

Title	埋め込み型X線ターゲットを用いたTalbot-Lau干渉計 によるX線位相イメージングに関する研究
Author(s)	森本, 直樹
Citation	大阪大学, 2016, 博士論文
Version Type	VoR
URL	https://doi.org/10.18910/56006
rights	
Note	

Osaka University Knowledge Archive : OUKA

https://ir.library.osaka-u.ac.jp/

Osaka University

博士学位論文

埋め込み型 X 線ターゲットを用いた Talbot–Lau 干渉計による X 線位相イメージングに関する研究

森本 直樹

2016年1月

大阪大学大学院工学研究科 生命先端工学専攻

目次

<u>第1章</u>	序論		5
1.1	X 線	位相イメージング	5
	1.1.1	位相シフトの相互作用	6
	1.1.2	従来の X 線位相イメージング手法	7
	1.1.3	X 線位相イメージングの課題	9
1.2	X 線	Talbot–Lau 干渉計	·· 10
	1.2.1	Talbot 効果と Lau 効果	·· 10
	1.2.2	暗視野像	·· 12
	1.2.3	応用例	·· 13
	1.2.4	実用化における課題	·· 16
1.3	埋め	込み X 線ターゲット	·· 19
1.4	本研	究の目的	·· 22
参考	5文献・		·· 23

<u>第2章</u>	Talbot-Lau 干渉計の原理と光学設計	27
2.1	緒言	
2.2	Talbot–Lau 干渉計の原理	
	2.2.1 Talbot 効果による自己像の形成	
	2.2.1.1 Fresnel 回折と Talbot 効果	
	2.2.1.2 分数 Talbot 効果	29
	2.2.1.3 球面波による Talbot 効果	
	2.2.2 Lau 効果による自己像の重ね合わせ	32
	2.2.3 自己像の変形	33
	2.2.4 自己像と吸収格子の重ね合わせ(モアレ)	34
	2.2.5 画像解析	
	2.2.5.1 稿走査法	
	2.2.5.2 フーリエ変換法	39
2.3	Talbot–Lau 干渉計の光学設計	41
2.4	結言	44
参考	考文献	45

<u>第3章 波動場計算シミュレーション 47</u>

3.1 緒言
3.2 平面波シミュレーション
3.3 球面波シミュレーション
3.4 空間コヒーレンスを考慮したシミュレーション
3.4.1 コヒーレンス係数を用いた計算51
3.4.2 畳み込み積分を用いた計算······53
3.5 時間コヒーレンスを考慮したシミュレーション
3.6 結言
参考文献

<u> 第4章</u>	埋め	込み X 線ターゲットと位相格子の作製	57
4.1	緒言		57
4.2	埋め	込み X 線ターゲットの作製	57
	4.2.1	多結晶ダイヤモンド基板	57
	4.2.2	作製プロセス	
4.3	位相构	格子の作製	
	4.3.1	作製基板	
	4.3.2	作製プロセス	64
4.4	結言		66
参	考文献·		

<u>第5章</u>	埋め込み X 線ターゲットを用いた小型 Talbot–Lau 干渉計	69
5.1	緒言	69
5.2	光学設計	
5.3	Mo ターゲットを用いた位相イメージング	
	5.3.1 ターゲットの作製	
	5.3.2 位相イメージング	
5.4	Cu ターゲットを用いた位相イメージング	
	5.4.1 ターゲットの作製	
	5.4.2 位相イメージング	
5.5	結言	
参考	;文献	

<u>第6章</u>	微細ラインターゲットを用いた自己像直接検出型 Talbot–Lau 干渉計	81
6.1	緒言	81

6.2	光学設計	83
6.3	自己像直接検出による位相イメージング(Cu)	84
	6.3.1 微細ラインターゲットの作製	84
	6.3.2 位相イメージング	84
6.4	自己像直接検出による位相イメージング(Mo)	88
	6.4.1 微細ラインターゲットの作製	88
	6.4.2 位相イメージング	89
6.5	結言	92
参考	文献	95

<u> </u>	57章 2	<u>第</u>
	7.1	
	7.2	
	7.3	
	7.4 (
	7.5 2	
	7.6	
	参考了	

<u>第8章</u>	2 次元	元干渉計における位相格子の最適形状の検討	111
8.1	緒言・		111
8.2	2 次元	元位相格子の種類と光学設計	112
8.3	ビジヒ	ビリティ低下因子が及ぼす影響の評価	115
	8.3.1	空間コヒーレンス・・・・・	115
	8.3.2	時間コヒーレンス	116
	8.3.3	位相格子の形状誤差・・・・・	118
	8.	.3.3.1 開口比	118
	8.	.3.3.2 丸み	120
	8.	.3.3.3 高さ	122
	8.	.3.3.4 側面粗さ	124
8.4	実験約	結果と考察	127
	8.4.1	マルチドットターゲットの作製(PS 型, FCS 型)	127
	8.4.2	位相格子の作製(π/2·π-C, π-CB, π/2-CB, π-M, π/2-M型)	127
	8.4.3	自己像の直接検出・・・・・	128
	8.4.4	画像解析	130
	8.4.5	FCS 型ターゲットの適用	132

8.5	結言	•••••	 	 •••••	•••••	 •••••	•••••	•••••	133
参考	文献	• • • • • • •	 	 •••••	•••••	 •••••	• • • • • • • • • • • • •		136

第9章 総括

付録: X 線発生装置の概要 ······	143
謝辞	147
研究業績	149

第1章 序論

X線位相イメージングは従来のX線透視撮影よりも高感度な撮影が可能であるため、医療や産業などの様々な分野でその発展が期待されている。中でもX線Talbot-Lau干渉計は 実験室系のX線源を用いて位相イメージングが可能であるため注目を集めている。本章で は研究背景としてX線位相イメージングやTalbot-Lau干渉計について説明し、それらの実 用化における課題について記述する。その後、本研究の主要技術である埋め込みX線ター ゲットについて説明し、最後に本研究の目的について述べる。

1.1 X線位相イメージング

1895年にX線がレントゲンによって発見されて以来、X線透視撮影は医療やセキュリティー、非破壊検査など様々な分野で応用されてきた。直進性が高いというX線の性質が功を奏して、コンピューター断層撮影法(Computed Tomography: CT)[1]がコンピューターの発達とともに発展し、切らずに断面を観察する方法、さらには物質の三次元構造を観察する方法として、今日ではその地位を確固たるものとしている。

通常のX線透視撮影ではX線を物体に照射したときの強度変化を検出し、X線の吸収率 の差をコントラストとして画像化している。例えばレントゲン検査のように人体を被写体 としてX線撮影を行うと、検出器では骨が明瞭に映し出された画像が得られる。これは骨 組織が筋肉や皮膚に対して比較的X線を吸収するためである。

しかし X 線透視撮影には欠点がある。X 線の質量吸収係数は物質の原子番号の3 乗に比 例するため、軽元素で構成される物質は X 線の吸収が極端に小さい。そのため生体軟組織 や高分子材料などは X 線に対して比較的透明で、透視画像において十分なコントラストが 得られないという問題がある。例えば医療現場では、がんの診断において腫瘍の状態(良 性・悪性)を X 線撮影で判断しなければならない場合がある。しかし正常な組織と病変を 含む組織の透過率の差が X 線透過像に影を生成するのに至らず、これらを識別できないの が実情である。この問題を解決する一策として重元素による造影・染色といった手段があ るが、すべての場合において適用できるわけではなく、X 線透視撮影の原理的欠点として長 く甘受されてきた。

近年、この問題を解決しうる手法として、X線の位相を利用したイメージング技術が注目 を集めている。X線は物体を通過する際、物質との相互作用により振幅の減衰及び位相シフ トを生ずる。振幅の減衰から物体の像を得る手法はX線吸収イメージングと呼ばれ、従来 から医療診断や非破壊検査に利用されてきた。これに対しX線の位相シフトを検出し、そ れをコントラスト形成に利用したものをX線位相イメージングと呼ぶ。軽元素物質の場合、 位相シフトの相互作用は吸収よりもはるかに大きいことが知られている[2]。そのため X 線位 相イメージングでは弱吸収物質に対しても高感度な撮影が可能であり、実用的な応用が期待 されている。

1.1.1 位相シフトの相互作用

本節では X 線の相互作用について説明し、吸収と位相シフトの違いについて解説する。 X 線に対する物質の複素屈折率 n は位置(x, y, z)の関数として一般に

で表される。屈折率の虚部 β は振幅の減衰に寄与し、実部 $1-\delta$ はX線の位相シフトに寄与する。X線がz方向に伝播している場合、位相シフト $\phi(x, y)$ は

$$\Phi(x, y) = \frac{2\pi}{\lambda} \int \delta(x, y, z) dz$$
 (1.2)

で表される。*λ*は X 線の波長である。一方、X 線の吸光度(光学密度) *A*(*x*, *y*)は一般に

と表せる。T(x, y)は X 線の強度透過率、 $\mu(x, y, z)$ は線吸収係数である。 $\mu \ge \beta$ の間には一般 に以下のような関係がある。

また原子レベルでの X 線と物質の相互作用を考えるとδとμは次のように書ける。

 r_e は古典電子半径、 N_k は単位体積あたりの原子数、 Z_k は1原子あたりの電子数、 f_k 'は原子散 乱因子の異常分散項の実部であり、kは元素の種類を表す添字である。 p_k は原子1個当たり の位相シフトの相互作用断面積に相当する値であり、 $p_k=r_e\lambda(Z_k+f_k)$ の関係がある。これに対 し μ^a_k は原子の吸収係数、つまりX線吸収の相互作用断面積である。式(1.5)と式(1.6)を、そ れぞれ式(1.2)と式(1.3)に代入すると、 $\Phi(x, y)$ やA(x, y)は

$$\boldsymbol{\Phi}(x,y) = \int \sum_{k} N_{k} p_{k} dz \quad \dots \qquad (1.7)$$

$$A(x, y) = \int \sum_{k} N_{k} \mu_{k}^{a} dz \quad \dots \qquad (1.8)$$

と記述できる。このように $\mathcal{O}(x, y)$ とA(x, y)の違いは $\mu^{a_k} \ge p_k$ の違いに帰着されており、これ らは原子中の電子密度分布に依存して変化する。図 1.1 は報告されているデータ[3]を基に 17.5 keV、30 keV、50 keV の X 線に対する $\mu^{a}_{k} \ge p_{k}$ の値をプロットしたグラフである。軽元 素領域において p_{k} は μ^{a}_{k} の約 1000 倍以上大きいことがわかる。これは位相コントラスト法 を用いることによって従来法に比べて極めて高い感度が得られることを示唆している。ま た式(1.5)からもわかるように、 Z_{k} に比べて f_{k} が十分に小さいと近似できる場合、 δ は物質の 電子密度 $\sum_{k} N_{k} Z_{k}$ に比例する。軽元素で構成される物質について、電子密度は質量密度に比

例するため、位相像は物質の密度分布を表していると解釈できる。過去の報告では1mg/cm³ オーダーの密度感度を実現した例もある[4]。



図 1.1 吸収 (μ_k^a) と位相シフト (p_k) の相互作用断面積

1.1.2 従来の X 線位相イメージング手法

X 線位相イメージングでは検出器で直接計測できない位相シフトを検出するために光学 系が工夫されている。硬 X 線領域での X 線位相イメージングの手法はいくつか報告されて おり、本節ではその代表的な手法について紹介する。

■ X線の干渉を利用する方法

結晶を利用した X 線干渉計の例として、図 1.2(a)に Bonse-Hart 型干渉計[5]の概略図を示 す。3 枚の結晶板はそれぞれが等間隔で平行になるように単結晶塊から切り出されており、 入射した X 線は1 枚目の結晶板において 2 つの光線に分割される。2 つ目の結晶板でも同様 に分割され、それぞれの内側に進む 2 つの光線が 3 枚目の結晶板上で干渉を引き起こす。 これらの 2 つの光線のうち片方の光路に試料を挿入すると、試料内部での位相シフトによ り干渉パターンが変化するため、その干渉パターンを解析することで位相シフト量を計測 することができる。結晶を利用した X 線干渉計は位相イメージングの中で最も感度が高い 方法である。近年ではこれを用いた X 線位相 CT も実現しており、これまでいくつかの観 察結果が報告されている[5-8]。

■ X線の屈折をブラッグ回折で検出する方法

この手法ではアナライザ結晶によるブラック回折を利用する。図 1.2(b)に光学系の概略図 を示す。試料に X 線を入射したとき、X 線の位相シフトによって図のように波面が変形す るが、このとき波は波面に垂直な方向に進むため、X 線は屈折することになる。ただしその 角度は通常 0.001°よりも小さいため、通常はその効果に気づくことはないが、この手法では 透過した X 線を下流のアナライザ結晶で、ブラック回折させその回折強度分布を測定する。 単結晶を利用した場合、ブラック回折は非常に狭い角度幅で生じるため、アナライザ結晶 の配置角度を変化させながら検出器で複数の画像を取得すれば、その回折強度変化から X 線の屈折角度分布を算出することができる。この原理のイメージングも位相コントラスト 法として多数の報告例がある[9-11]。



図 1.2 X 線位相イメージングの代表例: (a)X 線の干渉を利用する方法 (b)アナライザ結晶によるブラッグ回折を利用する方法 (c)X 線の伝播を 利用する方法

■ X線の伝播を利用する方法

X線の透視画像を撮影する際、半影による像の劣化を防ぐために、通常は試料と検出器の 間の距離をできるだけ近づける。しかし波面の揃った X線が試料に入射した場合、その距 離を適当に離すことで、図 1.2(c)のようなフレネル回折による輪郭強調コントラストが観察 される[12–14]。フレネル回折は物質の表面や内部構造の境界などの屈折率の変化が激しい ところで顕著に発生する。この手法は上記の 2 つと比較して光学系が非常に簡便であり、 準単色・球面波の X線を用いてイメージングが可能であるという利点がある。さらに本手 法による位相計測は空間分解能に優れており、位相回復アルゴリズムを用いて高分解能位 相 CT も報告されている[14]。

1.1.3 X線位相イメージングの課題

1990 年代初頭から X 線位相イメージングは上記の手法を用いて盛んに研究が行われ、 数々の報告でその有用性が実証されてきた。そのため医療や産業での実用化が期待されて きたが、現在に至るまでいずれの手法も実用化には発展していない。これは入射 X 線に高 い空間コヒーレンスが要求されるためである。空間コヒーレンスとは、空間的に広がりの ある波に対して異なる場所での波の相関を議論する概念である。空間的なコヒーレンスの 度合い表す指標としては空間コヒーレンス長が一般的によく用いられる。空間コヒーレン ス長く、は入射 X 線の波長え、光源から観測点までの距離 R、光源の大きさwを用いて

$$\xi_s = \lambda \frac{R}{w} \quad \dots \qquad (1.9)$$

と表される。式(1.9)からもわかるように光源サイズが小さい程、空間コヒーレンス長が長く なり波の相関(位相関係)が保証されることになる。また光源が観測点から遠くに離れて いる場合も、同様の効果が得られる。ただしこの場合、X線は球面波から平面波に近い形に なる。

X線の干渉を利用する手法やX線の屈折をアナライザ結晶で検出する手法は、どちらも 結晶によるブラック回折を利用しており、入射X線には極めて高い平行性、すなわち高い 空間コヒーレンスが要求される。必要とされる空間コヒーレンス長はおおよそ ζ_s>10⁻⁶ m程 度である[15]。そのためこれらの実験は十分な輝度と空間コヒーレンスを確保できるシンク ロトロン放射光を利用して実施される。一方、伝播によるフレネル回折を利用した手法の 場合、試料の異なる位置を通ったX線が干渉しなければならないため、ブラック回折を利 用した場合と同じく ζ_s>10⁻⁶ m程度の空間コヒーレンス長が必要となる[15]。しかしながら 上記の2手法とは異なり球面波でもイメージングが可能であるため、微小X線光源として 市販されているマイクロフォーカスX線源を適用できる。しかしマイクロフォーカスX線 源は電子ビームをミクロンサイズの照射領域に集中させるため最大投入電力が小さく、イ メージングに十分なX線強度を確保できない。またX線の回折効果を得るために試料と検 出器間の距離を一定以上確保する必要もあるため、検出面では十分な X 線強度を得ること ができず結果的に長い露出時間が必要になっている[13,14]。

1.2 X線 Talbot-Lau 干涉計

前節で解説したように、X 線位相イメージングでは高い空間コヒーレンスを有する X 線 が要求されるため、シンクロトロン放射光もしくはマイクロフォーカス X 線源が必須であ り、実用的な応用が困難であるとされてきた。これに対し X 線 Talbot-Lau 干渉計はこの問 題を解決する手法として 2006 年に提案され、現在、大きな注目を集めている[15]。Talbot-Lau 干渉計は 3 枚の回折格子を使用したイメージング法であり(図 1.3)、回折格子による X 線 の干渉を利用している。回折格子はそれぞれ光源格子 (G₀)、位相格子 (G₁)、 吸収格子 (G₂) と呼ばれ、それぞれ役割が異なる。以下で Talbot-Lau 干渉計の原理について説明する。



図 1.3 X 線 Talbot-Lau 干渉計

1.2.1 Talbot 効果と Lau 効果

図 1.4 のように波面の揃った X 線、すなわち高い空間コヒーレンスを有する X 線が位相 格子に入射した場合、回折によって位相格子の下流では X 線の干渉が起き、位相格子から ある特定距離だけ離れた位置に格子状の強度分布(自己像)を形成する。この現象は Talbot 効果と呼ばれている[16]。自己像が生じる位置に吸収格子を配置すると、下流の検出器では 自己像と吸収格子の重ね合わせによるモアレ縞が観測される。位相格子直前に試料を配置 した場合、試料による X 線の吸収や位相シフト、小角散乱によって自己像が変形し、それ に対応してモアレ縞が変化する。そのため試料挿入前後で像を取得し、画像解析によりモ アレ縞の変化を検出することで、3 種類の画像(吸収像、位相微分像、暗視野像)を取得で きる。吸収像は従来から利用されてきた、X 線の吸収率を画像化したものである。位相微分 像は試料での X 線の屈折角をマッピングしたものであり、位相シフト量の微分値に等しい ため、このように呼ばれる。暗視野像は試料での X 線の小角散乱を表している。暗視野像の詳細については 1.2.2 節で解説する。



図 1.4 Talbot 効果を用いた位相イメージング

図 1.4 のように、2 枚の回折格子(位相格子と吸収格子)を用いてイメージングを行う手法は、一般に Talbot 干渉計と呼ばれる。Talbot 干渉計は X 線の伝播を利用する手法と同様、 光源に準単色のコーンビームを使用できる。しかしながら自己像を形成するためには位相 格子の隣り合うスリットから出る X 線の干渉が必要なため、他のイメージング法と同様、 入射 X 線に高い空間コヒーレンスが要求される。そのため Talbot 干渉計は一般にシンクロ トロン放射光[17,18]もしくはマイクロフォーカス X 線源[19]を利用して実施されてきた。

これに対し Talbot-Lau 干渉計では光源にミリオーダーの光源サイズを持つ X 線源を使用 することができる。光源の直後に光源格子を配置することで多数の仮想的なライン状の X 線源を形成している。図 1.5 のように複数のライン光源からの X 線が位相格子に入射した場 合を考える。各光源から発生する X 線は互いに干渉せず、それぞれが位相格子の下流に自 己像を形成する。光源をランダムに配置した場合、自己像はずれて重なるため、平均化さ れて見えなくなる (図 1.5(a))。一方、光源格子の周期を適切に設計することで各光源が形 成する自己像をすべて重ね合わせることができる (図 1.5(b))。これを Lau 効果という[20]。 この場合、検出面での X 線強度は光源の数に比例するため、マイクロフォーカス X 線源な どの微小光源と比較して大きな強度改善が見込まれる。空間分解能は光源の大きさに依存 して妥協しなければならないが、露出時間の大幅な短縮が可能である。

このように Talbot-Lau 干渉計は実験室系の X 線源を使用して現実的な露出時間での撮影 が可能であり実用性に優れた手法である。光学系や位相計測の仕組みは、元々可視光の領 域で考案されたものであったが、2006 年に X 線領域で実施されて以来、数々の研究成果が 報告され、現在では医療や非破壊検査の分野において実用化を視野に入れた開発が進めら れている。



図 1.5 ランダムに配列したライン光源(a) 及び特定周期 *p*₀ に配列したライン光源(b) が形成する自己像の強度分布

1.2.2 暗視野像

2008 年に Pfeiffer 等によって Talbot(-Lau) 干渉計で吸収像や位相微分像だけでなく第3の コントラスト(暗視野像)が取得できることが示された[21]。

X線暗視野イメージングはX線の小角散乱を検出して画像化する技術であり、X線位相 イメージングと同様、1990年代から盛んに研究されてきた分野である。これまで数多くの 報告によってその有用性が示されてきたが[22-26]、光源を小さくする、もしくは光源を遠 くに離す必要があるためX線強度が不足し、高い輝度を有する放射光施設下での撮影に限 定されてきた。

Talbot(-Lau)干渉計では試料を挿入するとモアレ縞の鮮明度(ビジビリティ)が低下する ため、この低下の度合いを画像化することで暗視野像が取得できる。鮮明度の低下は被写 体によるX線の極小角散乱が起因していると考えられており、吸収像や位相微分像では描 出できない微小な構造を可視化できる。最近の研究によって、光学系の空間分解能より少 し小さい散乱体(多孔質構造や繊維構造など)がモアレ縞の鮮明度低下に最も寄与してい ることがわかっている[27]。暗視野像では個々の散乱体が解像されるのではなく、その分布 が可視化される。図 1.6 は鶏の手羽を Talbot-Lau 干渉計で撮影した例である[21]。吸収像や 位相微分像と比較して、暗視野像では骨の部分(特に関節部)が強調された像が得られて いる。これは骨の海綿質(多孔質)の構造に由来するものであり、その構造を多く含む部 分で X 線がより多く散乱されていることを示している。このように暗視野像は、吸収像や 位相微分像とは異なる独特なコントラストを示すため、重要な研究対象となっている [28-33]。



図 1.6 鶏の手羽の撮影結果: (a)吸収像 (b)位相微分像 (c)暗視野像[21]

1.2.3 応用例

Talbot-Lau 干渉計は医療や産業など幅広い分野でその応用が期待されている。本節ではその応用例をいくつか紹介する。

■ 乳がんの検査

近年、生活習慣の欧米化により日本人の乳がん疾病率は上昇しており、現在では年間約3 万5000人が乳がんと診断され、死亡者は年間1万人を超える。特に女性に発症する場合が 多く、日本人女性の12人に1人が生涯に1度は乳がんを患うと言われている。政府や各自 治体は2年に1回のマンモグラフィ(乳房X線撮影)によって、乳がん発見率を高める取 り組みを行っているが、死亡率はここ数年で増加の一途を辿っており、問題の解決が急が れている。

乳がんを発症した場合、乳房にはしこりが形成される場合が多いため自己検診によって 見つけることができる。しかし自覚症状があってから受診した場合、発見される乳ガンの 多くは直径1cmを超え、この大きさだと手術した場合の切除部分が大きくなって乳房の形 状を損なう可能性が高い。乳がんは早期診断・治療を行えば治癒する可能性が高く、識別 能の高い検診技術が求められている。

