利用系グループ活動報告

# 放射光利用研究基盤センター 分光・イメージング推進室 イメージンググループ

公益財団法人高輝度光科学研究センター

放射光利用研究基盤センター 分光・イメージング推進室 上杉 健太朗

1.はじめに

イメージンググループは2018年4月の旧利用研究 促進部門の改組により発足した。2019年4月からは、 分光・イメージング推進室に設置された1つのグルー プとして活動している。このグループは3つのチーム で構成される。X線顕微鏡チーム・先端画像計測チー ム・放射光位相画像計測チームである。X線顕微鏡チ ームと先端画像計測チームにより通常の業務を行っ ている。放射光位相画像計測チームは東北大学の百生 教授が代表者である、ERATO 百生量子ビーム位相イ メージングプロジェクトの受け皿として機能しており、 プロジェクト最終年度の2019年度で終了予定である。

本グループとして中心に据えているのは、放射光X 線画像計測法の性能向上とユーザーへの利用展開で ある。グループメンバーはビームラインの特性を最大 限に生かした装置開発から、ユーザー利用における企 画からサポートまでを担う。グループには JASRI と しての業務を担う2つのチームがあるものの、明確な 棲み分けはなされておらず、メンバーそれぞれの専門 性を持ちつつもお互いの技術や経験を共有する関係 にある。これにより、突発的なトラブルにもある程度 の自由度を持って対応可能な体制を維持している。

## 2. 活動概要

本グループが主体的に関わるビームラインは、 BL20XU、BL20B2、BL28B2、BL47XUの4本であ る。BL20XUとBL20B2は全長210m以上の中尺ビ ームラインである。BL28B2とBL47XUは蓄積リング 棟内に収まるビームラインであり、この2つに関して は他のグループと共同運用している。図1に各ビーム ラインの棲み分け状況、つまりどのようにビームライ ンを使い分けているかを示した。横軸は空間分解能を、 縦軸は使用可能なエネルギー領域を示している。カラ ースケールは1ショットあたりに要する代表的な露光 時間を示している。視野は空間分解能の約1,000倍が 一般的である。点線の囲みは代表的な計測手法を表し ており、投影型(図中では Projection-type)・結像型 (図中では Imaging-type)・回折格子干渉計を利用し



た位相計測法<sup>III</sup> (図中では Grating interferometer、本 稿では単に位相計測とする)の3つが示されている。

投影型は 4 つすべてのビームラインで実施される 最も基本的かつ応用範囲の広い手法で、疑似平行光を 利用した単純投影による吸収コントラスト像もしく は試料と検出器の距離を調節することで、屈折コント ラスト像を得る計測手法である。これは空間分解能で 100 ミクロン程度から1ミクロン程度まで、エネルギ ー範囲で7 keV から 200 keV 程度までをカバーして いる。結像型は BL20XU と BL47XU で実施されてお り、X線画像において1ミクロンよりも高い空間分解 能を達成するための計測方法である。このためにX線 顕微鏡光学系を利用するが、照明・対物および状況に 応じて位相計測用の光学素子を必要とする。標準的に は、電子線リソグラフィーなどの微細加工技術により 製作されたフレネルゾーンプレート (FZP) を光学素 子として利用する。図1で結像型の対応するエネルギ ーが連続的でないのは、運用の問題とこれらの光学素 子の制限による。位相計測は主に BL20B2 で実施され ている。試料と検出器の間の適切な位置に2つの透過 型回折格子を配置することで、試料での位相シフト量 の積算値を定量的に求めることができる。

各装置の光源を除いた構成要素は、分光器(あるい は金属フィルター)<sup>2.3</sup>・精密ステージ・X線光学素子・ X線画像検出器である。次に主な要素技術について説 明する。

X 線画像検出器はレンズカップルもしくはファイ バーカップルを利用した可視光変換型層を基本として いる。図2にレンズカップル式の模式図を示す。検出 器は、蛍光面・ミラー・レンズ・撮像素子により構成 されている。途中に配置されるミラーにより、レンズ や撮像素子に X 線が直接照射されることを防いでい

Cross slit

る。蛍光面は密度・形状・発光波長により特性が異な り、使用エネルギーや必要とする空間分解能あるいは 時間分解能により最適なものを使い分けている。レン ズはタンデムレンズ系を構成しており各レンズの焦 点距離の比により拡大率を変化させることができる。 これは可視光顕微鏡の無限遠補正光学系も同様であ る。撮像素子に関してはここ数年は浜松ホトニクス ORCA Flash 4.0 や pco edge に代表されるような高 ダイナミックレンジ・高フレームレートという特性を 持つ Scientific CMOS (sCMOS) が主に使用されてい る。この撮像素子を交換するだけで高精細型あるいは 超高速型検出器に変更可能となる。以上のように、レ ンズカップル式は非常に自由度が高く、X線イメージ ングにおける有用性は高いと言える。本グループでは、 これらの検出器を評価し、実験ごとに変化する最適な 条件にあわせた検出器開発を行っている<sup>5.6</sup>。特に最近 では 30 keV 以上の高エネルギーX 線の利用や高精細 画像の取得がトレンドとなっており、正確な評価とテ ンポの速い開発が求められている。

