

科学研究費助成事業 研究成果報告書

令和元年6月3日現在

機関番号：82118

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2015～2018

課題番号：15K04745

研究課題名(和文) 可変倍率のX線ブラッグ光学系による放射光イメージングの高度化

研究課題名(英文) Sophistication of synchrotron radiation imaging by variable-magnification x-ray Bragg optics

研究代表者

平野 馨一 (Hirano, Keiichi)

大学共同利用機関法人高エネルギー加速器研究機構・物質構造科学研究所・准教授

研究者番号：40218798

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,900,000円

研究成果の概要(和文)：放射光は実験室X線源よりも遥かに輝度が高いため、物質内部を高速に非破壊観察するためのプローブとして、これまで広く利用されてきた。しかし近年、サブミリ～数百ミリ程度の大きさの試料を同一光学系で観察したいという要求が年々増しつつある。そこで、このニーズに応えるために、我々はX線ブラッグ素子を直交配置で二つ組み合わせることにより、可変倍率のX線ブラッグ光学系を開発し、その性能評価を行った。次に、この光学系をX線イメージングに応用して、様々な倍率で試料観察を行った。さらに、従来のコンピュータ断層撮影法(CT)の制約を克服するために、CTの拡張版であるラミノグラフィーの導入を試みた。

研究成果の学術的意義や社会的意義

光学顕微鏡では、まず低倍率で試料の全体像を観察して関心領域を特定し、その後、高倍率で関心領域を詳細に観察することがシームレスに行われている。それに対して放射光X線イメージングの場合、サブミリ～数百ミリ程度の大きさの試料に対応可能なズーム光学系が存在しなかったため、このサイズの試料の観察はこれまで必ずしも最適とは言えない等倍率下で行われてきた。我々が開発した可変倍率のX線ブラッグ光学系はこの問題を克服するものであり、最適倍率で試料内の関心領域を詳細観察する道を拓く。特に、生体試料、工業材料、電子デバイス等の観察に威力を発揮して、これらの研究・開発の推進に貢献することが期待される。

研究成果の概要(英文)：Since synchrotron radiation is much brighter than laboratory x-ray sources, it has been widely used as a powerful probe for fast and non-destructive visualization of inner structures of materials. In recent years, however, demands for x-ray zooming optics for samples of the size from sub-millimeter to several hundred millimeters are increasing year by year. In order to meet these demands, we developed a variable-magnification x-ray Bragg optics by combining two Bragg optical elements in crossed geometry and estimated its performance. Next, we applied the optics to x-ray imaging and observed samples under various magnification ratios. Then, we tried to introduce laminography in order to overcome the limitations of conventional x-ray computed tomography (CT).

研究分野：X線光学

キーワード：X線イメージング X線光学素子 X線光学系 X線非対称反射

様式 C-19、F-19-1、Z-19、CK-19（共通）

1. 研究開始当初の背景

(1) 放射光は実験室X線源よりも遥かに輝度が高いため、物質内部を高速に非破壊観察するためのプローブとして、材料科学、生物学、医学等の分野でこれまで広く利用されてきた。しかし近年、サブミリ～数百ミリ程度の大きさの試料を同一光学系で観察したいという要求が増しつつあり、このニーズに応えるために様々な取り組みがなされている。その中でも特に注目すべきものの一つが、X線ブラッグ素子である。X線ブラッグ素子は、完全結晶によるX線のブラッグ反射を利用してX線像を縮小・拡大する光学素子だが、従来の素子には倍率を変えるのが難しいという問題があった。そこでこの問題を解決するために、我々は可変倍率のX線ブラッグ素子（図1）の開発を行い、まずは一次元縮小・拡大について評価と応用を行った。しかし、二次元縮小・拡大への応用は検討課題として残されていた。

(2) また近年、一光子検出可能な高い感度と広いダイナミックレンジを持つX線ピクセルアレイ検出器が登場して、放射光施設でも回折・散乱実験等に利用されつつある。しかし、ピクセルサイズが数十ミクロン～数百ミクロン程度と大きく、空間分解能が低いため（サブミリ程度）、残念ながらX線イメージング実験にはあまり利用されていなかった。この問題を克服するために、我々は可変倍率X線ブラッグ素子の利用を検討した。