乳がんの早期発見において重要になるのは微小石灰化の検出である。微小石灰化は乳房 内に生じるカルシウムの沈着物であり、その大きさや形状、分布から良性と悪性を識別す ることができる。マンモグラフィで判別できる石灰化の大きさは 100 μm 程度であり、超音 波検査や MRI よりも解像度が高いため、乳がんの早期診断に欠かせない技術である。しか し日本の乳がん患者は欧米よりも比較的若い検診対象が多いため、乳腺が数多く写る画像 の中から病巣を発見しなければならない。そのため石灰化の大きさや形状を正確に見積も るのは難しく、また石灰化が乳腺の中にあるか、もしくは小葉の中にあるかなどの判別は 非常に高度であり、訓練を受けた医師でなければ正しく診断することはできない。また石 灰化を伴わない悪性腫瘍もあり、この場合、吸収ではコントラストが付きにくく、良性と 悪性の判別は困難である。

図 1.7 は乳がん患者の乳房を切除し、それを Talbot-Lau 干渉計で撮影した結果である[34]。 悪性度が著しい部位が多いが、病理像の赤丸で囲った部分は浸潤性乳管がんと呼ばれるも のであり、比較的早期の腫瘍であると考えられる。吸収像ではこれを確認することができ ないが、暗視野像では黄色の矢印で示す位置に腫瘍が明瞭に検出できており、この結果は 乳がんの早期診断の可能性を示唆するものである。このように乳がんに対する有用性を示 す報告は多数あり[34-38]、実用化が大きく期待されている。またその他がん検査に対して も有用であると考えられており、同様に研究開発が行われている[39,40]



図 1.7 切除後の乳がん標本の撮影結果: (a)光学切片写真(病理像) (b)吸収像 (c)暗視野像[34]

■ 関節リウマチの診断

近年、日本では高齢化が進み、これとともに関節リウマチ疾患の患者数が増大している。 日本での患者数は70~80万人を越えるといわれている。関節リウマチは関節の痛みから関 節の変形へと進行する自己免疫疾患であり、関節軟骨が薄くなるもしくは消失することに よって強い痛みを生じる。病状が悪化すると関節の骨部分が破壊され、関節の脱臼や変形 などが生じる。さらに関節破壊が進むと家事や仕事に支障が出始め、最終的には介助が必 要になるなど日常生活に大きな機能障害が発生する。近年では治療薬の開発が進み、適切 な治療を行えば関節破壊の進行を抑えることも可能になったが、関節リウマチは発症早期 から骨破壊が急進するため、早期の診断および治療が非常に重要である。

疾病の初期段階では軟骨が薄層化するため、これを画像診断で検出できれば早期発見に つながるが、X線撮影では軽元素で構成される軟骨の観察は難しい。また感度に優れる MRI を用いれば軟骨の撮影が可能であるが、装置の価格が高いために撮影コストが高く、また 撮影時間も長いため患者への負担も大きい。

図 1.8 は Talbot-Lau 干渉計で指の関節を撮影した例である[41]。吸収像や暗視野像で見え ない軟骨を位相微分像では鮮明に観察することができる。実際の診断では軟骨表面の滑ら かさや軟骨の厚さを画像診断することで疾患の早期診断が期待できる。



図 1.8 人間の手の撮影結果: (a)吸収像 (b)位相微分像 (c)暗視野像 (d)位相微分像(b)の黒枠部の拡大図[41]

■ 電子デバイスの非破壊検査

製品の品質管理を行う上で非破壊検査を行うことは非常に重要なプロセスである。一般 には X 線を利用した非破壊検査(X 線吸収イメージング)が主流であり、工場の生産ライ ンなどで広く利用されている。最近では X 線源や検出器の性能向上によって 1 µm 以下の空 間分解能で撮影することも可能になり、微細化が進む電子デバイス(電子部品や回路基板) の検査にも利用されている。しかし電子デバイスを X 線で撮影した場合、配線や電極は金 属であるため X 線の吸収が大きく明瞭なコントラストを形成するが、半導体を密封して保 持する封止材はエポキシ樹脂などの軽元素材料が使用されるため X 線の吸収コントラスト でその存在を確認することが難しい。一部では超音波を利用した検査が実施されており、 樹脂中のボイドや剥離を検出できることが知られているが、この場合検査対象を水中に浸 す必要があるため、水分によってデバイス性能を劣化させる可能性がある。

図 1.9 は Talbot-Lau 干渉計で IC パッケージを撮影した例である[42]。吸収像では配線や 電極が鮮明に写し出されているが、封止材およびその内部構造は視認することができない。

第1章 序論

一方、位相微分像では封止材中のボイドを多数確認できる。封止材は半導体素子や電極、 配線を保護する役割があるが、ボイドがあるとその中に含まれる水分によって回路が短絡 する可能性が高くなる。また封止材の熱膨張係数は他の部材との間に応力が発生しないよ うに設計されており、ボイドの存在によって応力が発生し配線等の劣化につながる。この ようにTalbot-Lau 干渉計では電子部品の非破壊検査にも有用であることが示されている。



図 1.9 IC パッケージの撮影結果: (a)吸収像 (b)位相微分像[42]

1.2.4 実用化における課題

実用化を目指す上で Talbot-Lau 干渉計の課題となっているのは振幅型回折格子(光源格子、吸収格子)の作製である。振幅型回折格子とは開口部と非開口部の透過率が 1:0 の回折格子のことを指す。Talbot-Lau 干渉計で使用する光源格子や吸収格子には以下の 3 つの構造が要求される。

■ 高アスペクト比

図 1.10 に吸収格子の断面図(SEM 像)を示す[43]。振幅型回折格子はライン部分(図中のAuの部分)ではX線を十分に遮蔽しなければならないため、通常、X線吸収能の高い重金属が用いられる。しかしX線は透過力が高いため完全に遮蔽するためには重金属であっても一定以上の高さが必要になる。図 1.11 は様々な厚さのAuの薄膜に対してX線を入射したときの、X線のエネルギーと強度透過率の関係を表したグラフである。一般に胸部や腹部のX線撮影では厚い被写体を透過させるために、X線源の管電圧を100~150 kVに設定して中心エネルギー70~100 keVの高エネルギーのX線を使用する。また非破壊検査用途ではそれ以上のX線エネルギーが必要とされるため、回折格子の高さとしては数百µm程度が望ましい。一方、格子の周期については、現実的な光学長でX線を干渉させるため、数µmオーダーが必要となる。そのため光源格子や吸収格子は図 1.10 のような高アスペクト比の構造が要求される。このような構造はフォトリソグラフィなどの標準的な半導体製造プロセスでは作製できないため、一般にはLIGA などの特殊な微細加工技術を用いて作製される

[43-46]。近年、回折格子の作製技術が向上し、アスペクト 200 以上の振幅型格子も作製で きるようになったが[46]、シンクロトロン放射光を利用するため、作製がビームタイムで制 限されることや、放射光使用分のコストの増加が問題となっている。



図 1.11 AuのX線透過率

■ 大面積

Talbot-Lau 干渉計の撮影視野は3つの回折格子の大きさで決まる。光源からのコーンビー ム状のX線を利用するため光源に近い格子については作製面積が小さくて済むが、検出器 直前に配置する吸収格子は検出器と同程度のパターン面積が要求される。通常、光源格子 や吸収格子の作製にはAuめっきが利用されるが、ラインパターンの乱れは取得像にアーテ ィファクトを生成するため、パターンは均一に作製する必要がある。しかし電気めっき時 の電流分布の制御が難しいため、パターン領域全面に均一な高さのAu ラインを形成するの が難しい[47]。近年、LIGA のプロセス開発が進み比較的大きな面積の格子も作製できるようになったが、その面積は最大で 10 cm×10 cm 程度が限界であり、更なる作製技術の向上が求められている。

■ 湾曲構造

高アスペクト比の回折格子を使用した場合、十分な視野を確保するためには回折格子を 湾曲させる必要がある。図 1.12 のように点光源と検出器の間に振幅型回折格子を配置した 場合を考える。検出器の中央付近では X 線が回折格子に対して垂直に入射するため、X 線 は開口部を容易に通過するが、光軸から離れた領域では X 線が回折格子に対して斜めに入 射するため開口を通過できなくなり撮影視野が制限される。一般に、検出面での最大視野 FOVmax は回折格子の高さ h、周期 p、光学系の全長 L(光源-検出器間の距離)を用いて

と表せる。ηはアスペクト比であり η= 2h/p で表される。例えばアスペクト比 200 の回折格 子を使用した場合、全長1mでの最大視野は1cmとなる。この問題を解決するために Si 基板上に作製した回折格子をシリンダー状の特殊な治具に固定して、基板を強制的に湾曲 させる方法が報告されている[48]。また十分な曲率を得るためにフレキシブルな基板(チタ ニウム膜)上にパターンを形成して湾曲させた例もある[49]。しかし湾曲格子の曲率は光源 との距離に依存する。光学系をコンパクトにした場合、大きな曲率が要求されるため、そ の分作製が難しくなる。また光源格子に関しては光源直下に配置しなければならないため、 非常に大きな曲率が要求される。



図 1.12 振幅型回折格子による視野制限

上記のように光源格子や吸収格子は特殊な構造が必要になるため、実用化においてはコ ストの低減や生産性の向上など更なる技術開発が要求されている。また Talbot-Lau 干渉計 では光源格子や吸収格子に起因した課題(撮影時間、被曝線量、コスト、撮影視野など) が数多く存在しており、これらの課題解決が望まれている。

1.3 埋め込み X線ターゲット

前節で述べた Talbot-Lau 干渉計の課題を解決するために、我々は埋め込み X 線ターゲットに着目した。埋め込み X 線ターゲットは共同研究者である原田、大嶋のアイデアであり、「X 線用ターゲット及びそれを用いた装置」(特許第 4189770 号)(PTC 出願の指定国:アメリカ、独国、日本)として平成 20 年 9 月 26 日に特許が成立しており、その新規性が認められている[50]。本節では埋め込みターゲットの基本原理とその特徴について記述する。

【基本原理】

図 1.13 に埋め込み X 線ターゲットの概念図を示す。ターゲットは軽元素基板中に金属を内 包した構造を持つ。フィラメントから発生した熱電子に高電界をかけることで、基板表面に 電子線を照射して X 線を発生させる。軽元素材料には B や C、SiC などを用い、金属には Cu や Mo、 W などの金属を用いる。電子の衝突により発生する X 線はその発生法の違いから制 動 X 線と特性 X 線に分類されるが、制動 X 線の強度は衝突する構成元素の原子番号に比例す るため、例えば軽元素材料に C (原子番号 6)、金属に Cu (原子番号 29)を選択した場合、C からの X 線は Cu に比べて微弱であり、Cu からの X 線が支配的になる。また Cu からは入射 電子が内殻電子を叩き出すときに生じる特性 X 線も発生し、制動 X 線よりもはるかに強いピ ークを示す。C からも特性 X 線は発生するが、0.28 keV という低エネルギーのため、基板もし くは取り出し窓を通過する際にほとんど減衰してしまう。



図 1.13 埋め込み X 線ターゲット

【特徴】

埋め込みX線ターゲットは通常のX線ターゲットと異なり、以下の3つの特徴をもつ。

■ 光源形状の任意性

埋め込み X 線ターゲットは金属からの X 線が支配的になるため、実効的な X 線源の大きさ や形は電子線の照射領域によらず、埋め込んだ金属のサイズや形状で決まる。作製工程にフォ トリソグラフィなどの半導体製造プロセスを用いれば、数μm オーダーで自由にパターンを設 計可能であり、任意の光源形状を実現できる。

■ 光源サイズの微細化の容易性

埋め込み X 線ターゲットは埋め込む金属を小さくすることで、容易に光源サイズの縮小が 可能である。図 1.14 はモンテカルロシミュレーションをを用いて、金属に電子線を照射した ときの電子散乱の軌跡を計算した結果である。加速電圧 20~40 kV 程度では電子の侵入深さ はターゲット表面から数µm 程度であり、埋め込む金属に必要な厚さはそれと同程度でよいこ とがわかる。そのため光源格子や吸収格子のような高アスペクト比の構造が必要なく、容易に 微小サイズのターゲットを作製できる。一方、一般的に微小 X 線源として利用されるマイク ロフォーカス X 線源 (図 1.15 (左)) はレンズ系を用いて電子ビームを細く絞ってターゲット に照射しており、市販レベルで数µm オーダーの光源サイズを実現しているが、ターゲット中 の電子の拡散や熱の問題があり、それ以上の微細化は困難である。これに対し埋め込み X 線 ターゲットの場合、レンズ系を用いずにµm オーダーもしくはそれ以下の微小サイズの X 線源 が実現できると考えられる (図 1.15 (右))。



図 1.14 金属中の電子散乱の軌跡



図 1.15 埋め込み X 線ターゲットの応用例: 微小 X 線源

■ ターゲット金属の熱保護効果

X線ターゲット表面に電子が衝突すると電子は運動エネルギーを失い、そのうちの1%以下 がX線として放出され、残りの99%以上は熱となる。そのため高負荷で動作するためにはタ ーゲットを冷却し、熱負荷による融解および昇華を防ぐ必要がある。埋め込みX線ターゲッ トの場合、軽元素材料に熱伝導性の高い物質を選択すれば、ターゲットで発生した熱を効率良 く逃がすことができる。図1.16 は有限要素シミュレーションを用いてターゲット表面の温度 分布を計算した結果である。図1.16(a)は Mo 単体のターゲット、(b)はダイヤモンドに Mo (点 線部)を埋め込んだターゲットを仮定し、基板表面に同じ大きさの負荷が印加された場合を計 算している。どちらも基板裏面を水冷した場合を考えている。Mo 単体のターゲットの場合、 電子線によって発生する熱の影響で基板表面の温度が高くなっている。一方、埋め込みターゲ ットの場合、熱伝導率の高い材料 (ダイヤモンド)に埋め込むことで基板表面の温度上昇を抑 えることができている。またターゲット表面を熱伝導率の高い軽元素材料でキャップすれば、 熱源である金属表面からも熱を逃がすことができ、さらに高い冷却効果が期待できる。本研究 では軽元素材料として高い熱伝導率を有する多結晶ダイヤモンドを選択している。



図 1.16 ターゲットの放熱効果: (a)Mo 単体ターゲット (b)Mo 埋め込みターゲット

1.4 本研究の目的

X線位相イメージングはX線の吸収が少ない軽元素物質を高感度に撮影できる技術とし て医療や産業分野などの各方面で発展が期待されているが、用いるX線に高い空間コヒー レンスが要求されることから、放射光などの特殊な施設下での撮影に限定されてきた。近 年、報告されたTalbot-Lau干渉計は回折格子を3枚(光源格子、位相格子、吸収格子)使 用することで実験室での位相イメージングを成功し注目を集めている。しかし光源格子や 吸収格子は高アスペクト比でかつ大面積の構造が要求されるため作製が困難である上に、 Talbot-Lau干渉計の実用化における種々の課題(撮影時間、被曝線量、撮影視野等)の要因 となっている。

そこで本研究では埋め込み X 線ターゲットという独自の技術を用いて、光源格子や吸収 格子を使用しない Talbot-Lau 干渉計の実証を目指した。本論文の構成としては、第2章で一 般的な Talbot–Lau 干渉計の原理について説明し、第3章で波動場シミュレーションの手法 について述べる。第4章では本研究で使用した埋め込みX線ターゲットおよび位相格子の 作製方法について説明する。第5章では実際に埋め込みターゲットを用いた Talbot–Lau 干 渉計を構築し、位相イメージングを行った結果について示す。これにより光源格子を用いず にイメージングが可能である。また光源となる金属ラインの微細化が可能であるため、光 学系の小型化が可能であり高効率な干渉計が実現できる。第6章では微細マルチラインター ゲットを用いた自己像直接検出型 Talbot-Lau 干渉計を検討した結果について記す。この光学系 では高倍率で拡大投影された自己像を検出器で直接解像して位相イメージングを行う。これに より従来の課題であった光源格子と吸収格子を使用せずに撮影が可能になる。第7章では光 学系の2次元化を検討し、2次元位相イメージングを行った結果について示す。これにより 2方向の位相微分像、暗視野像を取得できるため、屈折や散乱方向に異方性を有する試料の 観察にも適用できる。第8章では2次元自己像直接検出型 Talbot–Lau 干渉計に使用する位相 格子について議論し、実用面で最適な位相格子の形状と光学設計について述べる。第9章 では本論文の総括を記す。

参考文献

- G. N. Hounsfield, "Computerized transverse axial scanning (tomography): Part I. Description of system," Brit. J. Radiol. 46, 1016–1022 (1973).
- [2] A. Momose, "Recent advances in x-ray phase imaging," Jpn. J. Appl. Phys. 44, 6355–6367 (2005).
- [3] S. Sasaki, "Numerical tables of anomalous scattering factors calculated by the Cromer and Liberman's method," KEK Report No. 88–14, 1–136 (1989).
- [4] A. Momose, T. Takeda, Y. Itai, and K. Hirano, "Phase-contrast x-ray computed tomography for observing biological soft tissues," Nat. Med. 2, 473–475 (1996).
- [5] U. Bonse and M. Hart, "An x-ray interferometer," Appl. Phys. Lett. 6, 155–156 (1965).
- [6] A. Momose, "Demonstration of phase-contrast x-ray computed tomography using an x-ray interferometer," Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. A 352, 622–628 (1995).
- [7] T. Takeda, A. Momose, K. Hirano, S. Haraoka, T. Watanabe, and Y. Itai, "Human carcinoma: early experience with phase-contrast x-ray CT with synchrotron radiation—comparative specimen study with optical microscopy," Radiology 214, 298–301 (2000).
- [8] A. Momose, "Phase-sensitive imaging and phase tomography using x-ray interferometers," Opt. Express 11, 2303–2314 (2003).
- [9] T. J. Davis, D. Gao, T. E. Gureyev, A. W. Stevenson, and S. W. Wilkins, "Phase-contrast imaging of weakly absorbing materials using hard x-rays," Nature 373, 595–598 (1995).
- [10] D. Chapman, W. Thomlinson, R. E. Johnston, D. Washburn, E. Pisano, N. Gmür, Z. Zhong, R. Menk, F. Arfelli, and D. Sayers, "Diffraction enhanced x-ray imaging," Phys. Med. Biol. 42, 2015–2025 (1997).
- [11] I. Koyama, A. Momose, J. Wu, T. T. Lwin, and T. Takeda, "Biological imaging by x-ray phase tomography using diffraction-enhanced imaging," Jpn. J. Appl. Phys. 44, 8219–8221 (2005).
- [12] S. W. Wilkins, T. E. Gureyev, D. Gao, A. Pogany, and A. W. Stevenson, "Phase-contrast imaging using polychromatic hard x-rays," Nature 384, 335–338 (1996).
- [13] A. Pogany, D. Gao, and S. W. Wilkins, "Contrast and resolution in imaging with a microfocus x-ray source," Rev. Sci. Instrum. 68, 2774–2782 (1997).
- [14] S. C. Mayo, T. J. Davis, T. E. Gureyev, P. R. Miller, D. Paganin, A. Pogany, A. W. Stevenson, and S. W. Wilkins, "X-ray phase-contrast microscopy and microtomography," Opt. Express 11, 2289–2302 (2003).
- [15] F. Pfeiffer, T. Weitkamp, O. Bunk, and C. David, "Phase retrieval and differential phase-contrast imaging with low-brilliance x-ray sources," Nat. Phys. 2, 258–261 (2006).

- [16] H. F. Talbot, "LXXVI. Facts relating to optical science. No. IV," Philos. Mag. 9, 401–407 (1836).
- [17] A. Momose, S. Kawamoto, I. Koyama, Y. Hamaishi, K. Takai, and Y. Suzuki, "Demonstration of x-ray Talbot interferometry," Jpn. J. Appl. Phys. 42, L866–L868 (2003).
- [18] A. Momose, W. Yashiro, Y. Takeda, Y. Suzuki, and T. Hattori, "Phase tomography by x-ray Talbot interferometry for biological imaging," Jpn. J. Appl. Phys. **45**, 5254–5262 (2006).
- [19] M. Engelhardt, J. Baumann, M. Schuster, C. Kottler, F. Pfeiffer, O. Bunk, and C. David, "High-resolution differential phase contrast imaging using a magnifying projection geometry with a microfocus x-ray source," Appl. Phys. Lett. 90, 224101 (2007).
- [20] E. Lau, "Beugungserscheinungen an Doppelrastern," Ann. Phys. 6, 417-427 (1948).
- [21] F. Pfeiffer, M. Bech, O. Bunk, P. Kraft, E. F. Eikenberry, Ch. Brönnimann, C. Grünzweig, and C. David, "Hard x-ray dark-field imaging using a grating interferometer," Nat. Mater. 7, 134–137 (2008).
- [22] G. R. Morrison and M. T. Browne, "Dark-field imaging with the scanning-transmission x-ray microscope," Rev. Sci. Instrum. 63, 611–614 (1992).
- [23] H. N. Chapman, C. Jacobsen, and S. Williams, "A characterisation of dark-field imaging of colloidal gold labels in a scanning transmission x-ray microscope," Ultramicroscopy 62, 191–213 (1996).
- [24] Y. Suzuki and F. Uchida, "Dark-field imaging in hard x-ray scanning microscopy," Rev. Sci. Instrum. 66, 1468–1470 (1995).
- [25] E. Pagot, P. Cloetens, S. Fiedler, A. Bravin, P. Coan, J. Baruchel, J. Härtwig, and W. Thomlinson, "A method to extract quantitative information in analyzer-based x-ray phase contrast imaging," Appl. Phys. Lett. 82, 3421–3423 (2003).
- [26] M. Ando, E. Hashimoto, H. Hashizume, K. Hyodo, H. Inoue, T. Kunisada, A. Maksimenko, K. Mori, E. Rubenstein, J. Roberson, D. Shimao, H. Sugiyama, K. Takeda, F. Toyofuku, E. Ueno, K. Umetani, H. Wada, and W. Pattanasiriwisawa, "Clinical step onward with x-ray dark-field imaging and perspective view of medical applications of synchrotron radiation in Japan," Nucl. Instrum. Methods A 548, 1–16 (2005).
- [27] W. Yashiro, Y. Terui, K. Kawabata, and A. Momose, "On the origin of visibility contrast in x-ray Talbot interferometry," Opt. Express 18, 16890–16901 (2010).
- [28] T. H. Jensen, M. Bech, O. Buck, T. Donath, C. David, R. Feidenhans'l, and F. Pfeiffer, "Directional x-ray dark-field imaging," Phys. Med. Biol. 55, 3317–3323 (2010).
- [29] T. H. Jensen, M. Bech, I. Zanette, T. Weitkamp, C. David, H. Deyhle, S. Rutishauser, E. Reznikova, J. Mohr, R. Feidenhans'l, and F. Pfeiffer, "Directional x-ray dark-field imaging of strongly ordered systems," Phys. Rev. B 82, 214103 (2010).
- [30] G. Potdevin, A. Malecki, T. Biernath, M. Bech, T. H. Jensen, R. Feidenhans'l, I. Zanette, T.

