPの場合は3 μm) }
・シャーレ×4、5個 }
・アロンアルファ }
・爪楊枝 }
・グリコールフタレート }
・サンプル }
・アセトン }

用意する道具

- ・クリーンルームとその部屋専用の服等
- ・実体顕微鏡
- ・ピンセット
- ・ピペットの先を切ったようなもの(ハンドリング時に使用)
- ・油性マジック
- ・デザインナイフ
- ・先が極細の筆

出来上がったモノを保存する容器を作成

- ・先ず、油粘土を柔らかくなるまでひたすらこねる。
- ・ちょうどいい柔らかさになったら、非帯電スチロールケースのフタ?の方にガラスキャピラリーを刺す山を二つ作る。(一列に二つ印をつける)
- ・蓋の側面にA,B等の名前を付ける。そうしておくで後でサンプルをどこに刺したか記述しやすい。



非帯電スチロールケース底を
真上から見ると・・・

キャピラリーガラスとグラスファイバーを使える形にする

- ・キャピラリーガラス(100 ~ 200 μm)専用のシャーレを用意し、そのシャーレ内で7mmの長さに切る。
- ・グラスファイバー(5 μm , IDPは3 μm)専用のシャーレを用意し、そのシャーレ内で4mmの長さに切る。

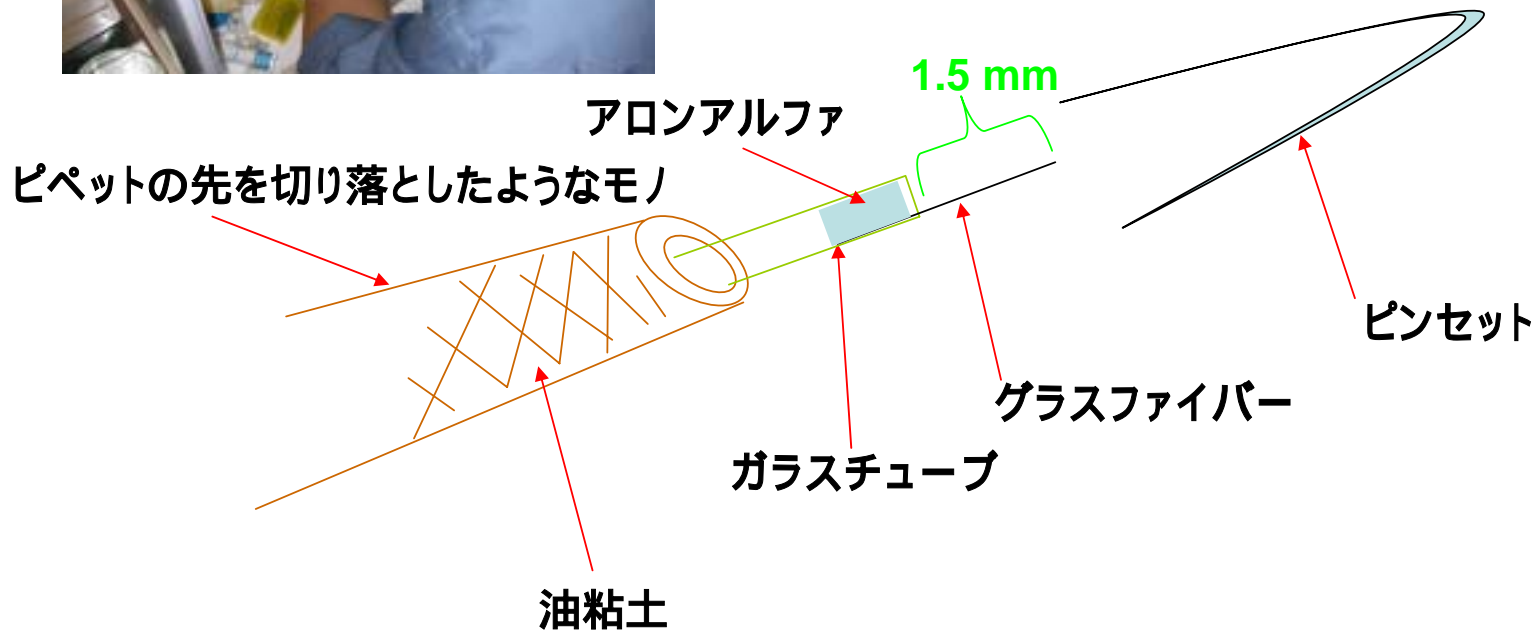
いづれも長さは大体でよい。(ちゃんと測る必要はない)
いづれもデザインナイフのようなもので切る



グラスファイバー(光を当てないと見えない)



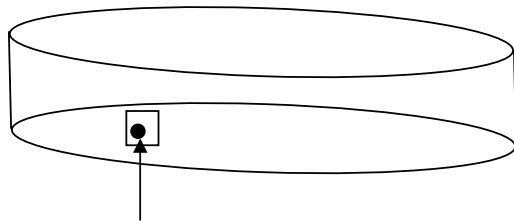
実体顕微鏡の下で先ほどグラスファイバーを
キャピラリーガラスに挿入する
(ハンドリングの時はピペットの先を
切り落としたモノを使う)
アロンアルファを流し込んだら乾くまで
1~2時間程待つ



アロンアルファを流し込むときは、先を削った爪楊枝を使い、
グラスファイバーの反対側から入れる。

サンプルを で作ったモノの先に貼り付ける

- ・サンプルを水で濡らした極細筆を使ってハンドリングシャーレに移す。
(サンプルにノリがついている場合は水でよく洗う)

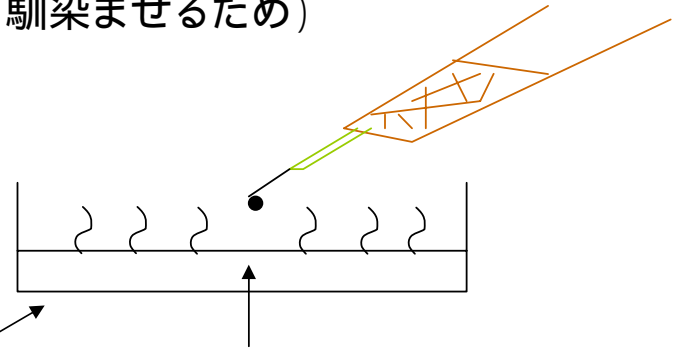


ハンドリングシャーレ

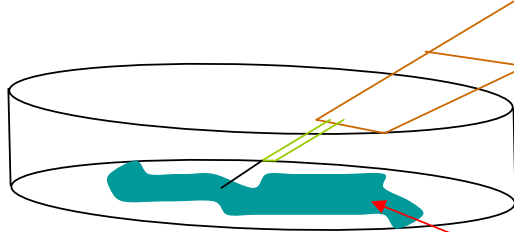
分かりやすいようにこの の中にサンプルを落とす

- ・アセトンでグリコールフタレートをおある程度溶かしてそれをグラスファイバーの先につける。そしてハンドリングシャーレのサンプルをグラスファイバーの先ですくう。(というか、くっつける)

- ・最後にアセトンから1cmぐらい離して10秒くらいさらす(サンプルに糊を馴染ませるため)



アセトン



グリコールフタレート

注:これらはハンドリングシャーレとは別物

完成物拡大図