(3) X線イメージングにおいて、CT（Computer Tomography）は物質内部を三次元的に可視化するために広く利用されている。しかし、CTには様々な制約があるため、可変倍率X線光学系では倍率域が制限されるという問題がある。そこで、我々はこの問題を回避する方法の模索・検討を行った。

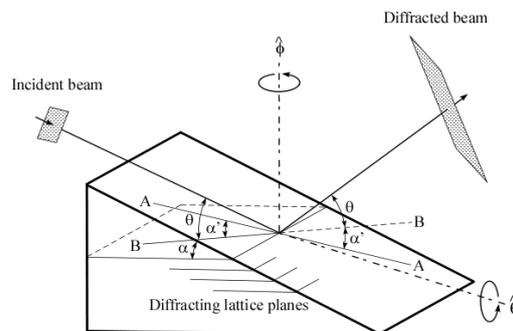


図1 可変倍率X線ブラッグ素子

2. 研究の目的

(1) 本研究の第一の目的は、X線ブラッグ素子を二つ組み合わせることにより、二次元縮小・拡大が可能な可変倍率のX線ブラッグ光学系を開発し（図2）、吸収型・位相型X線イメージングに応用することである。これにより、大型試料の縮小観察だけでなく、関心領域の拡大観察を任意の倍率（数百分の一から数百倍）で高速に行えるようになる。なお、水平方向と垂直方向の倍率を個別に設定できる点が本方式のユニークな点であり、この利点はX線CT実験等に有用である。

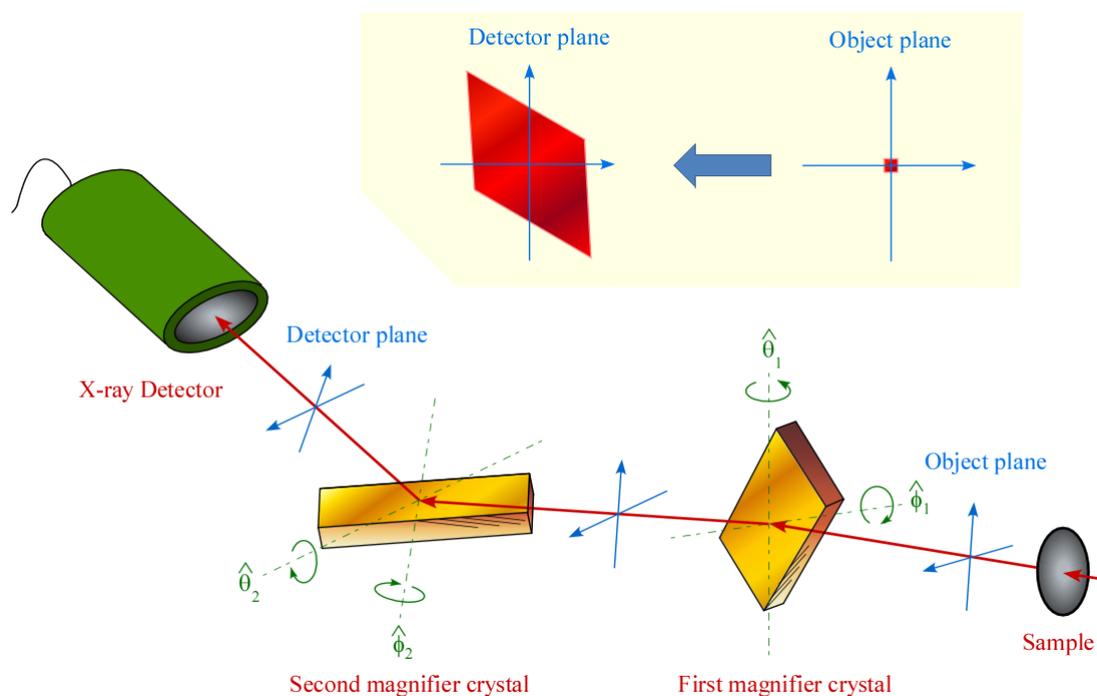


図2 可変倍率X線ブラッグ光学系

(2) 本研究の第二の目的は、可変倍率X線ブラッグ光学系とピクセルアレイ検出器とを組み合わせた放射光イメージングシステムを構築することである。これにより、高速・高感度・高精細・広ダイナミックレンジの可変倍率放射光X線イメージングへの道を拓くことを目指す(図3)。