Weitkamp, J. Kenntner, J. Mohr, P. Roschger, M. Kerschnitzki, W. Wagermaier, K. Klaushofer, P. Fratzl, and F. Pfeiffer, "X-ray vector radiography for bone micro-architecture diagnostics," Phys. Med. Biol. **57**, 3451–3461 (2012).

- [31] F. Bayer, S. Zabler, C. Brendel, G. Pelzer, J. Rieger, A. Ritter, T. Weber, T. Michel, and G. Anton, "Projection angle dependence in grating-based x-ray dark-field imaging of ordered structures," Opt. Express 21, 19922–19933 (2013).
- [32] V. Revol, C. Kottler, R. Kaufmann, A. Neels, and A. Dommann, "Orientation-selective x-ray dark field imaging of ordered systems," J. Appl. Phys. 112, 114903 (2012).
- [33] A. Malecki, G. Potdevin, T. Biernath, E. Eggl, K. Willer, T. Lasser, J. Maisenbacher, J. Gibmeier, A. Wanner, and F. Pfeiffer, "X-ray tensor tomography," Europhys. Lett. **105**, 38002 (2014).
- [34] J. Kiyohara, C. Makifuchi, K Kido, S. Nagatsuka, J. Tanaka, M. Nagashima, T. Endo, S. Ichihara, W. Yashiro and A. Momose, "Development of the Talbot–Lau interferometry system available for clinical use," AIP Conf. Proc. 1466, 97–102 (2012).
- [35] M. Stampanoni, Z. Wang, T. Thüring, C. David, E. Roessl, M. Trippel, R. A. Kubik-Huch, G. Singer, M. K. Hohl, and N. Hauser, "The first analysis and clinical evaluation of native breast tissue using differential phase-contrast mammography," Invest. Radiol. 46, 801–806 (2011).
- [36] T. Michel, J. Rieger, G. Anton, F. Bayer, M. W. Beckmann, J. Durst, P. A. Fasching, W. Haas, A. Hartmann, G. Pelzer, M. Radicke, C. Rauh, A. Ritter, P. Sievers, R. Schulz-Wendtland, M. Uder, D. L. Wachter, T. Weber, E. Wenkel, and A. Zang, "On a dark-field signal generated by micrometer-sized calcifications in phase-contrast mammography," Phys. Med. Biol. 58, 2713–2732 (2013).
- [37] Z. Wang, C. A. Clavijo, E. Roessl, U. V. Stevendaal, T. Koehler, N. Hauser, and M. Stampanoni, "Image fusion scheme for differential phase contrast mammography," J. Instrum. 8, C07011 (2013).
- [38] N. Hauser, Z. Wang, R. A. Kubik-Huch, M. Trippel, G. Singer, M. K. Hohl, E. Roessl, T. Köehler, U. V. Stevendaal, N. Wieberneit and M. Stampanoni, "A study on mastectomy samples to evaluate breast imaging quality and potential clinical relevance of differential phase contrast mammography," Invest. Radiol. 49, 131–137 (2014).
- [39] F. Pfeiffer, O. Bunk, C. David, M. Bech, G. L. Duc, A. Bravin, and P. Cloetens, "High-resolution brain tumor visualization using three-dimensional x-ray phase contrast tomography," Phys. Med. Biol. 52, 6923–6930 (2007).
- [40] P. B. Noel, J. Herzen, A. A. Fingerle, M. Willner, M. K. Stockmar, D. Hahn, M. Settles, E. Drecoll, I. Zanette, T. Weitkamp, E. J. Rummeny, and F. Pfeiffer, "Evaluation of the potential of phase-contrast computed tomography for improved visualization of cancerous human liver tissue," Z. Med. Phys. 23, 204–211 (2013).
- [41] A. Momose, W. Yashiro, K. Kido, J. Kiyohara, C. Makifuchi, T. Ito, S. Nagatsuka, C. Honda, D.

Noda, T. Hattori, T. Endo, M. Nagashima, and J. Tanaka, "X-ray phase imaging: from synchrotron to hospital," Philos. Trans. R. Soc. A **372**, 20130023 (2014).

- [42] M. Uehara, W. Yashiro and A. Momose, "Effectiveness of x-ray grating interferometry for non-destructive inspection of packaged devices," J. Appl. Phys. 114, 134901 (2013).
- [43] D. Noda, A. Tokuoka, M. Katori, Y. Minamiyama, K. Yamashita, S. Nishida, and T. Hattori, "Fabrication of large area x-ray diffraction grating for x-ray phase imaging," AIP Conf. Proc. 1466, 51–56 (2012).
- [44] M. Matsumoto, K. Takiguchi, M. Tanaka, Y. Hunabiki, H. Takeda, A. Momose, Y. Utsumi, and T. Hattori, "Fabrication of diffraction grating for x-ray Talbot interferometer," Microsyst. Technol. 13, 543–546 (2007).
- [45] E. Reznikova, J. Mohr, M. Boerner, V. Nazmov, and P. Jakobs, "Soft x-ray lithography of high aspect ratio SU8 submicron structures," Microsyst. Technol. 14, 1683–1688 (2008).
- [46] J. Mohr, T. Grund, D. Kunka, J. Kenntner, J. Leuthold, J. Meiser, J. Schulz, and M. Walter, "High aspect ratio gratings for x-ray phase contrast imaging," AIP Conf. Proc. 1466, 41–50 (2012).
- [47] W. Yashiro, D. Noda, T. Hattori, K. Hayashi, A. Momose, and H. Kato, "A metallic glass grating for x-ray grating interferometers fabricated by imprinting," Appl. Phys. Express 7, 032501 (2014).
- [48] V. Revol, C. Kottler, R. Kaufmann, I. Jerjen, T. Lüthi, F. Cardot, P. Niedermann, U. Straumann, U. Sennhauser, and C. Urban, "X-ray interferometer with bent grating: towards larger fields of view," Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. A 648, 302–305 (2011).
- [49] T. Thuering, P. Modregger, T. Grund, J. Kenntner, C. David, and M. Stampanoni, "High resolution, large field of view x-ray differential phase contrast imaging on a compact setup," Appl. Phys. Lett. 99, 041111 (2011).
- [50] 大嶋建一、原田仁平、「X線用ターゲットおよびそれを用いた装置」日本国特許 特許番号 4189770 (2008).

第2章 Talbot-Lau 干渉計の原理と光学設計

2.1 緒言

前章で述べたように Talbot-Lau 干渉計は実験室の X 線源を使用して位相・暗視野イメー ジングが可能であるため注目を集めている。Talbot-Lau 干渉計によるイメージングで重要な 役割を担うのが自己像である。自己像は X 線が干渉することよって形成され、試料の吸収 や屈折、散乱によって変化する。この変化を吸収格子とのモアレで検出することで試料の 情報を抽出している。本章では Talbot-Lau 干渉計の原理を理解するために光学的な観点か ら自己像の形成および変化のメカニズムについて解説する。また試料の情報を抽出するた めに必要な画像解析法についても説明する。さらに本章では Talbot-Lau 干渉計を構築する 上で必要な光学設計についても解説する。

2.2 Talbot-Lau 干渉計の原理

Talbot-Lau 干渉計において位相計測に至るまでの流れは、①自己像の形成(Talbot 効果)、 ②自己像の重ね合わせ(Lau 効果)、③(被写体による)自己像の変形、④自己像と吸収格 子の重ね合わせ(モアレ)、⑤画像解析に大別できる。本節ではこの各ステップについて詳 しく説明する。

2.2.1 Talbot 効果による自己像の形成

第1章でも述べたが、Talbot 効果は回折格子を通過した光が一定距離下流に回折格子と相 似のパターン(自己像)を形成する現象であり、1836年に Talbot によって発見された[1]。 後に Rayleigh により任意下流での像についても研究がなされ、Patorski により Talbot 効果に 関する成果がまとめられた[2]。本節では Talbot 効果についてフレネル回折の理論式を用い て数学的に説明する[3,4]。

2.2.1.1 Fresnel 回折と Talbot 効果

図 2.1 のように単色平面波が回折格子に入射した場合を考える。位置 z=0 における開口 関数を $T(x_0, y_0)$ とすると開口下流のある位置 z における複素振幅分布 E(x, y, z)は、一般に

$$E(x, y, z) = \frac{\exp(ikz)}{i\lambda z} \iint T(x_0, y_0) \exp\left[\frac{i\pi}{\lambda z} \{(x - x_0)^2 + (y - y_0)^2\}\right] dx_0 dy_0 \cdots (2.1)$$



図 2.1 1次元回折格子を配置した座標系

と表すことができるが、特に開口が周期 p の1 次元回折格子である場合、回折格子は y 方向 に構造をもたないため、1 次元のフレネル回折積分を用いて

$$E(x,z) = \frac{1}{\sqrt{i\lambda z}} \int T(x_0) \exp\left[\frac{i\pi}{\lambda z}(x-x_0)^2\right] dx_0 \quad \dots \quad (2.2)$$

と記述できる。kは入射光の波数、λは波長である。

このとき1次元回折格子の開口関数T(x)を

とおき、周期 p のフーリエ級数で記述する。*a_n*はフーリエ係数である。式(2.3)を(2.2)に代入 すると

$$E(x,z) = \sum_{n} a_n \exp(-i\pi\lambda \frac{n^2}{p^2} z) \exp(i\frac{2\pi n}{p} x) \dots (2.4)$$

となる。またその強度分布 I(x, z)は

$$I(x,z) = \left| E(x,z) \right|^2$$

$$=\sum_{l}\sum_{l'}a_{l}a_{l'}^{*}\exp\left(-i\pi\lambda\frac{l^{2}-l'^{2}}{p^{2}}z\right)\exp\left(i2\pi\frac{l-l'}{p}x\right)\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots(2.5)$$

と表せる。このとき *l= n+n'、l'= n'とおくと式(2.5)*は

と記述できる。*b_n(z)*は強度の*n*次フーリエ係数である。ここで式(2.4)において

である場合を考える。mは0以上の整数である。

このとき m が偶数である場合、

$$E(x,m\frac{p^2}{\lambda}) = \sum_{n} a_n \exp(i\frac{2\pi n}{p}x) = T(x)$$
(2.8)

m が奇数である場合、

となる。*m* が偶数の位置では回折格子通過後の複素振幅分布と同じ像、*m* が奇数の位置では 半周期ずれた像が得られることがわかる。このように回折格子下流の特定距離 Z_T 離れた位 置で、回折格子通過後と同様の強度分布を示す現象を Talbot 効果という。 Z_T は Talbot 距離、 *m* は Talbot 次数と呼ばれている。例えば開口関数 T(x)が、図 2.2 のように透過率比 1:0 の矩 形関数の場合、 $z=p^2/\lambda$ の位置では矩形状の強度分布が半周期ずれた位置に形成される。



図 2.2 (a) z=0 における開口関数 T(x) (b) z= d²/\lambdaにおける自己像強度 I(x)

2.2.1.2 分数 Talbot 効果

前節では回折格子から *z= mp²/λ*の位置で Talbot 効果が生じることを確認した。しかし実際 にはこれらの間の位置においても周期的な回折パターンが生じることが知られており、こ れを分数 Talbot 効果と呼ぶ。特に位相型回折格子を用いたときに *z= (m−1/2)p²/λ*の位置でコ ントラストの高い自己像が現れることが知られている。本節ではこれについて説明する。 観測面が回折格子から

だけ離れているとき、式(2.4)の位相項は

$$\exp(-i\pi\lambda\frac{n^{2}}{p^{2}}z) = \exp(-i\pi\frac{n^{2}}{2}) = \begin{cases} \exp(-i\frac{\pi}{2}) & (n: \widehat{e}) \\ 1 & (n: \widehat{e}) \end{cases}$$

となり、式(2.4)は

と表せる。一方、式(2.3)を変形すると

$$T(x) = \sum_{n=\widehat{\oplus}\underline{\mathbb{X}}} a_n \exp(i\frac{2\pi n}{p}x) + \sum_{n=\underline{\mathbb{H}}\underline{\mathbb{X}}} a_n \exp(i\frac{2\pi n}{p}x) \dots (2.13)$$

$$T(x+\frac{p}{2}) = -\sum_{n=\widehat{a}_{p}} a_{n} \exp(i\frac{2\pi n}{p}x) + \sum_{n=\textcircled{m}} a_{n} \exp(i\frac{2\pi n}{p}x) \cdots (2.14)$$

となるので、式(2.13)の右辺第1項及び第2項は

と記述できる。式(2.15)と式(2.16)を式(2.12)に代入すると
$$E(x, \frac{p^2}{2\lambda}) = \frac{1}{\sqrt{2}} \exp(-i\frac{\pi}{4})T(x) + \frac{1}{\sqrt{2}} \exp(i\frac{\pi}{4})T(x + \frac{p}{2}) \dots \dots \dots \dots (2.17)$$

となる。位相型回折格子を用いた場合、開口関数 *T*(*x*)は格子における位相シフト関数を*φ*(*x*) とおくと

と表すことができ、観測面での強度分布は式(2.17)と式(2.18)より

となる。位相シフト分布q(x)が図 2.3(a)のように周期pの関数である場合、観測面での強度 分布は図 2.3(b)のように位相シフト分布に対応したコントラストを示す。すなわち位相シフ トが- $\pi/2$ と0で開口比率 1:1 であるような回折格子(以後 $\pi/2$ 位相格子と呼ぶ)は $z=p^2/2\lambda$ の位置に自己像と類似した強度分布を形成する。図 2.2 と図 2.3 を比較すると、 $\pi/2$ 位相格 子が形成する自己像の強度は振幅格子の場合の 2 倍の強度であることがわかる。振幅格子 の場合、入射 X 線の半分を遮蔽するため開口を通過する X 線のみが自己像を形成するが、 位相格子の場合、入射 X 線のすべてが自己像の形成に寄与できるためである。本論文では この π/2 位相格子による分数 Talbot 効果をイメージングに利用している。



図 2.3 (a) z=0 における位相シフト量 q(x) (b) z= d²/2 んにおける自己像強度 I(x)

2.2.1.3 球面波による Talbot 効果

これまでは単色平面波を仮定して議論してきたが、球面波の場合でも Talbot 効果が生じることが知られている。この節では球面波における Talbot 効果について考える。

点光源からrだけ離れた位置での球面波の複素振幅分布 E(r)は

$$E(r) = \frac{1}{r} \exp(i\frac{2\pi}{\lambda}r) \dots (2.20)$$

と記述できる。点光源から回折格子までの距離を *R* とおくと、回折格子面での複素振幅は *x*, *y*<<*R* とした近軸近似を用いて

と表せる。回折格子透過後の複素振幅分布は回折格子の開口関数 *T*(*x*)と *E*(*x*, *y*, *R*)の積で表されるので、式(2.1)のフレネル積分より

$$E(x, y, R+z) = \frac{1}{i\lambda z} \exp(i\frac{2\pi}{\lambda}z) \int \int T(x_0) E(x_0, y_0, R) \exp(i\pi\frac{(x-x_0)^2}{\lambda z}) dx_0 dy_0$$

$$= \frac{1}{\sqrt{i\lambda Rz(R+z)}} \exp\left(i\frac{2\pi}{\lambda}(R+z)\right) \int T(x_0) \exp(i\pi\frac{x_0^2}{\lambda R}) \exp(i\pi\frac{(x-x_0)^2}{\lambda z}) dx_0 \dots \dots (2.22)$$

となる。これに式(2.3)を代入すると

と解析的に解け、強度分布は

$$I(x,z) = |E(x,z)|^{2} = \frac{1}{(R+z)^{2}} \sum_{n} b_{n} (\frac{Rz}{R+z}) \exp(i2\pi \frac{n}{p} \frac{Rx}{R+z}) \dots (2.24)$$

となる。式(2.23)により

の位置に自己像

$$E(x, Z_T') \propto \sum_n a_n \exp(\frac{n}{p} \frac{Rx}{R + Z_T'}) \dots (2.26)$$

が現れることがわかる。このとき自己像の周期 p'は

となり、図 2.4 のように Talbot 距離は平面波を入射した場合に比べて長くなり、自己像も $(R+Z_T)/R$ 倍に拡大される。またこれらは分数 Talbot 効果の場合も同様に成立する。



図 2.4 平面波・球面波により形成される自己像

2.2.2 Lau 効果による自己像の重ね合わせ

Talbot-Lau 干渉計では複数の点光源からの自己像を重ね合わせることで微小光源による 強度不足を解消している。図 2.5 のように光源直下に光源格子 G₀を配置した光学系を考え る。光源にインコヒーレント光源を使用した場合、光源格子 G_0 のスリットを通過する X 線は G_0 の下流で干渉せず、それぞれが独立した点光源のように振る舞う。そのため各光源が 独自に自己像を形成し、光源の位置に応じて自己像がずれて重なる。自己像が 1 周期ずれ て重なるための条件は幾何学的に考えることができる。オレンジ色の領域は相似の関係で 1 あるため、各光源が形成する自己像の周期を p_2 とした場合、 G_0 の周期 p_0 を

と設計すれば、各点光源による自己像が周期の整数倍ずつずれて重なり合う。自己像の強度はスリットの数に比例して増加するため、強度不足を解消できる。ただしスリットの数だけ取得像に幾何的な半影が生じる。そのため単一点光源の場合に比べて、取得した像の空間分解能は低下する。



図 2.5 光源格子による自己像の重ね合わせ

2.2.3 自己像の変形

回折格子の前後に試料を配置すると、被写体を通過する際の位相変化や小角散乱によっ て自己像が変形する(図 2.6)。本節では位相変化の影響を中心に議論する。



図 2.6 試料による自己像の変形
被写体による位相変化をD(x, y)とすると、観測面上の P(x,y,z)における n 次回折光は $D(x-n\lambda z/p, y)$ だけ位相が変化している。このとき観測面上の複素振幅分布は

$$E(x, y, z) = \sum_{n} a_{n} \exp(-i\pi\lambda \frac{n^{2}}{p^{2}}z) \exp\left[i\left(\frac{2\pi n}{p}x + \varPhi(x - \frac{n\lambda}{p}z, y)\right)\right] \dots \dots (2.29)$$

となる。 Ф(x, y)の変化が緩やかであると仮定すると

$$\Phi(x - \frac{n\lambda}{p}z, y) \cong \Phi(x, y) - \frac{n\lambda}{p}z \frac{\partial \Phi(x, y)}{\partial x}$$
(2.30)

となる。ここで被写体通過後の x 方向の屈折角分布 α(x, y)を

とおくと、式(2.30)と式(2.31)より

と記述することができる。観測面での強度分布は

$$I(x, y, z) = |E(x, y, z)|^{2} = \sum_{n} b_{n}(z) \exp\left[i2\pi \frac{n}{p} (x - z\alpha(x, y))\right] \dots (2.33)$$

となり、自己像の強度分布は被写体による位相シフトの微分値に比例して位相が変化しているのがわかる。幾何学的に考えると観測面上で自己像が x 方向に za(x, y)だけ平行移動したものとなっており、波面が屈折した分だけ自己像が変位したことを示している。 Talbot-Lau 干渉計では自己像の変位量 za(x, y)を計測することにより、式(2.31)から位相微分値∂Φ(x, y)/∂x を算出する。さらにそれを積分することにより位相シフト量Φ(x, y)を求めることができる。小角散乱の影響については 2010 年に矢代等によって定式化されて議論されている[5]。

2.2.4 自己像と吸収格子の重ね合わせ(モアレ)

自己像の変形を直接検出するためには自己像の周期よりも十分小さい空間分解能を持つ 検出器が必要である。硬X線領域でのTalbot-Lau干渉計では通常数µmの回折格子が用いら れることから、検出器は数µm以下の分解能が要求される。しかし一般に検出器の分解能は 感度とトレードオフの関係にあり、ピクセルサイズを小さくして分解能を上げたとしても、 受光面積も小さくなるため感度が下がる。そのため検出器の分解能は市販品で数十µm程度 であり、Talbot 効果による自己像を直接観察することができない。

Talbot-Lau 干渉計では通常のX線検出器で自己像の変形を検出するために吸収格子を使用する。前節で紹介したTalbot距離の位置に吸収格子を配置することで、図2.7のように自

己像と吸収格子の重ね合わせによってモアレ縞が観測される。通常、モアレ縞の周期は検 出器の空間分解能よりも十分大きくできるため、検出器で解像できるようになる。ここで はモアレ縞の式を導出する。



図 2.7 自己像と吸収格子によるモアレ縞

位相格子の下流に吸収格子を配置した系を考える(図 2.8)。吸収格子の周期は位相格子 と同じく p である。位相格子の上流に被写体を置き、位相格子を z 軸周りに $-\theta/2$ だけ回転 させた場合、位相格子下流での強度分布 $I_1(x, y, z)$ は、式(2.33)より

と表される。吸収格子を+ $\theta/2$ だけ傾けた場合を仮定すると、吸収格子の強度透過率分布 $I_2(x, y)$ はフーリエ係数 c_n を用いて、

$$I_2(x, y) = \sum_n c_n \exp\left(i\frac{2\pi n}{p}(x + \frac{\theta}{2}y + \chi)\right) \cdots (2.35)$$

と記述できる。 χ は吸収格子のx軸方向の初期位置である。このとき吸収格子直後の強度分 布は $I(x, y, z) = I_1(x, y, z) \times I_2(x, y)$ で表せる。この場合、図 2.7 の左図のように回折格子の周期 よりも細かい構造の情報も存在しているが、モアレ縞情報はこのような細かい構造を平均 化したものであるので、観測系に回折格子の周波数以下の成分のみを通すローパスフィル 夕の作用を仮定する。このフィルタ操作を式で表すと

$$I(x, y, z) = \frac{1}{p} \int_{x-p/2}^{x+p/2} I_1(x', y, z) I_2(x', y) dx' \dots (2.36)$$

となる。式(2.34)~(2.36)より

と表せる。このとき

の関係を用いると、式(2.37)は

と表すことができる。式(2.39)からもわかるように、y 方向にモアレ縞が形成されており、 その周期 p_m は格子の角度 θ によって変わる。角度が十分小さい場合は $p_m = p/\theta$ で表せる。モ アレ縞の位相は自己像の変位量 $z\alpha(x, y)$ と初期位置 χ によって変わる。



2.2.5 画像解析

X線 Talbot-Lau 干渉計において位相情報を取得する手法には縞走査法とフーリエ変換法がある。本節では縞走査法とフーリエ変換法の原理および特徴について説明する。

2.2.5.1 編走査法

稿走査法は吸収格子を並進させながら強度を測定し、得られた複数枚の画像から位相情報を抽出する手法である[4]。

図 2.9 のように位相格子下流に生じた自己像の位置(z=Z_T)に吸収格子を配置する。本来な ら自己像と同位置に吸収格子を配置するが、図 2.9 では説明の都合上、位置をずらして配置 している。位相格子と吸収格子の回転角度を一致させて(*θ*=0) モアレ縞が消えるように配 置すると、検出面での強度 *I* は式(2.39)より吸収格子の初期位置 *χ* の関数として



図 2.9 縞走査法による画像解析

と表すことができる。フーリエ係数 *d_n*は式(2.39)内の係数 *b_{-n}(z)と c_nの*積(*d_n=b_{-n}(z)c_n*)である。式(2.40)の高次(*n*=2 以上)の成分が無視できる場合、式(2.40)は

$$I(x, y, \chi) = d_0 + d_1 \exp\left[i\frac{2\pi}{p}\left(Z_T\alpha(x, y) + \chi\right)\right] \dots (2.41)$$