結像型システムの根幹である X 線顕微鏡光学系は 高い空間分解能のX線画像を得るための手法で、本グ ループのメンバーのほとんどが JASRI 着任後に多か れ少なかれ関わっている。図3に現行のX線顕微鏡光 学系の模式図を示す。Zernike 位相板もしくは回折格 子干渉計を配置した位相計測も実施されているが、こ



こでは省略している。2000年ごろの開発当初は、分 光器からの X 線をそのまま試料に照射する準平行照 明であったが、画質改善と撮影時間の短縮を目的と して、コンデンサーゾーンプレート (CZP) を導入し た<sup>18</sup>。さらに画質を上げるために CZP を回転させると いう技術開発を行った<sup>19</sup>。これと並行して高分解能型 や高効率型 FZP の開発も進められた。特筆すべきは Apodization 型 FZP の開発であろう<sup>[10]</sup>。これは電子線 リソグラフィーによる FZP の製造工程の弱点を利用 した構造をしており、メーカーとしては半信半疑の製 作だったようである。結果としては、開発目的である X 線画像の高画質化がなされ、さらに FZP の利用可 能エネルギー領域を拡大する道筋もつけられた<sup>111</sup>。た だし、X線エネルギーが上がると焦点距離が長くなる ため、現時点では 20 keV 以上の高エネルギー領域の 計測は中尺 BL の BL20XU でのみ実施されている。

次にいくつかの計測技術について現状報告を行う。 参考文献[9]にも挙げたが、結像型と投影型をあわせた マルチスケール CT 計測の装置開発が BL20XU と BL47XU で進められている。開発当初、大きな試料中 の一部の領域の X線 CT 像を得るには、不完全再構成 や照射 X 線エネルギーの最適値の問題などがあった が、結像型における位相計測の利用である程度回避で きることが明らかとなった。さらに、この入れ替えに は X 線顕微鏡光学系一式の動作が必要となる。計測時 の安定性と位置の再現性が達成可能な構成を見出し、 結像型と投影型は約 2 分で自動入れ替えが可能とな った。これを利用した研究も成果を上げつつある<sup>1121</sup>。

X線画像から分かるのは、物体によるX線の吸収も しくは位相シフト量(換算して屈折率あるいは密度と することも可能)である。X線画像は高精細な空間的 情報を持つが、物質科学的には物体の鉱物相やその方 位(X線回折)、あるいは元素の情報(蛍光X線)な どが同時に取得できるとさらに利用価値が高まる。特 に材料の変形破壊、あるいは凝固時の相転移現象はX 線その場観察でないと分からないことが多く、実際マ ルチモーダル計測を目的とした装置開発が進められ ている<sup>[1315]</sup>。そのような装置では、X線画像用の検出 器の他に、回折像取得用の大面積検出器や蛍光X線分 析用の SDD が試料を取り囲むように設置され、非常 に混雑した構成になっている。

#### 3. 今後の課題など

X線イメージングは生体組織や動物の in-vivo 計測、 金属材料・高分子材料・岩石鉱物・歴史遺産、さらに は電池やデバイスの operando 計測など適用分野が広 い。それ故に図 1 に示したような広い範囲にわたる利 用がなされ、時間・空間分解能に対する要求性能は高 まるばかりである。この図に表されない性能としては、 超高精細画像の取得や濃度コントラスト性能の向上 も重要な取り組みである。またその際既存の画像処理 技術だけでは対処できない問題も生じる可能性があ る。その場合は外部専門家のサポートを得ながら取り 組むことが必要になろう。

本グループとしては、これらの要求に応えるだけで なく、実験室光源はもちろん他の放射光施設では取得 できないような画像情報を得るため、SPring-8の光源 性能を生かした技術開発を進めていく。

#### 参考文献

- [1] A. Momose et al.: Jpn. J. Appl. Phys. 42 (2003) L866.
- [2] M. Yabashi et al.: Proceedings of SPIE **3773** (1999) 2.
- [3] M. Hoshino et al.: AIP Advances 7 (2017) 105122.
- [4] K. Uesugi et al.: J. Synchrotron Rad. 18 (2011) 217.
- [5] M. Hoshino et al.: J. Synchrotron Rad. (2020) accepted.
- [6] K. Uesugi et al.: Journal of Physics: Conf. Series 849 (2017) 012051.
- [7] A. Takeuchi et al.: Rev. Sci. Instrum. 73 (2002) 4246.
- [8] A. Takeuchi et al.: J. Phys. Conf. Series 186 (2009) 012020.
- [9] Y. Suzuki et al.: AIP Conf. Proc. 1365 (2011) 160-163.
- [10] A. Takeuchi et al.: Journal of Physics: Conf. Series 849 (2017) 012055.
- [11] A. Takeuchi et al.: Microsc. Microanal. 24 (2018) 108-109.
- [12] G. Ohkuma et al.: Scientific Reports 9 (2019) 11595.
- [13] H. Su et al.: Acta Materialia 159 (2018) 332.
- [14] H. Yasuda et al.: Nat. Commun. 10 (2019) 3183.
- [15] J. M. Dake et al.: PNAS 113 (2016) E5998.

### <u>上杉 健太朗 UESUGI Kentaro</u>

(公財)高輝度光科学研究センター

放射光利用研究基盤センター 分光・イメージング推進室 〒679-5198 兵庫県佐用郡佐用町光都 1-1-1 TEL:0791-58-0833

e-mail : ueken@spring8.or.jp