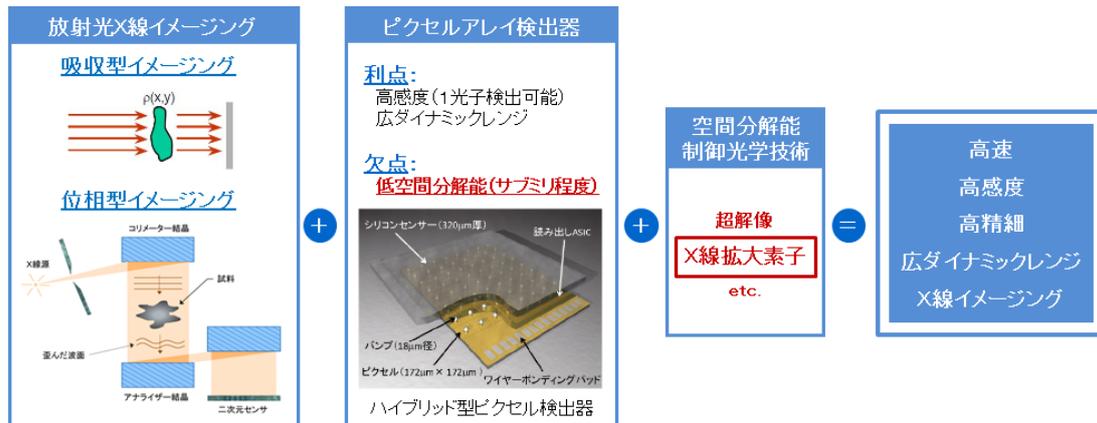


図3 高輝度放射光・高性能X線検出器・高度なX線光学技術の融合が拓く
高速・高感度・高精細・広ダイナミックレンジの可変倍率放射光X線イメージング

(3) 本研究の第三の目的は、X線CTの拡張版であるラミノグラフィー(Computed Laminography, CL)を導入することにより、従来のX線CTの制約を克服し、可変倍率X線光学系の倍率域を拡張することである。

3. 研究の方法

- (1) 可変倍率X線ブラッグ光学系の基礎理論を構築し、次に、その理論に基づいて光学系の設計を行った。
- (2) 可変倍率X線ブラッグ光学系のための小型回折計を設計・製作した。
- (3) 可変倍率X線ブラッグ光学系で用いる各種の非対称結晶を作製した。
- (4) 放射光X線を用いて、可変倍率X線ブラッグ光学系の特性評価を行った。
- (5) 放射光X線を用いて、可変倍率X線ブラッグ光学系の吸収イメージングへの応用を行った。
- (6) 放射光X線を用いて、ラミノグラフィーの導入試験を行った。

4. 研究成果

(1) 可変倍率X線ブラッグ光学系の特性評価

放射光実験施設 Photon Factory (PF) のビームライン BL-14B で、可変倍率X線ブラッグ光学系(図1)とピクセルアレイ検出器 PILATUS 100K-S (Dectris Ltd.) から成るイメージングシステムの性能評価を行った。光学系の倍率を変えつつ空間分解能を評価した結果を図4に示す。等倍率では280 μm だった空間分解能が、倍率10では28 μm にまで改善された。これにより、従来はイメージングに向かなかったPILATUS 100K-Sをイメージング実験に活用する道が拓かれた。

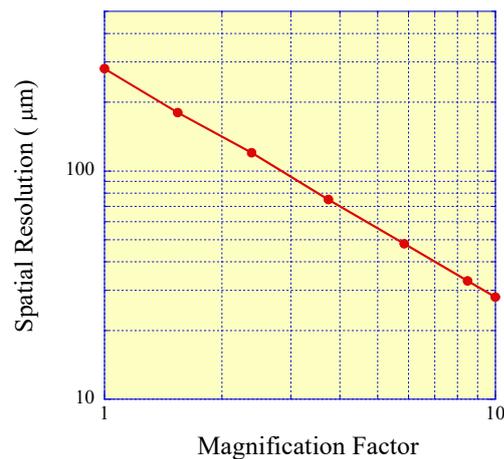


図4 空間分解能の評価結果

(2) 可変倍率X線ブラッグ光学系の吸収型イメージングへの応用

PFのビームラインBL-14Bで、可変倍率X線ブラッグ光学系(図1)の吸収型イメージングへの応用を行った。例として、ナイロンメッシュの観察結果を図5に示す。図5(a)は等倍率で観察した像、図5(b)は倍率5.9で観察した像である。倍率を上げることにより、空間分解能が格段に改善される様子が見られる。また、図5(b)ではフレネル回折(位相コントラスト)の影響でエッジの部分が強調されている様子も見られる。