となる。この式からもわかるように、ある位置(x, y)の強度 I(x, y)は吸収格子の位置 xを変更 することで振動し、三角関数に近い挙動を示す。吸収格子の周期が p である場合、吸収格 子を x 軸方向に p/N ずつ並進させながら検出器で強度を測定する。N は 1 周期の分割数であ り、この値が大きいほど正確に強度プロファイルを取得できる。これを総移動量が p にな るまで繰りかえし、N 枚の画像を取得する。このとき位置(x, y)について、横軸に吸収格子の x 方向の並進量、縦軸にピクセル強度をプロットし(図 2.9 右)、この N 個のデータ点に対 して以下の関数 f(x, y, y)で最小二乗フィッティングを行う。

*a*₁、*a*₂、*a*₃はフィッティング変数であり、解が収束した場合、各ピクセルでこれらのパラメ ータを得ることができる。位相格子の直前に試料を配置した場合、試料での X 線吸収や屈 折、小角散乱により自己像が変形し、強度プロファイルは変化する。試料を配置した場合 の解を *a*₁^s、*a*₂^s、*a*₃^s、試料なしの場合の解を *a*₁'、*a*₂'、*a*₃'とすると、これらの 6 つのパラメ ータを用いて各ピクセルで所定の計算を行うことで吸収像、位相微分像、暗視野像を取得 できる。以下でこの 3 つの像とその計算について説明する。

■ 吸収像

試料内部における X 線の吸収のみを考慮した場合、自己像の強度が減衰し、フィッティ

ングプロファイルは平均値が低下する。そのため X 線強度透過率 T(x, y)は平均値 a_3^s 、 $a_3^r を$ 用いて、

を計算することで取得できる。X線吸収率(吸収像)は1-T(x, y)で計算できる。吸収像は従来のX線撮影で取得できる像と同等のものである。

■ 位相微分像

試料内部での X 線の位相シフトのみを考慮した場合、X 線は屈折し、それにより自己像 は x 軸方向にシフトする。そのためフィッティングプロファイルは位相のみが変化する。試 料が位相格子の直前にある場合、X 線の屈折角 α は式(2.42)の位相項 a₂^s、a₂^rを用いて

と表せる。pは吸収格子の周期、 Z_T は位相格子と吸収格子の距離である。実際の計算では各 ピクセルで $\alpha(x, y)$ を算出し、マッピングする。また式(2.31)より試料での X 線の位相シフト 量の微分値 $\partial \Phi(x, y)/\partial x$ は屈折角 $\alpha(x, y)$ を用いて

$$\frac{\partial \Phi(x, y)}{\partial x} = \frac{2\pi}{\lambda} \alpha(x, y) \dots (2.45)$$

と書ける。また位相微分像をx方向に積分することにより位相シフト量 $\sigma(x, y)$ を求めることができる。

■ 暗視野像

試料内部での X 線の小角散乱のみを考慮した場合、自己像の鮮明度(ビジビリティ)が 低下し、フィッティングプロファイルもそれに応じて変化する。一般に像のビジビリティ V は

で与えられる。 I_{max} 、 I_{\min} は強度の最大値と最小値である。正弦関数のビジビリティは $V(x, y)=a_1(x, y)/a_3(x, y)$ と書ける。試料がある場合とない場合の振幅 (a_1^s, a_1') や平均値 (a_3^s, a_3') を用いてビジビリティ比D(x, y)は

$$D(x, y) = \frac{V^{s}(x, y)}{V^{r}(x, y)} = \frac{a_{1}^{s}(x, y) / a_{3}^{s}(x, y)}{a_{1}^{r}(x, y) / a_{3}^{r}(x, y)} \dots (2.47)$$

と記述でき、各ピクセルでこれを計算しマッピングすることで暗視野像を取得できる[6]。 小角散乱は数ミクロンから数十ミクロンの細かい構造体が密集している部分で強く生じ、 自己像のビジビリティを低下させるため、多孔質物質などは暗視野像でコントラストが生 じる。検出器で解像できない試料のエッジやビームハードニングもビジビリティを低下さ せる要因となるため[5,7]、最近ではビジビリティ像と呼ばれることもある。暗視野像は格子の周期以下、すなわち光学系の空間分解能以下のスケールの構造情報を反映した新しいコントラストであると注目されており、重要な研究対象となっている[8-13]。

稿走査法による位相解析では取得した画像の各ピクセルで行われるので、格子の歪みや 検出器の感度むら、X線強度の空間的なむらに影響されないという利点がある。また後に述 べるフーリエ変換法と異なり、空間分解能を低下させずに像を取得することができる。し かし稿走査法で図 2.9 のような強度プロファイルを得るためには複数枚の画像が必要であ り、撮影時間や被曝量の増加が欠点として挙げられる。また微小量の並進の際にも機械精 度が要求される。

2.2.5.2 フーリエ変換法

フーリエ変換法はフーリエ変換・逆フーリエ変換を用いた画像解析により位相情報を抽 出する方法である[14–17]。自己像に対して吸収格子を格子面に垂直な軸でわずかに回転さ せるとモアレ縞が観測される。モアレ縞が y 方向に振動していた場合を仮定する。式(2.39) より吸収格子の x 軸方向の初期位置 $\chi=0$ の場合、検出面でのモアレ縞の強度パターン $I_m(x, y)$ は

と記述できる。 $\theta << 1$ である場合、モアレ縞の空間周波数 f_m は $f_m \cong \theta / p$ となるので式(2.48)は

$$I_m(x, y, z) = \sum_n \gamma_n(x, y, z) \exp\left[i2\pi n f_m y\right] \dots (2.49)$$

$$\gamma_n(x, y, z) = b_{-n}(z)c_n \exp\left\{i2\pi \frac{n}{p} \left[z\alpha(x, y)\right]\right\} \qquad (2.50)$$

と書き換えることができる。式(2.49)を y 軸方向でフーリエ変換すると

$$I^{F}(x, f, z) = \int_{-\infty}^{\infty} \left\{ \sum_{n} \gamma_{n}(x, y, z) \exp(i2\pi n f_{m} y) \right\} \exp(-i2\pi f y)$$
$$= \int_{-\infty}^{\infty} \left\{ \sum_{n} \gamma_{n}(x, y, z) \exp(i2\pi (n f_{m} - f) y) \right\}$$
$$= \sum_{n} \left\{ \int_{-\infty}^{\infty} \gamma_{n}(x, y, z) \exp(-i2\pi (f - n f_{m}) y) \right\}$$
$$= \sum_{n} \gamma_{n}^{F}(x, f - n f_{m}, z) \cdots (2.51)$$

と記述できる。添え字の *F* は各項のフーリエ変換を表す。*α*(*x*, *y*)の *y* 方向の空間変化が十分 に緩やかであると仮定すると、式(2.51)の各項は *f* 軸上で十分に分離する。一方、フーリエ 係数 *y*_n は

と表すことができる。式(2.51)、(2.52)からもわかるように、n 次のフーリエ係数 y_nを算出す るためには、I_m(x, y, z)をフーリエ変換し、n 次のピーク成分をフーリエ空間中で 0 次へ平行 移動させ、逆フーリエ変換をすればよい。一方、高次(n=2 以上)の成分を無視できる場合、 式(2.49)は

$$I_m(x, y, z) = \gamma_0(x, y) + \gamma_1(x, y) \exp(i2\pi f_m y) \dots (2.53)$$

となる。式(2.53)は変位 y に対してモアレ縞の周期長 $p_m=1/f_m$ で振動する関数である。フーリ エ変換法ではフーリエ係数 γ_0 、 γ_1 を用いて以下の計算を行うことで、縞走査法と同様に吸収 像、位相微分像、暗視野像を抽出できる。上付きの s と r は試料を挿入した場合とない場合 を表す。

$$T(x, y) = \frac{|\gamma_0^s(x, y)|}{|\gamma_0^r(x, y)|}$$
(2.54)

$$\alpha(x, y) = \frac{p}{2\pi Z_T} \arg\left[\frac{\gamma_1^s(x, y)}{\gamma_1^r(x, y)}\right] \dots (2.55)$$

$$D(x, y) = \frac{V^{s}(x, y)}{V^{r}(x, y)} = \frac{\left|\gamma_{1}^{s}(x, y)\right| / \left|\gamma_{0}^{s}(x, y)\right|}{\left|\gamma_{1}^{r}(x, y)\right| / \left|\gamma_{0}^{r}(x, y)\right|} \dots (2.56)$$

図 2.10 はフーリエ変換法による実際の計算例を示している。モアレ画像をフーリエ変換 すると図中央のように中心の0次ピーク、モアレ周波数 pmに対応した1次ピークが現れる。 フーリエ空間中でそれぞれのピークを切り取り、それを中心に移動させて逆フーリエ変換 することで0もしくは1次のフーリエ係数を計算できる。式(2.54)~(2.56)に示したように、 吸収像は0次のフーリエ係数を抽出してその絶対値を計算する。位相微分像の場合は1次 のフーリエ係数を抽出しその偏角を計算し、暗視野像の場合は0次と1次のフーリエ係数 を抽出し、その商を計算することで取得できる。

このようにフーリエ変換法は縞走査法と異なり、1枚のモアレ画像から3種類の像を取得 できる。そのため複数枚の撮影が必要な縞走査法に対して被曝線量や撮影時間の低減が可 能である。しかし空間分解能がモアレ縞の周期長で制限されるという欠点がある。そのた め詳細な解析を要する場面では吸収格子をスキャンさせる縞走査法が利用する場合が多く、 フーリエ変換法は動画などの短時間の撮影を行う場合に利用される。



図 2.10 フーリエ変換法による画像解析

2.3 Talbot-Lau 干渉計の光学設計

図 2.11 に Talbot-Lau 干渉計は構成図を示す。設計するパラメータには回折格子 G₀、G₁、 G₂の厚さ (*h*₀, *h*₁, *h*₂) や周期 (*p*₀, *p*₁, *p*₂)、開口幅 (*w*₀, *w*₁, *w*₂)、G₀-G₁間距離 (*R*)、G₁-G₂ 間距離 (*Z*₇) がある。

■ 格子厚さ (h₀, h₁, h₂)

第1章で述べたように回折格子 G₀、G₂には通常、振幅型回折格子が用いられる。これらの格子は理想的には開口部の透過率は1、非開口部の透過率は0であることが望ましい。そのため回折格子の高さ h₀、h₂については入射 X 線を遮蔽するために十分な大きさが必要で



図 2.11 Talbot-Lau 干渉計の光学設計

ある。必要な高さは使用する X 線のエネルギーに依存するが 50 keV 以上の高エネルギーX 線を使用する場合、重元素 Au で数百 μm の高さが必要になる。

一方、回折格子 G_1 には一般に位相型回折格子が使用される。位相型回折格子は X 線を入 射したときに、ライン部を通過した X 線とスペース部を通過した X 線との間に一定の位相 差を与えるものである。位相差は格子の高さや材質によって決まる。Talbot-Lau 干渉計では $\pi/2$ の位相差を発生させる格子 ($\pi/2$ 位相格子)や π の位相差を発生させる格子 (π 位相格子) が主に使用され、それぞれ形成する自己像の周期や位置が異なる。また位相型回折格子の 代わりに振幅型回折格子を G_1 として使用することもできる。しかし X 線強度は位相型を使 用した場合の半分になるため、通常は位相型回折格子を利用する場合が多い。入射 X 線の 位相をq(rad)だけシフトさせるために必要な G_1 の高さ h_1 は

$$h_1 = \frac{\varphi \lambda}{2\pi\delta} \quad \dots \qquad (2.57)$$

と書ける。λは入射 X 線の波長、δ は位相格子を構成する物質の屈折率(実部)である。

■ 格子周期 (p₀, p₁, p₂) と格子間距離 (R, Z_T)

回折格子 G₁ に平面波が入射した場合、G₁の下流に形成される自己像の位置 Z_p は式(2.7) より Talbot 次数 *m* を用いて

とおく。 G_1 に振幅型回折格子を使用した場合、前節で述べたように $m=1, 2, 3\cdots$ の位置に自己像を形成され、 G_1 に $\pi/2$ 位相格子を使用した場合は $m=1/2, 3/2, 5/2\cdots$ の位置に自己像が形成される。また π 位相格子の場合、 $m=1/8, 3/8, 5/8\cdots$ の位置に形成される[6,18]。自己像の周期 p_{2p} は使用する回折格子によって異なる。 G_1 の周期を p_1 とすると、振幅格子もしくは $\pi/2$ 位相格子を用いた場合は $p_{2p}=p_1$ である。一方、 π 位相格子を使用すると $p_{2p}=p_1/2$ となり、

位相格子の周期の半分の自己像が形成される[6,18]。

光源にインコヒーレント光源を使用した場合、回折格子 G_0 のスリットを通過する X 線は G_0 の下流で干渉せず、それぞれが独立した点光源のように振る舞う。各点光源が形成する 自己像の位置 Z_T は式(2.58)と式(2.25)を用いて

$$Z_T = Z_p \frac{R}{R - Z_p}$$
(2.59)

と記述できる。R は回折格子 G_0 と G_1 間の距離である。そのとき自己像の周期 p_2 は式(2.27) より

$$p_2 = p_{2p} \frac{R + Z_T}{R}$$
(2.60)

と表せる。回折格子 G2の周期は通常、自己像と同じ周期に設計する。

一方、上で述べたように、回折格子 G₀の周期は各光源が形成する自己像を重ね合わせるために、式(2.28)を満足するように設計する。式(2.28)、(2.59)、(2.60)を変形すると、以下の関係式が導出できる[19]。

 n_p は位相格子の周期 p_1 と自己像の周期(平面波) p_{2p} の比率であり、 $n_p = p_{2p}/p_1$ で表す。本研究では式(2.61)~(2.63)を用いて格子の周期および格子間距離を設計した。

■ 開口幅 (*w*₀, *w*₁, *w*₂)

 G_0 の開口幅 w_0 について、Talbot–Lau 干渉計では空間コヒーレンスの要請から光源のライン幅は微細なものが要求される。自己像を形成するための条件として、一般に空間コヒーレンス長 ξ ,が以下の条件を満たす必要がある[18]。

すなわち woは

という大きさで設計する必要がある。位相格子 G_1 の開口幅 w_1 は一般に周期 p_1 の半分(開

ロ比 1:1)を使用する場合が多いが、開口比や格子形状を変更してイメージングを行った例 もいくつかある[20-23]。本研究では開口比 1:1 の位相格子を使用した。吸収格子 G₂につい ては、自己像のわずかな強度変化を検出するために、自己像の形状に合わせて開口幅を設 計する必要がある。本研究で使用した π/2 位相格子は開口比 1:1 の自己像を形成するため吸 収格子の開口幅 w₂は周期 p₂の半分に設計している。

2.4 結言

本章では Talbot-Lau 干渉計の原理と光学設計について解説した。Talbot 効果によって形成 される自己像は G₁ に照射する X 線が平面波であるか、もしくは球面波であるかによって形 成される位置が変わる。また球面波の場合、光源-G₁ 間、G₁-検出器間距離に応じて自己像 は拡大投影される。試料により自己像は変形し、吸収格子とのモアレで検出することで 3 つの像(吸収像、位相微分像、暗視野像)を取得できる。

また画像解析法として編走査法とフーリエ変換法を解説した。詳細な解析では吸収格子 をスキャンさせる編走査法が利用される場合が多い。フーリエ変換法は空間分解能がモア レの周期で制限されるという欠点があるが、1枚のモアレ画像から3枚の画像を取得できる ため、動画などの短時間の撮影を行う場合に利用される。

光学設計では Talbot-Lau 干渉計を構築するために必要な各光学素子のパラメータ(格子 周期や格子間距離、厚みなど)の設計方法について述べた。格子の周期と格子間距離はそ れぞれが密接に関係しており、本章では Talbot 効果と Lau 効果の式を用いて式(2.61)~(2.63) の関係式を導出した。この関係式は光源格子と吸収格子の周期や Talbot 次数を決めること で、その他のパラメータが一意に決まることを示している。本論文では以降で検証する光 学系は全てこの関係式を用いて設計を行っている。

参考文献

- H. F. Talbot, "LXXVI. Facts relating to optical science. No. IV," Philos. Mag. 9, 401–407 (1836).
- [2] K. Patorski, "Self-imaging and its applications," Prog. Opt. 27, 1–108 (1989).
- [3] 桑原宏萌, Talbot 効果と Lau 効果を組み合わせた新規硬 X 線位相イメージングの研究, 平成 22 年度 東京大学 大学院 新領域創成科学研究科 基盤科学研究系 物質系専攻 修 士論文 (2011).
- [4] A. Momose, S. Kawamoto, I. Koyama, Y. Hamaishi, K. Takai, and Y. Suzuki, "Demonstration of x-ray Talbot interferometry," Jpn. J. Appl. Phys. 42, L866–L868 (2003).
- [5] W. Yashiro, Y. Terui, K. Kawabata, and A. Momose, "On the origin of visibility contrast in x-ray Talbot interferometry," Opt. Express **18**, 16890–16901 (2010).
- [6] F. Pfeiffer, M. Bech, O. Bunk, P. Kraft, E. F. Eikenberry, Ch. Brönnimann, C. Grünzweig, and C. David, "Hard x-ray dark-field imaging using a grating interferometer," Nat. Mater. 7, 134–137 (2008).
- [7] M. Chabior, T. Donath, C. David, O. Bunk, M. Schuster, C. Schroer, and F. Pfeiffer, "Beam hardening effects in grating-based x-ray phase-contrast imaging," Med. Phys. 38, 1189–1195 (2011).
- [8] T. H. Jensen, M. Bech, O. Buck, T. Donath, C. David, R. Feidenhans'l, and F. Pfeiffer, "Directional x-ray dark-field imaging," Phys. Med. Biol. 55, 3317–3323 (2010).
- [9] T. H. Jensen, M. Bech, I. Zanette, T. Weitkamp, C. David, H. Deyhle, S. Rutishauser, E. Reznikova, J. Mohr, R. Feidenhans'l, and F. Pfeiffer, "Directional x-ray dark-field imaging of strongly ordered systems," Phys. Rev. B 82, 214103 (2010).
- [10] G. Potdevin, A. Malecki, T. Biernath, M. Bech, T. H. Jensen, R. Feidenhans'l, I. Zanette, T. Weitkamp, J. Kenntner, J. Mohr, P. Roschger, M. Kerschnitzki, W. Wagermaier, K. Klaushofer, P. Fratzl, and F. Pfeiffer, "X-ray vector radiography for bone micro-architecture diagnostics," Phys. Med. Biol. 57, 3451–3461 (2012).
- [11] F. Bayer, S. Zabler, C. Brendel, G. Pelzer, J. Rieger, A. Ritter, T. Weber, T. Michel, and G. Anton, "Projection angle dependence in grating-based x-ray dark-field imaging of ordered structures," Opt. Express 21, 19922–19933 (2013).
- [12] V. Revol, C. Kottler, R. Kaufmann, A. Neels, and A. Dommann, "Orientation-selective x-ray dark field imaging of ordered systems," J. Appl. Phys. **112**, 114903 (2012).
- [13] A. Malecki, G. Potdevin, T. Biernath, E. Eggl, K. Willer, T. Lasser, J. Maisenbacher, J. Gibmeier, A. Wanner, and F. Pfeiffer, "X-ray tensor tomography," Europhys. Lett. 105, 38002 (2014).

- [14] M. Takeda, H. Ina, and S. Kobayashi, "Fourier-transform method of fringe-pattern analysis for computer-based topography and interferometry," J. Opt. Soc. Am. 72, 156–160 (1982).
- [15] A. Momose, W. Yashiro, H. Maikusa, and Y. Takeda, "High-speed x-ray phase imaging and x-ray phase tomography with Talbot interferometer and white synchrotron radiation," Opt. Express 17, 12540–12545 (2009).
- [16] H. Wen, E. E. Bennett, M. M. Hegedus, and S. Rapacchi, "Fourier x-ray scattering radiography yields bone structural information," Radiology 251, 910–918 (2009).
- [17] N. Bevins, J. Zambelli, K. Li, Z. Qi, and G. H. Chen, "Multicontrast x-ray computed tomography imaging using Talbot–Lau interferometry without phase stepping," Med. Phys. 39, 424–428 (2012).
- [18] F. Pfeiffer, T. Weitkamp, O. Bunk, and C. David, "Phase retrieval and differential phase-contrast imaging with low-brilliance x-ray sources," Nat. Phys. 2, 258–261 (2006).
- [19] N. Morimoto, S. Fujino, Y. Ito, A. Yamazaki, I. Sano, T. Hosoi, H. Watanabe, and T. Shimura, "Design and demonstration of phase gratings for 2D single grating interferometer," Opt. Express 23, 29399–29412 (2015).
- [20] A. W. Lohmann and J. A. Thomas, "Making an array illuminator based on the Talbot effect," Appl. Opt. 29, 4337–4340 (1990).
- [21] P. Szwaykowski and V. Arrizon, "Talbot array illuminator with multilevel phase gratings," Appl. Opt. 32, 1109–1114 (1993).
- [22] T. J. Suleski, "Generation of Lohmann images from binary-phase Talbot array illuminators," Appl. Opt. 36, 4686–4691 (1997).
- [23] A. Yaroshenko, M. Bech, G. Potdevin, A. Malecki, T. Biernath, J. Wolf, A. Tapfer, M. Schüttler, J. Meiser, D. Kunka, M. Amberger, J. Mohr, and F. Pfeiffer, "Non-binary phase gratings for x-ray imaging with a compact Talbot interferometer," Opt. Express 22, 547–556 (2014).

第3章 波動場計算シミュレーション

3.1 緒言

Talbot 効果は格子によるフレネル回折現象として理解できる。そのため X 線の波動関数 をフレネル回折に基づき数値積分することで、Talbot 効果による干渉の様子をシミュレーシ ョンすることができる[1]。このとき光源の空間的な広がりやエネルギー分布を任意に設定 できるため、空間コヒーレンスや時間コヒーレンスの影響も計算することができ、実際の 光源に則したシミュレーションが可能である。本研究では設計した光学系に対して波動場 シミュレーションを行い、光源の大きさや X 線のエネルギーの広がりが自己像に及ぼす影 響を調べた。本章ではそのシミュレーション方法について説明する。

3.2 平面波シミュレーション



図 3.1 平面波シミュレーションの光学系

平面波が位相格子に入射する場合を考える(図 3.1)。位相格子の開口関数 T(x1, y1)を

と置く。 $A(x_1, y_1)$ は振幅透過率、 $\varphi(x_1, y_1)$ は位相シフト量である。入射光の振幅が E_0 、初期位相が0の場合、位相格子を通過した直後の複素振幅分布 $E_1(x_1, y_1)$ は

と書ける。位相格子通過後 X 線は回折されるため、位相格子下流のある位置(*x*₂, *y*₂, *z*)におけ る複素振幅分布 *E*₂(*x*₂, *y*₂, *z*)は Rayleigh–Sommerfeld の回折積分を用いて次のように書ける[1]。

$$E_{2}(x_{2}, y_{2}, z) = \frac{1}{i\lambda} \iint E_{1}(x_{1}, y_{1}) \frac{\exp(ikr_{12})}{r_{12}} \cos(\theta) dx_{1} dy_{1} \dots (3.3)$$

$$r_{12} = \sqrt{(x_2 - x_1)^2 + (y_2 - y_1)^2 + z^2} \quad \dots \qquad (3.4)$$

 θ は入射 X 線と回折 X 線のなす角、 λ は X 線の波長、kは波数を表す。 \mathbf{r}_{12} は位置(x_1 , y_1)と(x_2 , y_2)を結ぶベクトルであり、 \mathbf{r}_{12} はその大きさを示す。位置(x_2 , y_2)での強度 $I(x_2, y_2)$ は複素振幅 分布の絶対値の 2 乗であり、

と表せる。実際のシミュレーションでは位相格子の大きさ(積分範囲)を仮定し、それを 有限の数に分割して計算を行う。図 3.2~3.4 は単色平面波を周期 pの振幅格子、 π 2 位相格 子、 π 位相格子に入射した場合の波動場シミュレーションの結果である。図 3.2 の振幅格子 の場合、第 2 章で述べたように $z=mp^2/\lambda$ (m: 自然数)の位置で自己像を形成している。また Talbot 次数 m が偶数の位置では格子通過後と同じ強度分布、奇数の位置で半周期ずれた強 度分布を確認できる。これらの間の位置でも様々な大きさ・形状の格子パターンが表れて いるが、これは理想的な単色平面波を仮定しているためであり、現実のコヒーレンスの低 い光源では確認できない場合が多い。図 3.3 の π 2 位相格子の場合、 $z=(m-1/2)p^2/\lambda$ (m: 自然 数)の位置で自己像を確認することができる[2,3]。また Talbot 次数 m が偶数の位置と奇数の 位置で半周期ずれた自己像が形成されている。図 3.4 の π 位相格子の場合、 $z=(m-1/2)p^2/4\lambda$ (m: 自然数)の位置で自己像を確認することができる[4,5]。またその周期は位相格子の半分とな っている。



図 3.2 振幅格子による Talbot 効果(平面波)



図 3.4 π 位相格子による分数 Talbot 効果(平面波)

3.3 球面波シミュレーション

図 3.5 に球面波が位相格子に入射する場合の光学系を示す。点光源からrだけ離れた位置での球面波の複素振幅分布 *E*(*r*)は

$$E(r) = \frac{E_0}{r} \exp(ikr) \dots (3.6)$$

で表されるため、位相格子通過直後の複素振幅分布 E₁(x₁, y₁)は以下のように表せる。

$$E_{1}(x_{1}, y_{1}) = E(r_{01})T(x_{1}, y_{1}) = \frac{E_{0}}{r_{01}}A(x_{1}, y_{1})\exp\left\{i\left[kr_{01} - \varphi(x_{1}, y_{1})\right]\right\} \dots (3.7)$$

$$r_{01} = \sqrt{(x_1 - x_0)^2 + (y_1 - y_0)^2 + R^2}$$
 (3.8)

r₀₁は点光源の位置(x₀, y₀)と位置(x₁, y₁)を結ぶベクトルであり、r₀₁はその大きさを示す。R は 光源と位相格子の距離である。検出面での位置(x₂, y₂)における複素振幅分布 E₂(x₂, y₂)や I(x₂, y₂)は平面波と同様の式(3.3)~(3.5)で計算できる。図 3.6~3.8 は単色球面波を振幅格子、π2 位相格子、π位相格子に入射した場合の波動場シミュレーションの結果である。格子の開口 率は 1:1 である。平面波の場合と異なる位置に自己像が形成されていることがわかる。さら に Talbot 距離によって拡大率が変化し、それに応じて自己像の周期も変化している。



図 3.5 球面波シミュレーションの光学系



図 3.7 π/2 位相格子による分数 Talbot 効果(球面波)



図 3.8 π 位相格子による分数 Talbot 効果(球面波)

3.4 空間コヒーレンスを考慮したシミュレーション

これまでは平面波もしくは点光源を仮定し、完全にコヒーレントな光を考えてきた。し かし実際に利用できる光の空間コヒーレンスは不完全であり、フレネル回折像もそれに伴 い変化する。本節では空間コヒーレンスを考慮した計算について述べる。

3.4.1 コヒーレンス係数を用いた計算

光源が有限の大きさをもつ場合、光の干渉性を議論するためには空間コヒーレンスを考えなければならない。時空間の2点(\mathbf{r}_1 , t)、(\mathbf{r}_2 , $t+\tau$)の相互コヒーレンス関数は

で定義され、これを規格化した

$$\gamma(\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2, \tau) = \frac{\Gamma(\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2, \tau)}{\sqrt{\Gamma(\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2, 0)\Gamma(\mathbf{r}_1, \mathbf{r}_2, 0)}} \dots (3.10)$$

を複素コヒーレンス度と呼ぶ。特に

を空間コヒーレンス度と呼び、Van Cittert-Zernike の定理によると、入射光が準単色の場合、 空間コヒーレンス度は 2 点の差 \mathbf{r}_1 - \mathbf{r}_2 =($\Delta x, \Delta y$)の関数として

で表せる。ここで S(ξ, ζ)は正規化された光源強度分布である。光源強度分布が標準偏差 os

のガウス関数であると仮定すると、2 点間の距離 $L = |\mathbf{r}_1 - \mathbf{r}_2| \ge 2$ 点の光源からの距離 R を用いて

と表せる[6]。これは光源サイズの見込み角(σ_s/R)が小さい程、空間コヒーレンス度が大き くなることを示している。

空間コヒーレンスのフレネル回折像への影響について考える。フレネル回折像の強度分 布は幾何学的には位相格子面での位置(x_1 , y_1)からの回折光を足し合わせたものであるため、 図 3.9 のように位相格子面での異なる位置の 2 点を P(x_1 , y_1)、P'(x_1 ', y_1 ')と置くと、検出面で の回折光の強度 $I_2(x_2, y_2)$ は

$$I_{2}(x_{2}, y_{2}) = \frac{1}{\lambda^{2}} \iiint \Gamma(x_{1}, y_{1}, x_{1}', y_{1}') E_{1}(x_{1}, y_{1}) E_{1}^{*}(x_{1}', y_{1}')$$

 $\times \frac{\exp\left[ik\left(r_{12}-r_{12}'\right)\right]}{r_{12}r_{12}'}dx_{1}dy_{1}dx_{1}'dy_{1}'\cdots\cdots(3.14)$

と表せる[7]。図 3.10 はコヒーレンスの影響をシミュレーションした結果である。有限サイズの光源(標準偏差 σ_s のガウス関数)から発生した X線が $\pi/2$ 位相格子(周期 5 µm)に入射した場合を考えている。光源と位相格子の距離は 24.3 cm として計算している。図は平面波を入射した場合の 1 次 Talbot 距離(z=8.1 cm)での自己像の強度プロファイルを示している。理想的な点光源($\sigma_s=0$)の場合は図のように矩形に近い形状のプロファイルになるが、標準偏差の値が大きくなるにつれて自己像のコントラストが減少しているのがわかる。



図 3.9 光源サイズを考慮したシミュレーション



図 3.10 光源サイズ (os) を変更した場合の自己像の変化

3.4.2 畳み込み積分を用いた計算

光源を微小な点光源の集まりであると仮定する。この場合、各点光源同士は干渉せずに 空間的にインコヒーレントであるため、それぞれが独立して波動場を形成する。ある点光 源が形成する強度分布を *I_{point}(x₂, y₂)、光源の強度分布を <i>S*(ξ, ζ)とすると、有限サイズの光源 が形成する強度分布 *I_{ext}(x₂, y₂)*は

$$I_{ext}(x_2, y_2) = I_{point}(x_2, y_2) \otimes S(-\xi \frac{R}{Z_T}, -\zeta \frac{R}{Z_T}) \dots (3.15)$$

と書け、点光源による強度分布と光源強度分布の投影像との畳み込み積分の形で表される [1,8]。図 3.11 にその一例を示す。点光源で形成される自己像 *I_{point}(x₂, y₂)が光源分布 S(ξ, ζ)*(ガ ウス関数)によってコントラストが低下しているのがわかる。



図 3.11 畳み込み積分によるシミュレーションの一例

3.5 時間コヒーレンスを考慮したシミュレーション

光源からの X 線があるスペクトル分布 w(E)を持つ場合、その光源によって形成される強度分布 Ipoly(x2, y2)は

$I_{poly}(x_2, y_2) = \int I_{mono}(E, x_2, y_2) w(E) E dE$(3.16)

と表せる[1]。*I_{mono}(x₂, y₂)*はあるエネルギー*E*の単色光源を仮定した場合の強度分布である。 計算では単色光源のシミュレーションをあらかじめ各波長で行い、その計算結果とスペク トル分布の積分で算出している。図 3.12 にその一例を示す。白色光の場合、光軸方向に自 己像が伸びているのがわかる。エネルギーが変わると自己像が形成される位置が変わるた め、足し合わせるとこのように光軸方向に伸びた形になる。



図 3.12 (a)単色光 (b)白色光のシミュレーション結果

3.6 結言

本章では波動場シミュレーション法について解説した。平面波や球面波によるシミュレ ーションを行い、Talbot 効果により特定位置に自己像が形成されることを確認した。また空 間コヒーレンスや時間コヒーレンスの影響も計算し、自己像の鮮明度が低下する様子を確 認した。これらのシミュレーションは第5~8章で行った光学設計の際に利用している。

本論文で使用した位相格子は duty 比が 1:1、位相シフトが π もしくは π/2 の標準的なタイ プの格子であったが、位相格子の形状を変更することで自己像の形成位置や形状が変わる ことが報告されている[9–12]。本章で紹介したシミュレーション法は任意の形状の位相格子 による干渉を計算できる。また今回は位相格子 1 枚の干渉について議論したが、複数枚の 位相格子を配置した場合についても同様に計算することができる。そのためこのシミュレ ーション法は位相格子の形状や格子の配置を設計する上で非常に有用である。

参考文献

- M. Engelhardt, C. Kottler, O. Bunk, C. David, C. Schroer, J. Baumann, M. Schuster, and F. Pfeiffer, "The fractional Talbot effect in differential x-ray phase-contrast imaging for extended and polychromatic x-ray sources," J. Microsc. 232, 145–157 (2008).
- [2] A. Momose, S. Kawamoto, I. Koyama, Y. Hamaishi, K. Takai, and Y. Suzuki, "Demonstration of x-ray Talbot interferometry," Jpn. J. Appl. Phys. 42, L866–L868 (2003).
- [3] A. Momose, W. Yashiro, H. Kuwabara, and K. Kawabata, "Grating-based x-ray phase imaging using multiline x-ray source," Jpn. J. Appl. Phys. **48**, 076512 (2009).
- [4] F. Pfeiffer, T. Weitkamp, O. Bunk, and C. David, "Phase retrieval and differential phase-contrast imaging with low-brilliance x-ray sources," Nat. Phys. 2, 258–261 (2006).
- [5] F. Pfeiffer, M. Bech, O. Bunk, P. Kraft, E. F. Eikenberry, Ch. Brönnimann, C. Grünzweig, and C. David, "Hard x-ray dark-field imaging using a grating interferometer," Nat. Mater. 7, 134–137 (2008).
- [6] W. Yashiro, Y. Takeda, and A. Momose, "Efficiency of capturing a phase image using cone-beam x-ray Talbot interferometry," J. Opt. Soc. Am. A 25, 2025–2039 (2008).
- [7] H. Fujiwara, "Effects of spatial coherence on Fourier imaging of a periodic object," Opt. Acta 21, 861–869 (1974).
- [8] T. Weitkamp, C. David, C. Kottler, O. Bunk, and F. Pfeiffer, "Tomography with grating interferometers at low-brilliance sources," Proc. SPIE 6318, 63180S (2006).
- [9] A. W. Lohmann and J. A. Thomas, "Making an array illuminator based on the Talbot effect," Appl. Opt. 29, 4337–4340 (1990).
- [10] P. Szwaykowski and V. Arrizon, "Talbot array illuminator with multilevel phase gratings," Appl. Opt. 32, 1109–1114 (1993).
- [11] T. J. Suleski, "Generation of Lohmann images from binary-phase Talbot array illuminators," Appl. Opt. 36, 4686–4691 (1997).
- [12] A. Yaroshenko, M. Bech, G. Potdevin, A. Malecki, T. Biernath, J. Wolf, A. Tapfer, M. Schüttler, J. Meiser, D. Kunka, M. Amberger, J. Mohr, and F. Pfeiffer, "Non-binary phase gratings for x-ray imaging with a compact Talbot interferometer," Opt. Express 22, 547–556 (2014).

第4章 埋め込み X線ターゲットと位相格子の作製

4.1 緒言

埋め込みX線ターゲットは共同研究者である原田、大嶋のアイデアであり、「X線用ター ゲット及びそれを用いた装置」(特許第4189770号)として平成20年9月26日に特許が成 立している。しかしこれはX線の発生メカニズムなど概念のみの特許であり、その実証例 はほとんどなくターゲットの作製方法についても確立されていなかった。そこで本研究で は微細加工技術を利用して、ターゲットのプロセス開発を行った。またTalbot-Lau干渉計 を構成する上で必要な、位相格子のプロセス開発も行った。位相格子は、光源格子や吸収 格子のように高アスペクト比の構造が必要ないため、同様に微細加工によって作製が可能 である。本章では埋め込みX線ターゲットと位相格子の作製プロセスの詳細について説明 する。

4.2 埋め込み X線ターゲットの作製

4.2.1 多結晶ダイヤモンド基板

埋め込みターゲットは多結晶ダイヤモンド基板上に Cu や Mo のラインパターンを形成す ることで作製した。本研究ではターゲット基板に Element6 社製の CVD 多結晶ダイヤモンド (CED)を使用した[1]。表 4.1 に今回使用した材料の物性データを示す[1-3]。

_	衣 4.1 タークット材料の初住ノーク							
	材料	原子番 号	密度 [g/cm ³]	熱伝導率 [W/m·K]	融点 [°C]	ヤング率 [GPa]	ポアソン比	
	ダイヤモンド	6	3.51	400	3500	1000	0.07	
	Cu	29	8.96	401	1085	131	0.35	
	Мо	42	10.28	138	2622	329	0.31	

表 4.1 ターゲット材料の物性データ

ダイヤモンドは軽元素であることから、X線吸収および電子線吸収が少なく、埋め込み X 線ターゲットの基板として用いることができる。また高い熱伝導率を有するため、熱負荷 によるターゲット破壊を防ぐことができる。通常、ダイヤモンドは電気伝導率が低いため 電子線照射により表面でチャージアップしてしまうが、導電性(0.0005~0.0007Ω·m)を持 たせることで X線ターゲットとして使用できる。またターゲット金属の材料には Cu及び Moを使用した。Cu や Mo は熱伝導率や融点が高く、熱に対する特性が優れる材料である。 また強い特性 X 線を発するため、X 線源のターゲットとして一般に使用される材料である。 図 4.1 に埋め込みターゲットの外観図を示す。直径 10 mm の円盤状の基板であり、厚さは 0.5 mm である。ラインパターンは基板中央の 3 mm × 3 mm または 5 mm × 5 mm の領域に形 成した。



図 4.1 埋め込みターゲット

4.2.2 作製プロセス

埋め込みターゲットの作製は標準的なフォトリソグラフィプロセスを利用して行った。 図 4.2 に今回行った作製プロセスを示す[4-7]。以下で各工程の詳細と作製例について示す。



図 4.2 埋め込みターゲットの作製工程

1. SiO₂成膜

アセトン洗浄で表面をクリーンニングした後、ダイヤモンド基板上にスパッタで SiO₂ を 成膜した。ヘリコン波プラズマによるスパッタ蒸着装置(ULVAC 社製: MPS-2000-HC10S) を利用した。スパッタガスには Ar を使用した。チャンバー内の圧力を 3.0 Pa に調整し、投 入電力 200 W で 80 分間の成膜を行った。膜厚は位相シフト干渉計(ZYGO 社製: NewView200HR)で測定した。 2. リソグラフィ

SiO₂ 膜上にフォトリソグラフィでレジストパターンを形成した。レジストは東京応化製 (THMR-iP3300 LB)のネガレジストを使用した。スピンコートでレジストを塗布し、回転 数を調整することでレジスト厚さを 800 nm 程度にした。露光にはミカサ製のマスクアライ ナ (MA-10)を使用した。Cr パターンが形成されたガラスマスク(東洋精密工業製)を用 いて、コンタクト露光を行った。露光時間はパターンによって異なり、20~120 秒である。 その後 60 秒間現像液 (NMD-3 (2.38%))に浸し、露光された部分以外のレジストを除去し た。レジストパターンの一例を図 4.3 に示す。図のように数 µm オーダーのパターニングが 可能である。本研究では様々なパターンのガラスマスクを用いて、マルチラインやマルチ ドットパターンを形成した。



図 4.3 Si 基板上にパターニングされたレジスト: (a)鳥瞰図 (b)断面図

3. Cr 成膜

レジストパターンの上に RF・DC スパッタ蒸着装置(ケニックス社製: KXS-130) で Cr を 200~300 nm 成膜した。スパッタガスには Ar を使用し、RF スパッタで成膜した。チャ ンバー内の圧力を 2.5 Pa に調整し、投入電力 40 W で 30~40 分間の成膜を行った。膜厚は 位相シフト干渉計で測定した。

4. リフトオフ

Cr 成膜後の基板を剥離液に浸してレジストを溶解させることでレジスト上のCr を除去した(リフトオフ)。剥離液は 50~60℃に加熱している。剥離は超音波洗浄機中で行われ、5~15 分間で完了する。図 4.4 に Cr リフトオフ後のパターン表面の光学顕微鏡像と SEM 像を示す。5 mm 角領域全面にパターンが形成されており、レジストが除去された部分だけ下地の SiO₂が現れている。リフトオフにより形成される Cr パターンはレジストパターンが反転したものである。



図 4.4 Cr リフトオフ後の表面形状: (a)パターン領域全体の光学 顕微鏡像 (b)パターン中央領域の SEM 像

5. RIE (SiO₂)

反応性イオンエッチング (RIE) で Cr 膜をマスクとして SiO₂をエッチングした。エッチ ングガスには CF₄を用いた。チャンバー内の圧力を 5.0 Pa に調整し、 投入電力 150 W で 50 ~60 分間エッチングを行った。図 4.5 に CF₄を用いた RIE の CVD ダイヤモンド、SiO₂、Cr、 レジストのエッチングレートを示す。Cr のエッチングレートは SiO₂に比べて十分小さいた め、SiO₂エッチングの際のマスク材として使用できる。エッチング深さは SiO₂が十分にエ ッチングされるように 2 μ m としている。



図 4.5 RIE (CF₄) のエッチングレート

6. RIE (ダイヤモンド)

反応性イオンエッチング(RIE)で SiO₂膜をマスクとしてダイヤモンドをエッチングした。 エッチングガスは O₂と CF₄の混合ガスを利用した。O₂のみでエッチングを行った場合、図 4.6 のようにダイヤモンド表面上に無数のエッチピットが形成される。これはダイヤモンド 基板上に飛散したマイクロマスクによるものである[8,9]。



図 4.6 (a) RIE (O₂のみ, 20 Pa) 後のダイヤモンド基板表面 (b)その拡大図

エッチングの際はガス流量を $O_2: CF_4 = 60: 3 \text{ sccm}$ の一定比率の混合ガスを形成し、チャンバー内の圧力を 2.0 Pa に調整して投入電力 200 W で 50~60 分間エッチングを行った。図 4.7 にこの条件下での CVD ダイヤモンド、SiO₂のエッチングレートを示す。SiO₂のエッチングレートはダイヤモンドに比べて小さいため、マスク材として十分機能する。



図 4.7 RIE (O₂+CF₄) のエッチングレート

図 4.8 に O₂+CF₄の混合ガスでエッチングを行った後のパターン表面 (SEM 像) を示す。 ダイヤモンド表面は混合ガスの効果で平滑にエッチングできているのがわかる。ただし現 状のエッチング条件の場合、SiO₂マスクも横方向にエッチングが進み、図 4.8 (b)のようにエ ッチング後に一定のテーパーが生じる。そのため溝幅はエッチング前よりも広がる傾向に ある。数µm 周期のターゲットの作製においては、このテーパーは大きな問題にはならない が、ターゲットをさらに微細化する場合はエッチング条件の改善が必要になる。エッチン グ深さは位相シフト干渉計を用いて計測した。図 4.9 に深さ計測の一例を示す。深さは埋め 込む金属の種類によって異なり 1~3 µm である。



図 4.8 RIE 後の表面形状: (a)パターニングに成功した領域 (b)パターニングに失敗した領域



図 4.9 位相シフト干渉計によるパターン表面測定結果: (a)3 次元表示 (b)断面プロファイル

7. Mo, Cu 成膜

RIE によるエッチング後、RF・DC スパッタ装置(ケニックス社製: KXS-130) で Cu および Mo を成膜した。スパッタガスには Ar を使用している。Cu は RF スパッタで成膜している。チャンバー内の圧力を 2.5 Pa に調整し、投入電力 40 W でスパッタ成膜を行った。60分間スパッタを行い 1~2 µm の厚さの Cu を成膜した。Mo は DC スパッタで成膜し、チャンバー内の圧力を 5.0 Pa に調整し、投入電力 40 W で 90分間スパッタ成膜を行った。これにより 2~3 µm の厚さの Mo を成膜できる。膜厚は位相シフト干渉計で測定した。

8. リフトオフ

構以外の金属を除去するためにフッ酸で SiO₂を溶解してリフトオフを行った。フッ酸は 濃度 10%を使用し、基板を 5 分間溶液に浸水させた後、15 分間超音波洗浄を行った。図 4.10 に Cu ターゲットのリフトオフ後のパターン (SEM 像)を示す。ダイヤモンド溝部に Cu が 埋め込まれているのが分かる。埋め込み膜厚は非接触三次元測定器を用いて測定した。リ フトオフが難しい材料 (粘性が高い材料など)については必要に応じてパターン表面を SiC 研磨紙で研磨して溝以外の金属を除去した。ダイヤモンドは硬い材料であるため、研磨に よって表面が傷つくことはほとんどない。また図 4.11 のように数 μm オーダーの微細パタ ーンの場合、凸部に金属が集中して成膜されるため、溝に金属が入りにくくなる。この場 合、スパッタと研磨を繰り返すことで金属を埋め込んだ。



図 4.10 マルチラインターゲット (Cu) の表面形状



図 4.11 Cu スパッタ成膜後の断面 SEM (Si 基板)

4.3 位相格子の作製

4.3.1 作製基板

埋め込みターゲットと同様に、フォトリソグラフィプロセスを利用して位相格子の作製 を行った。図 4.12 に位相格子の外観図を示す。基板には厚さ 60 μm の Si ウェハ(100)面を 使用し、基板中央の 10 mm×10 mm の領域にパターンを形成した。



図 4.12 位相格子(Si 基板)