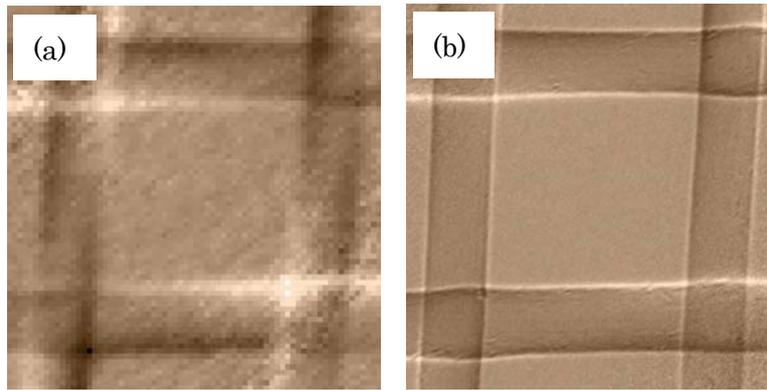


図5 ナイロンメッシュの観察結果：(a) 等倍率の場合、(b) 倍率 5.9 の場合
ナイロンメッシュの周期は約 1.1mm

(3) X線位相型イメージングへのラミノグラフィーの導入

ラミノグラフィーの基礎研究の一環として、X線位相型イメージングへのラミノグラフィーの導入を試みた。その実験配置を図6(a)に示す。試料にはプラスチックビーズを用いた。実験で得られた投影像のデータセットから断層像を計算するプログラムを作成し、そのプログラムを用いて試料の断層像を計算した。得られた位相コントラスト像を図6(b)に示す。正常に断層像が得られていることから、作成した画像再構成プログラムの正しさが証明された。

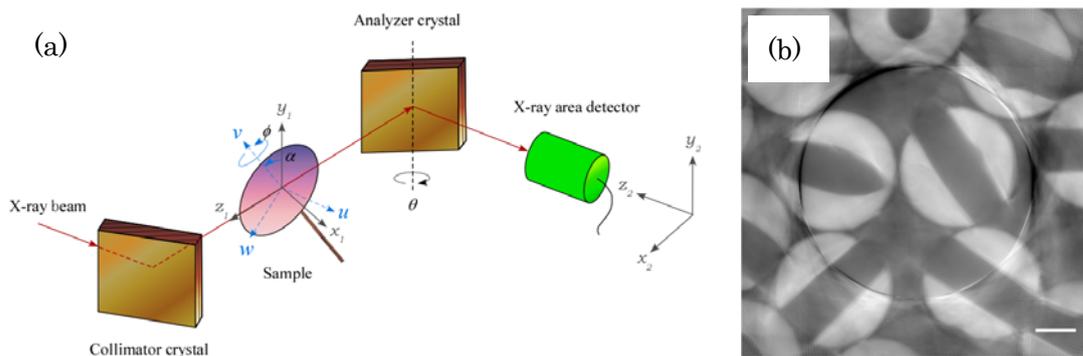


図6 X線位相型ラミノグラフィー：(a) 実験配置 (b) プラスチックビーズの断層像の位相コントラスト像。スケールバーの大きさは1mm。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計 10 件)

- ① “Observation of dislocations and their arrays in physical vapor transport-grown AlN single-crystal substrate by synchrotron X-ray topography”
Y. Yao, Y. Sugawara, Y. Ishikawa, N. Okada, K. Tadamoto, Y. Takahashi and K. Hirano
Jpn. J. Appl. Phys. **58** (2019) SCCB29.
DOI: 10.7567/1347-4065/ab0d0a
- ② “Analysis of oscillatory rocking curve by dynamical diffraction in protein crystals”
R. Suzuki, H. Koizumi, K. Hirano, T. Kumasaka, K. Kojima and M. Tachibana
PNAS **115** (2018) 3634-3639.
DOI: 10.1073/pnas.1720098115
- ③ “Observation of Threading Dislocations in Ammonothermal Gallium Nitride Single Crystal Using Synchrotron X-ray Topography”
Y. Yao, Y. Ishikawa, Y. Sugawara, Y. Takahashi and K. Hirano
Journal of Electronic Materials **47** (2018) 5007-5012.
DOI: 10.1007/s11664-018-6252-3
- ④ 「埋もれた界面の可視化 ―画像再構成を用いるX線反射率イメージング―」
桜井健次、蒋金星、平野馨一
放射光 **28** (2017) 211-217.

- <http://www.jssrr.jp/journal/pdf/30/p211.pdf>
- ⑤ “Elementary Screw and Mixed-Type Dislocations in 4H-SiC Characterized by X-Ray Topography Taken with Six Equivalent 11-28 g-Vectors and a Comparison to Etch Pit Evaluation”
Y. Yao, Y. Ishikawa, Y. Sugawara, Y. Takahashi and K. Hirano
Materials Science Forum **897** (2017) 185-188.
DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.897.185
 - ⑥ “Interface-sensitive imaging by an image reconstruction aided X-ray reflectivity technique”
J. Jiang, K. Hirano and K. Sakurai
J. Appl. Cryst. **50** (2017) 712-721.
DOI: 10.1107/S160057671700509X
 - ⑦ “Development and application of variable-magnification x-ray Bragg optics”
K. Hirano, Y. Yamashita, Y. Takahashi and H. Sugiyama
AIP Conf. Proc. **1741** (2016) 040020.
DOI: 10.1016/j.nima.2013.12.038
 - ⑧ “X-ray analyzer-based phase-contrast computed laminography”
K. Hirano, Y. Takahashi, K. Hyodo and M. Kimura
J. Synchrotron Rad. **23** (2016) 1484-1489.
DOI: 10.1107/S1600577516014831
 - ⑨ “Micro-imaging of buried layers and interfaces in ultrathin films by X-ray reflectivity”
J. Jiang, K. Hirano and K. Sakurai
J. Appl. Phys. **120** (2016) 115301.
DOI: 10.1063/1.4962311
 - ⑩ “Development of variable-magnification X-ray Bragg optics”
K. Hirano, Y. Yamashita, Y. Takahashi and H. Sugiyama
J. Synchrotron Rad. **22** (2015) 956-960.
DOI: 10.1107/S1600577515008802

[学会発表] (計 6 件)

- ① 「X-ray analyzer-based phase-contrast computed laminography III」
K. Hirano, Y. Takahashi, K. Hyodo and M. Kimura
第 4 回 TIA 光・量子計測シンポジウム (JST 東京本部、2018 年 11 月)
- ② 「X-ray analyzer-based phase-contrast computed laminography II」
K. Hirano, Y. Takahashi, K. Hyodo and M. Kimura
第 3 回 TIA 光・量子計測シンポジウム (AIST Tsukuba Center、2017 年 10 月)
- ③ 「X線位相ラミノグラフィの開発」
平野馨一、高橋由美子、兵藤一行、木村正雄
第 30 回日本放射光学会年会 (神戸芸術センター、2017 年 1 月)
- ④ 「倍率可変 X 線ブラッグ光学系の Pilatus への応用」
平野馨一、高橋由美子、杉山弘
第 29 回日本放射光学会年会 (東京大学柏の葉キャンパス、2016 年 1 月)
- ⑤ “X-ray analyzer-based phase-contrast computed laminography”
K. Hirano, Y. Takahashi, K. Hyodo and M. Kimura
@ SIP-IMASM 2016 (Tsukuba, Japan, 2016)
- ⑥ 「倍率可変 X 線ブラッグ光学系の開発」
平野馨一、高橋由美子、杉山弘
日本物理学会・2015 年秋季大会 (関西大学、2015 年 9 月)

6. 研究組織

(1) 研究分担者

研究分担者氏名：杉山 弘

ローマ字氏名：(SUGIYAMA, hiroshi)

所属研究機関名：大学共同利用機関法人高エネルギー加速器研究機構

部局名：物質構造科学研究所

職名：助教

研究者番号 (8 桁)：80222058

研究分担者氏名：高橋 由美子

ローマ字氏名：(TAKAHASHI, yumiko)

所属研究機関名：日本大学

部局名：理工学部

職名：上席研究員

研究者番号 (8 桁)：70339258

※科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属されます。