4.3.2 作製プロセス

図 4.13 に位相格子の作製プロセスを示す[6,7]。また以下で各工程の詳細について説明する。



1. リソグラフィ

Si ウェハ上にフォトリソグラフィでレジストパターンを形成した。レジストは東京応化 製(THMR-iP3300 LB)のネガレジストを使用した。スピンコートで塗布し、回転数を調整 することでレジスト厚さを 800 nm にした。露光にはミカサ製のマスクアライナ(MA-10) を使用した。埋め込みターゲットと同様、東洋精密工業製のガラスマスクを用いてコンタ クト露光を行った。露光時間はパターンによって異なり 20~60 秒である。その後、60 秒間、 現像液(NMD-3(2.38%))に浸し、露光された部分以外のレジストを除去した。本研究で は様々なパターンのガラスマスクを用いて、マルチラインやマルチドットパターンを形成 している。

2. Cr 成膜

レジストパターンの上に、RF・DC スパッタ装置(ケニックス社製: KXS-130) で Cr を 50 ~100 nm スパッタ成膜した。スパッタガスには Ar を使用し、RF スパッタで成膜している。 成膜条件はチャンバー内の圧力を 2.5 Pa に調整し、投入電力 40 W で 10~15 分間の成膜を 行っている。膜厚は位相シフト干渉計で測定した。

3. リフトオフ

Cr成膜後の基板を剥離液に浸してレジストを溶解させることでレジスト上のCrを除去した(リフトオフ)。剥離液は 50~60℃に加熱している。剥離は超音波洗浄機中で行われ、2 ~3 分間で完了する。図 4.14 に Cr リフトオフ後のパターン表面の光学顕微鏡像を示す。埋め込みターゲットの場合に比べて、Cr の膜厚が薄いためリフトオフが容易であり、設計通りパターンを形成できる。リフトオフ後はレジスト部分の Cr が除去されるため、レジストパターンの反転パターンが形成される。



図 4.14 Cr リフトオフ後の光学顕微鏡像

4. 深掘 RIE

Cr リフトオフ後、Cr パターンをマスクとして深堀 RIE を行った。大阪大学ナノテクノロ ジー設備供用拠点のサムコ株式会社製のディープエッチング装置(RIE-400iPB)を使用した。 RIE-400iPB は放電形式に誘導結合方式を採用した MEMS、電子部品用途のボッシュプロセ スに対応した装置である。図 4.15 にボッシュプロセスの概略を示す。ボッシュプロセスと は等方性エッチングと保護膜の堆積の 2 つのステップを交互に繰り返すことで、高速かつ 高アスペクト比のエッチングを実現した技術である[10]。エッチングガスには SF₆、保護膜 には C₄F₈が主に使用され、高い選択比を保持し、高い異方性エッチングを可能にしている。 工程 2~4 の繰り返しの回数を変えることで、エッチング深さを調整できる。図 4.16 にエッ チング後の位相格子の SEM 像を示す。図のように Si ウェハ上に垂直性の優れた掘りこみを 形成できる。エッチング後は Cr エッチング液 (DNP 製: MPM-E) で表面に残った Cr を除 去した。



図 4.16 位相格子の形状: (a)鳥瞰図 (b)断面図

4.4 結言

本章では埋め込み X 線ターゲットと位相格子の作製方法について解説した。埋め込みタ ーゲットや位相格子は、光源格子や吸収格子に比べて高アスペクト比の構造を必要としな いため、容易に作製することができる。本研究で使用した装置は半導体素子の製造で利用 される標準的な仕様のものであり、上で述べたプロセスで作製が可能であることを示した。 また第5~8章で紹介するターゲットや位相格子は、本章で記述したプロセスを用いて作製 している。

本論文では Cu (Ka: 8.0 keV) や Mo (Ka: 17.4 keV) などの強い特性 X 線のピークを示す 材料を埋め込む金属として選択したが、より高エネルギー光学系 (30 keV 以上)を構築す る場合、重元素 (W や Au など)による連続 X 線の利用が必須となる[11]。また高エネルギ ーX 線を使用した場合、現実的な全長で撮影を行うためには周期が数百 nm のターゲットや 位相格子が必要になり、現状のプロセスでは作製が難しい。そのため高エネルギーの光学 系を構築する上では作製プロセスの改善が必要であり、現在は以下で示すプロセスの導入 を検討している。

①電子線リソグラフィ

フォトリソグラフィではレジスト材に紫外線を照射して露光しているが、紫外線による パターンの寸法は数µm が限界であり、別のパターニング法を検討する必要がある。これに 対して、現在は電子線リソグラフィの利用を検討している。電子ビームをレンズで集光し て露光を行うため、微細なパターンが形成できる。性能は装置に依存するが、数十〜数百 µm のパターニングであれば標準的な製品でも問題なく描画できる。電子線リソグラフィは 描画に時間がかかるため大面積のパターニングは難しいが、埋め込みターゲットのパター ン面積は電子線の照射領域の大きさ(本論文では直径 1 mm 程度)で十分であるため、現実 的な時間で作製が可能である。

②深堀り RIE

現在は反応性イオンエッチングによりダイヤモンドに掘り込みを形成しているが、エッ チングされたダイヤモンドの溝側面には一定のテーパーが形成される。これはマスク側面 が混合ガスによってエッチングされているためである。エッチング条件(ガス圧、ガス混 合比、投入電力)の最適化やマスク材料の変更によってこれを抑制できる可能性がある。 また位相格子の作製でも利用した、深堀り RIE の導入も検討している。ボッシュプロセス によるダイヤモンドのエッチング例はほとんどないため、エッチング条件を細かく検討す る必要はあるが、これにより垂直性が優れた掘り込みを形成できると考えられる。

③電気めっき

現状のプロセスでは RF・DC スパッタにより金属を成膜してリフトオフよって溝に金属 を埋め込んでいるが、微細なパターンの場合、1度のスパッタで溝に金属を成膜するのが難 しくなり、スパッタと研磨の繰り返しプロセスが必要になる。この場合、埋め込まれた金 属の密度が低下し、X線の発生効率が低下する可能性がある。この問題を解決する方法とし て、電気めっきの導入を検討している[12]。電気めっきは高密度の金属を簡易に成膜できる だけでなく、導電率の違いを用いれば選択的に金属を成膜することができる。例えばダイ ヤモンド溝の底部に導電性の金属(Cu や Au など)を少量成膜して、上部に絶縁体(SiO₂ など)を成膜してめっきを行えば、溝部に選択的に高密度の金属を成膜することができる。 そのため電気めっきは埋め込みターゲットの微細化において極めて有効な手段である。

上記のプロセスを導入により、数十~数百 nm オーダーの微細なターゲットの作製が可能 になると考えられる。

参考文献

- [1] Element Six ホームページ: http://www.e6.com/en/
- [2] J. A. Dean, "Lange's Handbook of chemistry," 15th Edition, McGraw-Hill, (1979).
- [3] R. C. Weast, "CRC handbook of chemistry and physics," 91st Edition CRC Press (1991).
- [4] T. Shimura, N. Morimoto, S. Fujino, T. Nagatomi, K. Oshima, J. Harada, K. Omote, N. Osaka, T. Hosoi, and H. Watanabe, "Hard x-ray phase contrast imaging using a tabletop Talbot–Lau interferometer with multiline embedded x-ray targets," Opt. Lett. 38, 157–159 (2013).
- [5] N. Morimoto, S. Fujino, K. Ohshima, J. Harada, T. Hosoi, H. Watanabe, and T. Shimura, "X-ray phase contrast imaging by compact Talbot–Lau interferometer with a single transmission grating," Opt. Lett. 39, 4297–4300 (2014).
- [6] N. Morimoto, S. Fujino, A. Yamazaki, Y. Ito, T. Hosoi, H. Watanabe, and T. Shimura, "Two dimensional x-ray phase imaging using single grating interferometer with embedded x-ray targets," Opt. Express 23, 16582–16588 (2015).
- [7] N. Morimoto, S. Fujino, Y. Ito, A. Yamazaki, I. Sano, T. Hosoi, H. Watanabe, and T. Shimura, "Design and demonstration of phase gratings for 2D single grating interferometer," Opt. Express 23, 29399–29412 (2015).
- [8] Y. Ando, Y. Nishibayashi, K. Kobashi, T. Hirao, and K. Oura, "Smooth and high-rate reactive ion etching of diamond," Diamond Relat. Mater. 11, 824–827 (2002).
- [9] J. Y. Lin, Z. C. Li, C. Y. Chen, L. J. Chou, J. C. Hwang, and C. S. Kou, "Fabrication of submicron scale vertically aligned diamond rods by mask-free oxygen plasma etching," Diamond Relat. Mater. 20, 922–926 (2011).
- [10] A. A. Ayón, R. Braff, C. C. Lin, H. H. Sawin, and M. A. Schmidt, "Characterization of a time multiplexed inductively coupled plasma etcher," J. Electrochem. Soc. 146, 339–349 (1999).
- [11] 伊藤康浩, 高エネルギーX 線位相イメージングに向けたタングステン埋め込み X 線源の検討, 平成 25 年度 大阪大学 工学部 応用自然科学科 精密科学コース 卒業論文 (2014).
- [12] 山崎周, 自己像直接検出型 Talbot-Lau 干渉計用微細マルチライン埋め込み X 線源の電 気めっきによる作製, 平成 25 年度 大阪大学 工学部 応用自然科学科 精密科学コース 卒業論文 (2014).

第5章 埋め込み X 線ターゲットを用いた小型 Talbot-Lau 干渉計

5.1 緒言

X線位相イメージングはX線の吸収が少ない軽元素物質を高感度に撮影できる技術として医療や産業分野などの各方面で発展が期待されている。しかし用いるX線に高いコヒーレンスが求められることから、放射光などの特殊な施設下での撮影に限定されていた。X線 Talbot-Lau 干渉計はこの問題を解決する手法として提案され、現在注目を集めている[1]。この手法は3枚の回折格子(光源格子、位相格子、吸収格子)を使用して位相イメージングを行う手法であり(図 5.1(a))、実験室系のX線源を用いることができる。そのため、現在、実用化を視野に入れた研究開発が進められている[2-7]。

Talbot-Lau 干渉計の実用化においては、光学系の小型化が重要な課題である。2006 年に 報告された論文では、光学系の全長(X線源-検出器間の距離)が1.8 mと長くなっている [1]。この場合、X線の強度は距離の2乗に反比例するため、検出面でのX線強度が低下す る。そのため報告ではX線源に1000 Wという大きな電力を投入しているにも関わらず、数 十秒の露出時間が必要となっている。一般のレントゲン撮影装置では患者の負担を考慮し て撮影時間は1秒以下が一般的である。また非破壊検査用でもベルトコンベアで流れるよ うな生産ラインに組み込む場合は同じく撮影時間1秒以下が要求されるため、実用化を考 えると露出時間の低減が必要である。またこのように電力が大きい装置の場合、ランニン グコストも増加するため、医療や生産現場への導入が難しくなる。

光学系の小型化には、より狭い開口幅をもつ光源格子があればよい。通常、光源格子の 開口幅は、空間コヒーレンス長を確保するために微小なものが要求されている。第2章で も述べたが、Talbot-Lau 干渉計では一般に空間コヒーレンス長 & が以下の条件を満たす必要 がある。

 λ は入射 X 線の波長、R は光源と位相格子の距離、 w_0 は光源格子の開口幅、 p_1 は位相格子の 周期である。式(5.1)からわかるようにコヒーレンス長を確保するためには距離 R を大きく とる、もしくは開口幅 w_0 を小さくする必要があり、短い距離で空間コヒーレンス長を確保 するためには必然的に狭い開口幅が要求される。

しかし光源格子の構造を考えた場合、開口幅の微細化は困難である。図 5.2 は光源格子の断面 SEM 像であるが[1]、光源格子は透過力の高い X 線を遮蔽するために十分な厚さ(h₀)を持つ金属膜が必要である。このような厚い金属膜に微小スリットを形成するのは極めて


図 5.1 (a)通常の Talbot-Lau 干渉計 (b)埋め込み X 線ターゲット を用いた光学系



図 5.2 光源格子の断面 SEM 像[1]

難しい。最近では X 線リソグラフィなどの微細加工技術が発達し、高アスペクト X 線格子の販売も一部で開始されたが、その開口幅は依然として数µm~数十µm 程度であり、光源格子の微細化は現状難しい課題となっている。

そこで本研究では Talbot-Lau 干渉計の光源に埋め込み X 線ターゲットを用いた光学系を 検討した。図 5.1(b)のように埋め込み X 線ターゲットの金属部分をマルチライン状に配列し、 電子ビームをターゲット表面に照射すれば、マルチライン状の X 線光源を形成することが できる。つまり、Talbot-Lau 干渉計における光源と光源格子の組み合わせ部の代わりに使用 でき、光源格子を用いずに位相イメージングが可能になる。

さらに第1章で述べたように、埋め込みX線ターゲットの場合、光源となる金属ラインの微細化が容易である。電子ビームリソグラフィを用いれば数nmオーダーの加工も可能である。式(5.1)からもわかるように、ライン幅を微細化すれば、短い距離Rで空間コヒーレンス長を確保できるようになる。すなわち全長を短縮して光学系の小型化が可能になる。またX線強度は距離の2乗に反比例するため、小型化することで検出面でのX線強度が増加し、撮影時間の低減も期待できる。そこで本章では埋め込みX線ターゲット(Cu, Mo)を用いた小型Talbot-Lau干渉計を構築して位相イメージングを行い、その有用性を検証した[8]。

5.2 光学設計

第2章の式(2.57)、(2.61)~(2.63)、(2.65)を用いて光学系の設計を行った。図5.3は今回設計した光学系の概略図である。設計では参照論文[1]の結果と比較できるように、位相格子の周期などを同程度にしている。

埋め込みターゲットの金属材料に Mo や Cu を選択し、その特性 X 線のエネルギー(17.5 keV、8.0 keV)を基準に設計を行った。Mo については参照論文[1]でも光源材料として使用 されており、光学系を比較できる。マルチライン光源の周期は 15 μm、ライン幅は 5 μm で ある。

位相格子と吸収格子の作製は NTT アドバンステクノロジーに依頼した。周期は標準的な 大きさ (5.2 µm、8.0 µm) に設計し、位相格子 (Ta)の高さは Cu と Mo の特性 X 線が $\pi/2$ だけ位相シフトするように、それぞれ 1.96 µm と 0.97 µm に設計した。吸収格子 (Au)の高 さは 10 µm に設計した。本来、X 線を完全に遮蔽するためには 30 µm 以上が望ましいが、 高アスペクト比の作製が困難であったため、このような値にしている。高さ 10 µm の場合、 8.0 keV の X 線に対しては 98%以上遮蔽できるが、17.5 keV に対しては透過率 88% であり、 一部の X 線を透過してしまう。ターゲットと位相格子の距離は 55 cm と 25 cm であり、位 相格子と吸収格子の距離は 29 cm と 14 cm である。

このように本研究では標準的な周期の位相格子や吸収格子を使用しているが、光源のラ イン幅を 5 µm に設計することで、ターゲットと位相格子の距離を短縮できる。参照論文[1] の 1.77 m に対して単純に比較すると、Mo で約 1/3、Cu で約 1/7 となる。全長で考えると参 照論文[1]の 1.79 m に対して Mo で約 1/2、Cu で約 1/4 である。

また図 5.4 は設計した光学系に対して、波動場シミュレーションを行った結果である。シ ミュレーションでは周期 15 μm の間隔で 5 本配置された光源を仮定しており、設計通りの 位置に自己像の明暗が現れているのがわかる。



図 5.3 (a)Mo ターゲットを用いた光学系 (b)Cu ターゲットを用いた光学系



図 5.4 波動場シミュレーション結果: (a)Mo ターゲットを用いた光学系 (b)Cu ターゲットを用いた光学系

5.3 Mo ターゲットを用いた位相イメージング

5.3.1 ターゲットの作製

第4章で述べた作製プロセスにより Mo ターゲットを作製した。図 5.5 に作製後のターゲット表面の SEM 観察像を示す。多数の Mo ラインがダイヤモンド基板中に埋め込まれているのがわかる。ターゲットの周期は 15 μm、幅は 5 μm であり、設計通りのターゲットの作

製に成功した。ダイヤモンドの掘り込み深さは 3 μm である。Mo 埋め込み膜厚は 2.5 μm で あり、加速電圧 40 kV の電子線に対しては十分な厚さである。



図 5.5 マルチライン Mo ターゲットの表面形状

5.3.2 位相イメージング

図 5.6 に Mo ターゲットを用いた光学系の概略図を示す。Mo ターゲットに電子線を照射 し、基板表面に対して斜めの方向に発生する X 線を使用した(反射型)。反射型光学系につ いての詳細は付録に記述している。ライン方向から 8°傾けた方向に位相格子、吸収格子、 検出器を配置し測定を行った。電子ビームにより発生する熱を効率良く逃がすために、タ ーゲット裏面は水冷している(詳細は付録に記述)。位相格子は厚さ6 µm の SiC メンブレ ン上に Ta ラインを形成したものであり周期は 5.2 µm である。吸収格子は同様に厚さ6 µm の SiC メンブレン上に Au ラインを形成したものであり周期は 8.0 µm である。検出器は X 線用冷却 CCD (BITRAN: BQ-52E)を使用した[9]。ピクセルサイズは 24 µm × 24 µm、ピク セル数は 1024 × 1024 である。電子ビームのフォーカスサイズは直径 1 mm である。



図 5.6 Mo ターゲットを用いた光学系

管電圧 40 kV、管電流 100 µA、露出時間は 60 秒で撮影を行った。 編走査法による画像解 析を行うため、吸収格子を 0.5 μm/step で並進させ 16 枚の画像を取得した。生体試料を模擬 するためにアクリルやテフロンなどの高分子材料を被写体として利用し、その撮影結果を 図 5.7 に示す。図のように鮮明な吸収像、位相微分像、暗視野像の取得に成功した。モアレ 縞のビジビリティは 23%であり、Mo 光源を用いた過去の例[10]よりもやや低いが、今回使 用した吸収格子は Mo 光源に対しては X 線遮蔽に十分な厚さではないため、吸収格子で遮 蔽しきれなかった X 線によりビジビリティが低下していると考えられる。より高アスペク ト比の構造が必要にはなるが、10 μm 以上の高さを持つ吸収格子を用いることできればビジ ビリティの改善が期待できる。



図 5.7 Mo 光学系で撮影した高分子球(直径 3 mm)

表 5.1、表 5.2 は今回の光学系や実験条件を過去の文献[1]と比較したものである。位相格 子の周期 p1 は同程度のものを使用しているが、光源の開口幅 w0 が異なるため、本研究の場 合、光源と位相格子の距離を短縮することができる。光学系の全体としては、従来の半分 に小型化できている。また実験条件について、本研究での投入電力(管電圧と管電流の積) は4 W であり、従来に比べ大幅に小さいことがわかる。この程度の負荷であれば、ターゲ ット表面で発生する熱も少ないため、基板を水冷しなくてもイメージングが可能である。 このように低電力でイメージングが可能になった理由として、使用した回折格子や検出器 の違いも影響していると考えられるが、これらについては文献[1]に詳細な記述がないため 厳密な比較を行うことはできない。しかしながら全長が従来の半分である本光学系では、X 線強度は距離の 2 乗に反比例するため、同じ投入電力でも従来の 4 倍の X 線強度を確保で きており、これが電力差の大きな要因の一つとなっている。

衣 5.1 過去の又瞅[1]との比較(元子糸)							
	G₀開口幅 w₀[μm]	G ₀ 周期 <i>p</i> ₀ [µm]	G ₁ 周期 <i>p</i> 1[µm]	G ₂ 周期 <i>p</i> ₂ [µm]	G ₀ G ₁ 間距離 <i>R</i> [cm]	G ₁ G ₂ 間距離 <i>Z_T</i> [cm]	全長 <i>R</i> +Z _T [cm]
今回	5	15	5.2	8.0	55.1	29.4	85
文献[1]	25~50	127	3.9	2.0	176.5	2.78	179

主「1)国土の安劫[11]」の比較(火労ズ)

	管電 圧[kV]	管電流 [mA]	投入電力[W]	露出時間[秒]
今回	40	0.1	4	60
文献[1]	40	25	1000	40

表 5.2 過去の文献[1]との比較(実験条件)

また投入電力を増加して短時間での撮影を行った。図5.8は投入電力252W(管電圧40kV、 管電流 6.3 mA) での撮影結果であるが、露出時間1秒の撮影に成功した。また暗視野像で は吸収像で確認できない米粒内部の割れを鮮明に観察することができている。この結果は Talbot-Lau 干渉計によるイメージングの有用性を示している。



図 5.8 Mo ターゲットによる短時間イメージング

5.4 Cu ターゲットを用いた位相イメージング

5.4.1 ターゲットの作製

第4章で述べた作製プロセスにより Cu ターゲットを作製した。図 5.9 に作製後のターゲット表面の SEM 観察像を示す。周期 15 μ m、幅 5 μ m のターゲットの作製に成功した。ダイヤモンド掘り込み深さは 3 μ m である。Cu 埋め込み膜厚は 1.5 μ m であり、加速電圧 20 kV の電子線に対しては十分な厚さである。



図 5.9 マルチライン Cu ターゲットの表面形状

5.4.2 位相イメージング

図 5.10 に Cu ターゲットを用いた光学系の概略図を示す。Mo の場合と同じく、ターゲットに電子線を照射し、ライン方向から 8°傾けた方向に位相格子、吸収格子、検出器を配置し測定を行った。Mo と同様、ターゲット裏面は水冷している。Cu のターゲットのライン幅は Mo と同様 5 µm に設計したが、波長が約 2 倍であるため、全長は Mo ターゲットの半分である約 45 cm に短縮できる。位相格子は厚さ 6 µm の SiC メンブレン上に Ta を形成したものであり周期は 5.2 µm である。また吸収格子や検出器は Mo イメージングのときと同じものを使用した。電子ビームのフォーカスサイズも同じく直径 1 mm である。



図 5.10 Cu マルチラインターゲットを用いた光学系

管電圧 20 kV、管電流 60 µA、露出時間は 30 秒で撮影を行った。縞走査法による画像解析 を行うため、吸収格子を 0.5 µm/step で並進させ 16 枚の画像を取得した。試料にアクリル球 用いた場合の撮影結果を図 5.11 に示す。Cu ターゲットでも同様に鮮明な吸収像、位相微分 像、暗視野像を抽出することができた。モアレ縞のビジビリティは 53%であり、Mo ターゲ ットの結果よりも高い値を示した。これは 2 つの要因が関係していると推測できる。1 つは X線のエネルギーが低く、10 µm の高さの吸収格子でも X線を十分遮蔽できているためで ある。2 つ目は Cu ラインの幅が小さく、空間コヒーレンス長を十分に確保できているため である。投入電力は 1.2 W であり、Mo 光学系の約 1/4 の投入電力となっている。これは全 長の差に起因している。



図 5.11 Cu 光学系で撮影したアクリル球(直径 3 mm)

また図 5.11 の位相微分像を積分して位相像を取得した(図 5.12)。位相像は試料内部を通 過する際の X 線の位相シフト量を表す。縦方向に伸びる筋状の線は位相微分像中のノイズ によって生じたアーティファクトである。位相像から球の中心での位相シフト量 ϕ を算出 すると ϕ = 584 rad であった。一方、X 線の波長を λ 、球の半径 r、位相シフト量 ϕ とすると、 屈折率の実部 δ は

と記述でき、 λ = 0.154 nm、r= 1.59 mm を用いて屈折率の実数部を計算すると、 δ = 4.50×10⁻⁶ となった。文献値ではアクリルの屈折率の実部は 4.14×10⁻⁶ であり[11]、実測値と近い値を示している。このことから Cu ターゲットは Talbot–Lau 干渉計の光源として十分機能しており、定量的な測定も可能であることがわかった。



図 5.12 (a)アクリル球の位相像 (b)点線部の断面プロファイル

また投入電力を増加して露出時間の短縮を行った。図 5.13 は短時間イメージングを行ったときの撮影結果である。試料に米粒を使用し、管電圧 40 kV、管電流 1.6 mA で撮影を行ったところ、図のように Cu ターゲットでも同様に露出時間 1 秒の撮影に成功した。投入電力(64 W)は Mo の結果の約 1/4 となっている。また Mo のときと同様に、暗視野像では吸収像で確認できない米粒内部の割れを鮮明に観察することができている。位相微分像でも米粒中の割れを確認することができる。これらは本光学系の感度の高さを表している。



図 5.13 Cu ターゲットによる短時間位相イメージング(米粒)

短時間で撮影できる利点をいかして動画撮影も行った。投入電力 80 W(管電圧 40 kV、 管電流 2 mA)、露出時間 1 秒、回転速度 6 °/min という低速で試料(ポリエチレン球)を回 転させながらイメージングを行った。画像解析はフーリエ変換法を用い、1 枚のモアレ画像 から位相微分像を取得した。図 5.14 に動画の一部を示す。総撮影時間は 1 時間で、取得し たモアレ画像の枚数は 1269 枚であった。動画中ではポリエチレン球内部の中空が回転して いる様子を鮮明に観察できる。フーリエ変換法を用いて画像解析を行っているため、縞走 査法よりもノイズが多い像となっている。



図 5.14 Cu 光学系での動画撮影(試料:ポリエチレン球、直径 3 mm)

5.5 結言

本章ではマルチライン状の埋め込み X 線ターゲットの作製を行い、さらにそれを用いて 小型 Talbot-Lau 干渉計を構築して位相イメージングを行った。

ターゲットの作製では第4章で示したプロセスを用いることで、幅5μmの微細ラインタ ーゲット(Mo、Cu)の作製に成功した。 次に試作したターゲットを用いて Talbot-Lau 干渉計による位相イメージングを行った。 試料にアクリルやポリエチレン球など軽元素材料を用いて撮影したところ、吸収像、位相 微像、暗視野像を取得することができた。この結果から埋め込み X 線ターゲットは Talbot-Lau 干渉計の光源として機能することがわかった。また取得した像はいずれも明瞭で あり、位相微分像や暗視野像では吸収像で確認できない物質の内部構造を観察することが できた。本光学系は従来の半分以下に全長を短縮しており、わずか数 W という低電力での イメージングが可能になった。また投入電力を上げることで Mo 及び Cu の両ターゲットで 露出時間 1 秒の撮影に成功し、動画撮影も実現した。以上の結果から、埋め込み X 線ター ゲットを Talbot-Lau 干渉計に適用することで、全長の短縮や高効率化が可能であることが わかった。

今回は全長1mもしくは50 cm程度の光学系を検証したが、さらにターゲットの微細化 を行うことで数 cmまで全長を短縮することができる。例えばエネルギー8.0 keV で周期 8.0 μmの吸収格子を仮定した場合、周期 380 nm (ライン幅は 100~200 nm 程度)のターゲット を使用することで干渉計の全長はわずか1 cmとなる。位相格子の周期も同程度の大きさが 必要になるが、数 nmの加工が行われている半導体分野の微細加工技術を利用すれば、決し て不可能なものではない。この場合電力効率はさらに上昇して数 mW 以下の低電力撮影が 期待できる。最近では小型で数+ kV の高電圧を印加できる電源も開発されており、これと 組み合わせればポータブルの Talbot-Lau 干渉計が実現する。医療分野への応用を考えた場 合、手軽に持ち運びできれば災害時のトリアージ業務や在宅診断に適用できるようになり 汎用性が高くなる。また非破壊検査機器としても小型で電力が少ないため、生産ラインな どに多くの数を導入できるようになり製品の品質向上にも大きく貢献できる。また考古学 や生物学の調査において採取した現場でイメージングができるため、持ち帰ることができ ない文化財や希少動物にも適用でき、利便性が大いに向上する。

このように小型化や省電力化が持つ意味は非常に大きく、それを可能にする埋め込みタ ーゲットの有用性を確認することができた。

参考文献

- [1] F. Pfeiffer, T. Weitkamp, O. Bunk, and C. David, "Phase retrieval and differential phase-contrast imaging with low-brilliance x-ray sources," Nat. Phys. **2**, 258–261 (2006).
- [2] F. Pfeiffer, M. Bech, O. Bunk, P. Kraft, E. F. Eikenberry, Ch. Brönnimann, C. Grünzweig, and C. David, "Hard x-ray dark-field imaging using a grating interferometer," Nat. Mater. 7, 134–137 (2008).
- [3] A. Momose, W. Yashiro, H. Kuwabara, and K. Kawabata, "Grating-based x-ray phase imaging using multiline x-ray source," Jpn. J. Appl. Phys. 48, 076512 (2009).
- [4] T. Donath, M. Chabior, F. Pfeiffer, O. Bunk, E. Reznikova, J. Mohr, E. Hempel, S. Popescu, M. Hoheisel, M. Schuster, J. Baumann, and C. David, "Inverse geometry for grating-based x-ray phase-contrast imaging," J. Appl. Phys. **106**, 054703 (2009).
- [5] T. Donath, F. Pfeiffer, O. Bunk, W. Groot, M. Bednarzik, C. Grünzweig, E. Hempel, S. Popescu, M. Hoheisel, and C. David, "Phase-contrast imaging and tomography at 60 keV using a conventional x-ray tube source," Rev. Sci. Instrum. 80, 053701 (2009).
- [6] T. H. Jensen, M. Bech, O. Buck, T. Donath, C. David, R. Feidenhans'l, and F. Pfeiffer, "Directional x-ray dark-field imaging," Phys. Med. Biol. 55, 3317–3323 (2010).
- [7] M. Stampanoni, Z. Wang, T. Thüring, C. David, E. Roessl, M. Trippel, R. A. Kubik-Huch, G. Singer, M. K. Hohl, and N. Hauser, "The first analysis and clinical evaluation of native breast tissue using differential phase-contrast mammography," Invest. Radiol. 46, 801–806 (2011).
- [8] T. Shimura, N. Morimoto, S. Fujino, T. Nagatomi, K. Oshima, J. Harada, K. Omote, N. Osaka, T. Hosoi, and H. Watanabe, "Hard x-ray phase contrast imaging using a tabletop Talbot–Lau interferometer with multiline embedded x-ray targets," Opt. Lett. 38, 157–159 (2013).
- [9] BITRAN ホームページ: http://www.bitran.co.jp/ccd/product/bq50/bq52.html
- [10] K. Wan, Y. Takeda, W. Yashiro, A. Momose, "Fabrication of multiple slit using stacked-sliced method for hard x-ray Talbot–Lau interferometer," Jpn. J. Appl. Phys. 47, 7412–7414 (2008).
- [11] The Center for X-ray Optics $\pi \Delta \sim \vec{\mathcal{V}}$: http://www.cxro.lbl.gov/

第6章 微細ラインターゲットを用いた自己像直接 検出型 Talbot-Lau 干渉計

6.1 緒言

前章では埋め込み X 線ターゲットを用いた Talbot-Lau 干渉計を構築した(図 6.1(a))。これ により従来の構成から光源格子を排除でき、小型で高効率な光学系を実現した。しかし検出器 の直前には依然として課題である吸収格子を配置していた。そこで本章では自己像直接検出型 Talbot-Lau 干渉計を提案し(図 6.1(b))、光源格子だけでなく吸収格子も使用しない光学系を検 証した。



図 6.1 (a) 埋め込みターゲットを用いた Talbot-Lau 干渉計 (b)自己像直接検出型 Talbot-Lau 干渉計

通常の Talbot-Lau 干渉計では検出器の直前に吸収格子を配置し、自己像との重ね合わせによって生じるモアレ縞を2次元検出器で検出している。これは自己像の周期が2次元検出器の画素サイズよりも小さく、自己像の変化を検出器で直接測定できないためである。Talbot-Lau 干

渉計では、現実的な光学長で X 線を干渉させるために、位相格子の周期は数 μm 程度に設計す るため、それによって形成される自己像は同じく数 μm 程度になる。一方、X 線用の 2 次元検 出器の画素サイズは数十 μm 程度が一般的である。画素サイズを小さくすると、同時に受光面 積も小さくなり、検出器自体の感度が低下するためである。画素サイズが数 μm の検出器を利 用して自己像を直接観察した例はいくつかあるが[1,2]、いずれも放射光を利用して十分な X 線 強度を確保することで、検出器の感度不足を補っている。

これに対し本研究では光源と位相格子を接近させて配置した光学系を提案した(図 6.1(b))。 このように配置することで位相格子の下流に生じる自己像を拡大して投影できる[3,4]。自己像 の大きさを解像可能なレベルまで拡大すれば、検出器で自己像を直接観察することができ吸収 格子を用いずに撮影が可能である。

吸収格子はTalbot-Lau 干渉計の実用化において数々の問題の原因となっている。まず撮影視 野の制限である。Talbot-Lau 干渉計の撮影視野は3つの回折格子の大きさで決まる。光源から のコーンビーム状のX線を利用する場合、光源に近い格子については作製面積が小さくて済 むが、検出器直前に配置する吸収格子は検出器と同程度のパターン面積が要求される。医療用 途を考えた場合、撮影部位によるが、胸部レントゲンなどでは50 cm 以上の面積が必要になる。 しかしながら吸収格子の作製では、通常電気めっきを利用するが、電流の制御が難しく、パタ ーン領域全面にAuのラインを均一に形成するのが難しい[5]。パターンの乱れは取得像にアー ティファクトを形成する可能性がある。近年、吸収格子の作製プロセスの開発が進み、比較的 大きな面積の格子を作製できるようになったが、その大きさは最大でも10 cm×10 cm 程度で あり[6]、実用化が実現しても応用できる範囲が制限される。

また被曝線量も大きな課題である。Talbot-Lau 干渉計は、現在、実用化を目指して ex vivo での検証が数多くなされているが[7-11]、マンモグラフィに適用した例では被曝線量が 66~70 mGy となっている[11]。日本での被曝線量の基準は 2.4 mGy 程度であり、基準値を大きく超えている。この原因の一端となっているのは吸収格子のスキャン撮影である。従来の手法では自己像を直接観察できないため、吸収格子のスキャン撮影が必要であり、この場合、複数回の露出が必要になる。通常 5 回以上のスキャンが行われるため、その分被曝線量の増加が問題となっている。

本手法では吸収格子を使用しないため、吸収格子で制限されていた撮影視野を拡大すること ができる。また自己像を直接観察できるため、1枚の撮影像から位相微分像や暗視野像を取得 することができる。そのため従来の縞走査法のような並進操作が必要ない分、撮影時間や被爆 線量の低減が期待できる。

この光学系を実現するためには、光源のライン幅の微細化が重要である。光源-位相格子間 の距離を数 cm まで短縮するため、第2章で述べた空間コヒーレンス長の条件が厳しく、従来 よりも狭いライン幅が要求される。そこで本章では微細な幅のマルチライン埋め込み X 線タ ーゲットを用いた自己像直接検出型 Talbot-Lau 干渉計を構築し、位相イメージングを行うこと でその有用性を評価した[12]。

6.2 光学設計

第2章の式(2.57)、(2.61)~(2.63)、(2.65)を用いて光学系の設計を行った。図6.2と図6.3 にその概略図を示す。実用面を考慮して卓上でイメージングできるように全長をCuで1m、 Moで1.5m以内に設計した。

埋め込みターゲットの金属材料に Cu や Mo を選択し、その特性 X 線のエネルギー(8.0 keV、 17.5 keV)を基準に設計を行った。Mo については参照論文[4]でも光源材料として使用され ており、光学系を比較できる。位相格子の作製は NTT アドバンステクノロジーに依頼し、 周期は 2.91 µm (Cu)、1.96 µm (Mo)、高さは 0.97 µm (Cu)、1.96 µm (Mo) に設計した。 自己像は画素サイズ 24 µm の検出器で直接解像できるように 100 µm に設計した。光源と位 相格子の距離はどちらも 2.8 cm である。この距離で空間コヒーレンス長を確保するために、 光源のライン幅はそれぞれ 1.0 µm (Cu) と 0.6 µm (Mo) の大きさが必要である。



図 6.2 Cu ターゲットを用いた自己像直接検出光学系



図 6.3 Mo ターゲットを用いた自己像直接検出光学系

6.3 自己像直接検出による位相イメージング(Cu)

6.3.1 微細ラインターゲットの作製

第4章で述べた作製プロセスにより Cu ターゲットを作製した。図 6.4 に作製後のターゲット表面の SEM 観察像を示す。周期 3 μ m、幅 1 μ m のターゲットの作製に成功した。ダイヤモンド掘り込み深さは 2 μ m である。Cu の埋め込み膜厚は 1 μ m であり、加速電圧 20 kV の電子線に対しては十分な厚さである。



図 6.4 微細ラインターゲット (Cu) の表面形状

6.3.2 位相イメージング

図 6.5 に Cu ターゲットを用いた光学系の概略図を示す。ターゲットに電子線を照射し、 基板裏面方向に発生する X 線を利用した(透過型)。透過型光学系についての詳細は付録に 記述している。ターゲット側面は銅製のホルダーで固定されている。ターゲット表面では 電子ビームにより熱が発生するが、本研究では銅のホルダーを水冷することでターゲット を間接的に冷却している(詳細は付録で記述)。位相格子は厚さ 6 µm の SiC メンブレン上 に Ta を形成したものであり周期は 2.91 µm である。検出器は X 線用冷却 CCD (BITRAN: BQ-52E)を使用した。ピクセルサイズは 24 µm × 24 µm、ピクセル数は 1024 × 1024 である。 電子ビームのフォーカスサイズは楕円状であり 0.6 mm(x) × 0.8 mm(y)である。試料-検出器 間の距離を 30 cm に固定して撮影を行った。



図 6.5 Cu ターゲットを用いた自己像直接検出光学系

■ 自己像の観察

図 6.6(a)に管電圧 20 kV、管電流 2.5 mA、露出時間 5 秒で撮影した結果を示す。CCD のノ イズを低減するために 30 枚の画像を積算し平均化している。図に示すように、自己像を CCD で直接観察することができた。自己像は検出器面内の全域 (2.5 cm×2.5 cm) で観測できた。 図 6.6(b)は (a)の点線部の強度プロファイルを示しているが、自己像のコントラストが明瞭 に現れているのがわかる。また周期 100 µm の自己像をピクセルサイズ 24 µm の検出器で解 像しているため、約 4 ピクセルの周期で振動しているのがわかる。この強度プロファイル の最大値と最小値から自己像のビジビリティを算出すると 60%となり、吸収格子を利用し た従来の光学系よりも高い値を示した[13]。従来の光学系では自己像と吸収格子のモアレ縞 を計測するため、吸収格子における X 線透過などによってビジビリティが低下するが、本 光学系では自己像を直接検出できるため高いビジビリティを取得することができた。



図 6.6 (a)自己像(試料: アクリル球、直径 3 mm) (b)点線部の断面プロファイル

■ 画像解析

自己像を直接観察しているので1枚の画像から位相情報を抽出することができる。図 6.7 に今回使用した画像解析法の概要を示す。試料を通過した赤枠部分の自己像と、通過して いない同列の青枠部分の自己像に注目する。図 6.7 右はそれぞれの点線部における強度プロ ファイルを示しているが、試料による吸収や位相シフト、小角散乱の影響で、強度プロフ ァイルに差が生じる。検出面上の位置をxとして4つのデータ点に対し、以下の関数f(x)で 最小二乗フィッティングを行う。

 p_2 は自己像の周期である。 a_1 、 a_2 、 a_3 はフィッティング変数であり、解が収束した場合、各 ピクセルでこれらのパラメータを得ることができる。試料を配置した場合の解を a_1^s 、 a_2^s 、 a_3^s 、試料なしの場合の解を a_1^r 、 a_2^r 、 a_3^r とすると、これらの6つのパラメータを用いて各ピ クセルで

$$\alpha = \frac{p_2}{2\pi d} (a_2^s - a_2^r) \tag{6.3}$$

$$D = \frac{V^{s}}{V^{r}} = \frac{a_{1}^{s} / a_{3}^{s}}{a_{1}^{r} / a_{2}^{r}}$$
(6.4)

の計算を行うことで、吸収像、位相微分像、暗視野像を取得することができる[12]。*d*は試料と検出器の距離である。



図 6.7 自己像の最小二乗フィッティングによる画像解析

図 6.8 は上記の計算に基づき画像解析を行った結果である。X 線源の投入電力は 50 W (管 電圧 20 kV、管電流 2.5 mA) であり、1 枚の画像は露出時間 5 秒で取得した。CCD のノイ ズを低減するために 30 枚の画像を積算し平均化している。図のように鮮明な吸収像、位相 微分像、暗視野像の取得に成功した。位相微分像は試料エッジ部分が強調されており、典 型的な位相微分像のコントラストを示している。また暗視野像では吸収像で確認できない 米粒内部の割れを鮮明に観察できている。



図 6.8 自己像直接検出による位相イメージング

またわずかな自己像の変化を観察するために、検出器をピクセルサイズ以下で並進させ ながらスキャン撮影を行った。これによりピクセル間のデータを補うことができ、並進回 数をNとすると4Nのデータで最小二乗フィッティングできるようになる。

図 6.9 はスキャン撮影により位相イメージングを行った結果である。X 線源の投入電力 は 50 W (管電圧 20 kV、管電流 2.5 mA)であり、1 枚の画像は露出時間 5 秒で取得した。 CCD のノイズを低減するために 10 枚の画像を積算して平均化している。検出器を 3 µm/step で並進させ、計 8 枚の画像を取得した。これにより各ピクセルでは 32 点のデータでフィッ ティングができるようになる。図のように鮮明な吸収像、位相微分像、暗視野像の取得に 成功した。位相微分像や暗視野像では吸収で確認できない小魚の内部の構造を鮮明に観察 することができている。このように複雑な構造の試料に対してもスキャン撮影により高分 解能で位相イメージングが可能であることがわかった。



図 6.9 スキャン撮影を用いた位相イメージング

■ 撮影視野の測定

本光学系の撮影視野を測定するために検出器を図 6.5 の y 方向に移動させながら自己像を 観察した(図 6.10)。光軸から 20 cm の範囲では 50%以上の高いビジビリティを確保できる ことがわかった。また光軸から 30 cm の位置ではややビジビリティが下がる。これは X 線 が位相格子に対して斜めに入射するためであり、位相格子の実効的な周期が短くなって自 己像の形成位置が変化するためである。しかしながら 30%以上のビジビリティを維持して おり、この結果より本光学系は 60 cm×60 cm 以上の撮影視野があることがわかった。位相 格子を湾曲させればさらに広い視野が確保できる可能性がある。

一方、通常の光学系では検出器の直前に吸収格子を配置するため、吸収格子のパターン 面積で視野が制限される。現在、実現している吸収格子の大きさ(10 cm×10 cm) と比較 すると本光学系はその 6 倍の視野を確保できている。また埋め込みターゲットの代わりに 光源格子を使用した場合、第 1 章で解説したように、高アスペクト構造による視野の制限 がある[14,15]。仮に同じ周期、幅の光源格子を仮定し、厚さ 30 μm であるとすると、アスペ クト比ηは 30 であり、1 m 下流での最大撮影視野は FOV= 6.7 cm となる。このように埋め 込み X 線ターゲットを用いることで、広い視野での撮影が可能になった。



図 6.10 撮影視野測定

6.4 自己像直接検出による位相イメージング(Mo)

6.4.1 微細ラインターゲットの作製

第4章で述べた作製プロセスにより Mo ターゲットを作製した。図 6.11 に作製後のター ゲット表面の SEM 観察像を示す。周期 2 μm のターゲットの作製に成功した。ダイヤモン ド掘り込み深さは 2 μm である。Mo ターゲットのライン幅は設計値よりやや大きな値にな ったが、これはダイヤモンドのエッチングの際に生じるテーパーが原因であり、Cu と Mo の埋め込み量の差によって生じている。また複数回のスパッタと研磨処理を行ったため、 Mo ラインの埋め込みがやや不均一になっている。埋め込み膜厚は 2 μm であり加速電圧 40 kV の電子線に対しては十分な厚さであるが、X 線発生効率を考えれば均質なラインを形成 するのが望ましい。そのため今後はエッチングや成膜プロセスの改善が必要である。



図 6.11 微細ラインターゲット (Mo) の表面形状

6.4.2 位相イメージング

Mo ターゲットを用いて自己像直接検出型 Talbot-Lau 干渉計の検証を行った。Mo の特性 X線は Cu よりもエネルギーが高く、透過性に優れるため、X線吸収係数の大きな試料の観 察が可能になる。図 6.12 に Mo ターゲットを用いた光学系の概略図を示す。ターゲットに 電子線を照射し、基板裏面方向に発生する X線を利用した。ターゲットは銅製ホルダーを 水冷することにより間接的に冷却している。位相格子は厚さ 6 µm の SiC メンブレン上に Ta ラインを形成したもので周期は 1.96 µm である。検出器は前節と同様に X線用冷却 CCD (BITRAN: BQ-52E)を使用した。ピクセルサイズは 24 µm × 24 µm、ピクセル数は 1024× 1024 である。電子ビームのフォーカスサイズは楕円状であり 0.6 mm(x) × 0.8 mm(y)である。試料 -検出器間の距離を 75 cm に固定して撮影を行った。



図 6.12 Mo ターゲットを用いた自己像直接検出光学系

■ 自己像の観察

図 6.13(a)に管電圧 40 kV、管電流 2 mA、露出時間 30 秒で撮影した結果を示す。CCD の ノイズを低減するために 20 枚の画像を積算し平均化している。Cu と同様に自己像の直接観 察に成功した。自己像は検出器面内の全域(2.5 cm×2.5 cm)で観測できた。図 6.13(b)は(a) の点線部の強度プロファイルを示しているが、自己像のコントラストが明瞭に現れている のがわかる。また周期 100 µm であるため、Cu と同様に、4 ピクセル周期で振動しているの がわかる。この強度プロファイルの最大値と最小値から算出した自己像のビジビリティは 23%であり、過去の例と同程度の大きさであった[4]。Cu と比較してビジビリティが低下し ているのは、光源のライン幅が設計値よりも大きいためだと考えられる。ライン幅が 1 µm、 光源-位相格子間距離が 2.8 cm のとき、空間コヒーレンス長は ζ_s= 1.99 µm であり、位相格 子の周期とほぼ同程度である。



図 6.13 (a)Mo 光学系で取得した自己像 (b)点線部の断面プロファイル

■ 画像解析

Cuのときと同様の手法で画像解析を行った(図 6.14)。X 線源の投入電力は160W(管電 圧 40 kV、管電流 4 mA)であり、1 枚の画像は露出時間 15 秒で取得した。CCDのノイズを 低減するために 80 枚の画像を積算し平均化している。図のように鮮明な吸収像、位相微分 像、暗視野像の取得に成功した。ガラスやアルミナはX線の吸収係数が大きく、Cuを用い た光学系ではイメージングが困難な材料であるが、位相微分像では図のように試料のエッ ジが強調された典型的なコントラストを得ることができた。また暗視野像について、ポリ エチレンやテフロンはコントラストがほとんど見られないが、これは試料内部が均一な構 造であり、小角散乱を誘起する構造体がないためである。また図 6.15 は吸収像と暗視野像 の断面プロファイル(図 6.14 の点線部)を示しているが、透過率はアルミナとガラスでほ とんど違いはないが、ビジビリティに差があることがわかる。これは多孔質材料のアルミ ナ内部でX線が散乱されているためである。このように本光学系は吸収で区別できない物 質の識別が可能であることがわかった。



図 6.14 自己像直接検出による位相イメージング



図 6.15 吸収像と暗視野像のラインプロファイルの比較

■ 光学系の比較

自己像を拡大投影して直接検出する光学系は他のグループによっていくつか報告されて いる[4,16–19]。中でも 2010 年の東北大のグループによる報告[4]では、位相格子を光源格子 に接近させて実験室で自己像直接検出による位相イメージングを行っており、本提案法と類似 の光学系である。表 6.1、表 6.2 は文献の光学系と今回の光学系について配置や実験条件を 比較したものである。過去の文献では全長が約 7 m と非常に大きくなっている。これは光 源格子の構造が原因である。光源格子の周期は 5.3 µm であり、空間コヒーレンス長を確保す るために光源と位相格子の距離を 19 cm 離している。一方、自己像を直接検出するためには、 自己像の拡大率も確保する必要があり、この距離で十分拡大させるためには位相格子と検出器 間の距離を 6.9 m と大きく離す必要があった。位相格子をさらに近づけるためには微小な開口 幅が要求されるが、光源格子を使用した場合、高さを維持しつつ現状よりも狭い開口幅を作製 するのは困難である。

これに対し本光学系では微細化が可能な埋め込み X 線ターゲットを利用しており、周期 2.0 µm、ライン幅 1.0 µm を用いて、光源-位相格子間の距離を 2.8 cm まで短縮している。これ

により全長の1.5mという卓上サイズの光学系でのイメージングが可能になった。単純に比 較すると全長は従来の約 1/5 の大きさとなっている。これは微細ラインの効果だけでなく、 検出面での自己像周期の差も影響している。

また実験条件について、本研究での投入電力(管電圧と管電流の積)は最大160 W であ り、従来に比べ大幅に小さいことがわかる。このように低電力でイメージングが可能にな った理由として、使用した回折格子や検出器の違いも影響していると考えられるが、これ らについては文献[4]に詳細な記述がないため、厳密な比較を行うことはできない。しかし ながら全長が従来の 1/5 である本光学系では、X 線強度は距離の 2 乗に反比例するため、同 じ投入電力でも従来の 25 倍の X 線強度を確保できており、これが電力差の大きな要因の一 つとなっている。

	G₀開口幅 w₀[μm]	G ₀ 周期 p ₀ [µm]	G ₁ 周期 <i>p</i> ₁ [µm]	自己像周期 <i>p</i> ₂ [μm]	G ₀ -G ₁ 間距離 <i>R</i> [cm]	G ₁ -検出器間距離 Z _T [cm]	全長 <i>R</i> +Z _T [cm]
今回	1.0	2.0	1.96	100	2.8	146	150
文献[4]	2.65	5.3	5.15	190	19	680	699

表61 過去の文献[4]との比較(光学系)

表 6.2 週去の又厭[4]との比較 (美験条件)						
	管電圧 [kV]	管電流 [mA]	投入電力[W]	露出時間[秒]		
今回	40	4	160	15		
文献[4]	40	135	5400	25		

主(2) 過十の支払(1)の比較(安略タ供)

6.5 結言

本章では微細な幅のマルチライン X 線ターゲットを用いて卓上サイズの自己像直接検出型 Talbot-Lau 干渉計を構築し、位相イメージングを行うことでその有用性を検証した。

ターゲットの作製では第4章で示した作製プロセスを用いることで、幅1umの微細ライ ンターゲット(Cu、Mo)を作製することができた。

Cu ターゲットを用いた光学系では全長1mというコンパクトな光学系で自己像の直接検 出に成功した。また自己像は 50%を超える高いビジビリティを示した。さらに最小二乗フ ィッティングを用いた画像解析により、吸収像、位相微分像、暗視野像の取得に成功し、 スキャン撮影を用いることでより詳細な解析が可能であることを示した。また撮影視野は 60 cm×60 cm であり、従来の光学系の6倍程度の大きさを確保できることがわかった。

Mo ターゲットを用いた光学系においても自己像の直接検出に成功した。全長は 1.5 m で あり、光源格子を用いた過去の例と比較すると約 1/5 の大きさである。Mo の特性 X 線を利 用することで、Cuの光学系では撮影が困難であったX線吸収係数が大きな材料(ガラスや アルミナ)の観察が可能になり、吸収で区別できない物質の識別が可能であることもわかった。

このように本手法によって、従来の構成から光源格子だけでなく吸収格子も除いて位相 イメージングが可能になり、1ショット撮影や広い視野での撮影が可能になった。本手法の メリットはこれだけではない。まず位相格子を光源に接近させて配置するため、位相格子 の面積が小さくて済む。例えば全長1mの光学系で光源の下流1cmの位置に位相格子を置 いた場合、50 cm×50 cmの視野を確保するために必要な位相格子の面積はわずか5 mm×5 mmである。この場合、厳密には位相格子をある程度湾曲させる必要があるが、吸収格子の ような高アスペクトパターンに比べれば、湾曲はそれほど難しいものではない。また位相 格子と検出器が離れているため、試料の置くスペースを十分確保できるのも利点である。 従来の光学系で小型化を行った場合、位相格子や吸収格子で区切られるため観察できる試 料の大きさも制限されるが、本手法の場合は小型化してもスペースを有効に利用できる。

一方で、今後、本章で示した自己像直接検出型の光学系をさらに発展させるためには、 以下で示す3つの課題に取り組む必要がある。

①画像解析による空間分解能回復技術の導入

自己像直接検出型の光学系では試料と検出器の距離を一定以上離す必要がある。試料と 検出器の距離を大きくとると、自己像の変位が大きくなり位相感度が向上するためである。 一方で試料を検出器から離すと、光源の大きさに起因した半影(ぼけ)が像に生成され、 空間分解能が低下する。すなわち感度と空間分解能はトレードオフの関係にある。光源サ イズの縮小によってこれを改善することができるが、この場合、電子線の照射密度が上が るため投入電力に制限が加わり、結果的に X 線強度が不足することになる。今回の実験で は、ある程度の空間分解能低下を許容しつつ撮影を行っていた。現状の光源サイズを維持 しつつトレードオフの問題を解消するために、現在、画像処理による分解能回復技術の導 入を検討している。検出器で得られる劣化画像は被写体像と光源の強度分布のコンボリュ ーションで表される。そのため原理的には劣化画像を光源の分布でデコンボリューション することで半影を除いた鮮明な像を得ることができる[20,21]。埋め込みターゲットの場合、 光源の強度分布が既知であるため、この技術の適用が可能である[22]。

②取得画像のノイズ除去

本章ではいくつか撮影結果を示したが、画像解析を行う際に多くの撮影画像を積算している。本来、1枚の取得像から位相微分像や暗視野像を抽出できるが、取得した画像にノイズがある場合、フィッティングに大きな誤差が生じ、解析画像にアーティファクトが形成される。今回使用した検出器は市販の直接変換型X線CCDであるが、素子の劣化のため信号雑音比(SN比)が悪く、10枚以上の画像を積算してノイズを低減していた。この問題の解決には検出器の性能向上が大きな鍵である。SN比が改善すれば、その分積算枚数も少な

くて済む。また画像処理によるノイズ除去も有効である。近年、画像処理技術は大幅に進 化しており、ノイズ処理の技術だけでも国内で多くの特許が申請されている。これと組み 合わせれば本当の意味での1ショット撮影も可能になる。

③高エネルギー化

今後、医療など応用を検討する場合、人体のような厚い被写体を観察するために高エネ ルギーX線の使用が不可欠になる。マンモグラフィの場合、中心エネルギー30 keV 程度、 胸部レントゲンでは 50~60 keV、金属などの非破壊検査用途になると 100 keV 以上が必要 になる場合もある。全長は X線エネルギーに比例するため、現状の Cu の光学系(8.0 keV、 1 m) について周期などを変えずに高エネルギー化すると、30 keV では全長は 3.8 m となり 投入電力の増加も問題となる。卓上サイズで実現するには周期が数百 nm の埋め込みターゲ ットと位相格子が必要になる。第4章でも述べたが現状のプロセスでは周期は 1~2 μm 程 度が限界であり、微細化には作製プロセスの見直しが必要である。しかしながら半導体分 野では最先端で数 nm の加工が行われており、数十 nm~数百 nm の加工は決して難しいも のではない。

上記の課題を解決できれば汎用性の高い X 線撮影システムを実現できると考えられる。

参考文献

- [1] Y. Takeda, W. Yashiro, Y. Suzuki, S. Aoki, T. Hattori, and A. Momose, "X-ray phase imaging with single phase grating," Jpn. J. Appl. Phys. 46, L89–L91 (2007).
- [2] K. S. Morgan, P. Modregger, S. C. Irvine, S. Rutishauser, V. A. Guzenko, M. Stampanoni, and C. David, "A sensitive x-ray phase contrast technique for rapid imaging using a single phase grid analyzer," Opt. Lett. 38, 4605–4608 (2013)
- [3] T. Donath, M. Chabior, F. Pfeiffer, O. Bunk, E. Reznikova, J. Mohr, E. Hempel, S. Popescu, M. Hoheisel, M. Schuster, J. Baumann, and C. David, "Inverse geometry for grating-based x-ray phase-contrast imaging," J. Appl. Phys. **106**, 054703 (2009).
- [4] A. Momose, H. Kuwabara, and W. Yashiro, "X-ray phase imaging using Lau effect," Appl. Phys. Express 4, 066603 (2011).
- [5] W. Yashiro, D. Noda, T. Hattori, K. Hayashi, A. Momose, and H. Kato, "A metallic glass grating for x-ray grating interferometers fabricated by imprinting," Appl. Phys. Express 7, 032501 (2014).
- [6] J. Mohr, T. Grund, D. Kunka, J. Kenntner, J. Leuthold, J. Meiser, J. Schulz, and M. Walter, "High aspect ratio gratings for x-ray phase contrast imaging," AIP Conf. Proc. 1466, 41–50 (2012).
- [7] M. Stampanoni, Z. Wang, T. Thüring, C. David, E. Roessl, M. Trippel, R. A. Kubik-Huch, G. Singer, M. K. Hohl, and N. Hauser, "The first analysis and clinical evaluation of native breast tissue using differential phase-contrast mammography," Invest. Radiol. 46, 801–806 (2011).
- [8] J. Kiyohara, C. Makifuchi, K Kido, S. Nagatsuka, J. Tanaka, M. Nagashima, T. Endo, S. Ichihara, W. Yashiro and A. Momose, "Development of the Talbot–Lau interferometry system available for clinical use," AIP Conf. Proc. 1466, 97–102 (2012).
- [9] T. Michel, J. Rieger, G. Anton, F. Bayer, M. W. Beckmann, J. Durst, P. A. Fasching, W. Haas, A. Hartmann, G. Pelzer, M. Radicke, C. Rauh, A. Ritter, P. Sievers, R. Schulz-Wendtland, M. Uder, D. L. Wachter, T. Weber, E. Wenkel, and A. Zang, "On a dark-field signal generated by micrometer-sized calcifications in phase-contrast mammography," Phys. Med. Biol. 58, 2713–2732 (2013).
- [10] N. Hauser, Z. Wang, R. A. Kubik-Huch, M. Trippel, G. Singer, M. K. Hohl, E. Roessl, T. Köehler, U. V. Stevendaal, N. Wieberneit and M. Stampanoni, "A study on mastectomy samples to evaluate breast imaging quality and potential clinical relevance of differential phase contrast mammography," Invest. Radiol. 49, 131–137 (2014).
- [11] S. Grandl, K. Scherer, A. Sztrókay-Gaul, L. Birnbacher, K. Willer, M. Chabior, J. Herzen, D.

Mayr, S. D. Auweter, F. Pfeiffer, F. Bamberg, K. Hellerhoff, "Improved visualization of breast cancer features in multifocal carcinoma using phase-contrast and dark-field mammography: an ex vivo study," Invest. Radiol. **25**, 3659–3668 (2015).

- [12] N. Morimoto, S. Fujino, K. Ohshima, J. Harada, T. Hosoi, H. Watanabe, and T. Shimura, "X-ray phase contrast imaging by compact Talbot–Lau interferometer with a single transmission grating," Opt. Lett. **39**, 4297–4300 (2014).
- [13] T. Shimura, N. Morimoto, S. Fujino, T. Nagatomi, K. Oshima, J. Harada, K. Omote, N. Osaka, T. Hosoi, and H. Watanabe, "Hard x-ray phase contrast imaging using a tabletop Talbot–Lau interferometer with multiline embedded x-ray targets," Opt. Lett. 38, 157–159 (2013).
- [14] V. Revol, C. Kottler, R. Kaufmann, I. Jerjen, T. Lüthi, F. Cardot, P. Niedermann, U. Straumann, U. Sennhauser, and C. Urban, "X-ray interferometer with bent grating: towards larger fields of view," Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. A 648, 302–305 (2011).
- [15] T. Thuering, P. Modregger, T. Grund, J. Kenntner, C. David, and M. Stampanoni, "High resolution, large field of view x-ray differential phase contrast imaging on a compact setup," Appl. Phys. Lett. 99, 041111 (2011).
- [16] W. Yashiro, Y. Takeda, A. Takeuchi, Y. Suzuki, and A. Momose, "Hard-x-ray phase-difference microscopy using a Fresnel zone plate and a transmission grating," Phys. Rev. Lett. 103, 180801 (2009).
- [17] W. Yashiro, S. Harasse, A. Takeuchi, Y. Suzuki, and A. Momose, "Hard-x-ray phase-imaging microscopy using the self-imaging phenomenon of a transmission grating," Phys. Rev. A 82, 043822 (2010).
- [18] H. Kuwabara, W. Yashiro, S. Harasse, H. Mizutani, and A. Momose, "Hard-x-ray phase-difference microscopy with a low-brilliance laboratory x-ray source," Appl. Phys. Express 4, 062502 (2011).
- [19] S. Matsuyama, H. Yokoyama, R. Fukui, Y. Kohmura, K. Tamasaku, M. Yabashi, W. Yashiro, A. Momose, T. Ishikawa, and K. Yamauchi, "Wavefront measurement for a hard-x-ray nanobeam using single-grating interferometry," Opt. Express 20, 24977–24986 (2012).
- [20] E. E. Fenimore, "Coded aperture imaging: the modulation transfer function for uniformly redundant arrays," Appl. Opt. **19**, 2465–2471 (1980).
- [21] Y. B. Zou, B. Schillinger, S. Wang, X. S. Zhang, Z. Y. Guo, and Y. R. Lu, "Coded source neutron imaging with a MURA mask," Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. A 651, 192–196 (2011).
- [22] 佐野壱成, マルチドット状埋め込みターゲットと画像復元処理による X 線透過撮影法 の高分解能化, 平成 26 年度 大阪大学 工学部 応用自然科学科 精密科学コース 卒業 論文 (2015).

第7章 2次元位相イメージングへの展開

7.1 緒言

前章では微細マルチラインターゲットを用いて自己像直接検出型 Talbot-Lau 干渉計の検証 を行った[1]。この光学系では Talbot-Lau 干渉計の課題であった光源格子と吸収格子を用いず に位相イメージングが可能である。

本章では先の光学系の発展形として、2 次元位相イメージングへの応用を検討した。図 7.1 は今回提案する光学系の概略図である。図のようにターゲットと位相格子を2次元化す ることで、ドットアレイ状の自己像を形成する。通常の1 次元の光学系では自己像がライ ン状に形成されるため、自己像の変位および変化はラインと垂直方向の成分しか計測でき ず、ライン方向に生じる屈折や小角散乱に対してコントラストを形成しない。例えば医療 分野への応用を考えた場合、1 次元の光学系では格子の方向によっては屈折や散乱を検出で きすに病変などを見逃してしまう可能性がある。そのためこの性質は1 次元光学系の大き な欠点として認識されている。特に繊維状の物質の場合、X線は特定の方向で強く散乱され るため、暗視野像では格子の向きによって大きくコントラストが変わり、繊維の向きと一 致しないと観察できない場合がある。最近では試料を格子面に対して回転させながら暗視 野像を取得する DDFI 法(directional dark-field imaging)により、物質の構造を詳細に解析し た結果が多数報告されているが[2-7]、この場合、回転させる分だけ撮影時間が増加するた め、数十分の露出が必要になる。



図 7.1 自己像直接検出型 2 次元 Talbot-Lau 干涉計

これに対しターゲットや位相格子の 2 次元化によりドット状の自己像を形成できれば、 あらゆる方向の自己像の変位を検出できる。これにより多方向(通常はxとyの2方向)の 位相微分像や暗視野像を取得できるため、屈折や散乱方向に異方性を有する物質の観察も 可能である。

2 次元格子を用いた位相イメージングについてはこれまでいくつか報告がある[8–14]。 2011 年には 2 次元の光源格子、位相格子、吸収格子を使用して、2 次元 Talbot–Lau 干渉計 が実施されている[12]。報告では自己像の変位方向に応じて異なる位相微分像のコントラス トが形成されており、2 次元干渉計の有用性が示されている。

しかし Talbot-Lau 干渉計の 2 次元化にはいくつか問題がある。まず光源格子や吸収格子 の作製である。図 7.2 に 2 次元の振幅型回折格子の例を示すが[15]、2 次元状に加工された Si に Au が埋め込まれた構造を持っており、1 次元の場合に比べ格子の作製が一層難しくな る。また縞走査法による画像解析の際、2 次元の光学系の場合、吸収格子を 2 方向に並進さ せる必要があるため[9]、撮影時のスキャン枚数の増加も問題である。フーリエ変換を用い た1ショット解析[10-13]もあるが、詳細な計測には依然としてスキャン撮影が必要であり、 測定時間や被曝線量の増加が問題となっている。さらに光源格子や吸収格子は X 線の大部 分を遮蔽してしまうため、検出面での X 線強度の低下も問題である。このため過去の報告 では 3150 W(管電流 35 kV、管電流 90 mA)という大きな投入電力が必要になっている[12,13]。

一方、本光学系の場合、光源格子や吸収格子を用いずにイメージングができるため、容易に2次元化が可能である。またこれらの格子によるX線の遮蔽もないため発生したX線を有効に利用できる。さらにスキャン撮影が必要なく1枚の撮影画像から位相微分像や暗視野像を抽出できるため、測定時間や被曝線量の低減も期待できる。

そこで本章ではマルチドットターゲットを用いた自己像直接検出型2次元Talbot-Lau干渉計を構築し、位相イメージングを行うことでその有用性を評価した[16]。



図 7.2 振幅型回折格子(2 次元)の断面[15]

7.2 光学設計

第2章の式(2.57)、(2.61)~(2.63)を用いて光学系の設計を行った。図7.3 にその概略図を 示す。実用面を考慮して卓上でイメージングできるように全長1m以内に設計した。

光源にはドット状のターゲット、位相格子にはチェッカーボード状の格子を使用した。 ターゲット材料には Cu を選択し、その特性 X 線 (8.0 keV)を基準に設計を行った。自己 像は画素サイズ 24 μm の検出器で直接解像できるように 100 μm に設計した。位相格子の周 期は 6.0 μm、高さは Cu の特性 X 線が π だけ位相シフトするように 10 μm に設計した。光 源と位相格子の距離は 3.0 cm であり、この距離で空間コヒーレンス長を確保するために、 光源のドットの大きさは 1.0 μm とした。



図 7.3 2次元光学系の設計

7.3 マルチドットターゲットの作製

第4章で述べた作製プロセスを利用してマルチドットターゲットの作製を行った。図7.4 に作製後のターゲット表面の SEM 観察像を示す。ダイヤモンド中に Cu が埋め込まれてお り、ドットアレイ状の 2 次元ターゲットの作製に成功した。ダイヤモンドの掘り込み深さ は 3 μm である。ドットの大きさは 1.8 μm であり、設計よりやや大きくなった。これはダイ ヤモンドのエッチングの際に生じるテーパーが原因である。また研磨処理を行ったため、 埋め込んだ Cu のドットにボイドが形成されている。埋め込み膜厚は 1.5 μm であり、加速電 圧 20 kV の電子線に対しては十分な厚さであるが、X 線発生効率を考えれば均質に埋め込む ことが望ましいので、今後は作製プロセスの改善が必要である。



図 7.4 (a)埋め込みターゲットの写真 (b)パターン表面形状 (SEM)

7.4 位相格子の作製

第4章で述べた作製プロセスを利用して位相格子の作製を行った。図 7.5 に作製した位相 格子の表面および断面 SEM 像を示す。全面にチェッカーボード状のパターンが形成されて おり、垂直性が優れた掘り込みを形成できている。周期 6.0 μm、高さ 11.5 μm とほぼ設計通 りの位相格子を作製することができた。



図 7.5 (a)位相格子の表面形状 (b)断面形状

7.5 2次元位相イメージング

■ エネルギースペクトル

作製したターゲットを用いてエネルギースペクトルを測定した(図 7.6)。実験では Amptek 社製の半導体検出器(XR-100CZT)を使用した。ターゲットに電子線を照射し、基板裏面 方向に発生する X線を利用した(透過型)。透過型光学系についての詳細は付録に記述して いる。ターゲットから1m離れた位置に半導体検出器を配置し、管電圧 20 kV、管電流 20 μA、 露出時間 60 秒で撮影を行った。今回作製したドットターゲットのスペクトルを青色で示し ているが、8.0 keV の位置で Cu の特性 X線によるピークが確認できる。また比較として第 6章で作製した1 μm ラインターゲットのスペクトルを赤色で示しているが、ラインターゲ ットに比べピーク強度がやや低いのがわかる。これは埋め込まれている Cu の面積差による ものである。ターゲット基板表面の Cu の面積比はライン:ドット=1:0.78 であり、ピー ク強度比とほぼ一致した。



図 7.6 X 線スペクトル

■ 自己像の観察

作製したターゲットと位相格子を用いてイメージングを行った。ターゲットに電子線を 照射し、基板裏面方向に発生する X 線を利用した。検出器は X 線用冷却 CCD (BITRAN: BQ-52E)を使用した。ピクセルサイズは 24 μ m × 24 μ m、ピクセル数は 1024 × 1024 である。 電子ビームのフォーカスサイズは楕円状であり 0.7 mm(x) × 0.8 mm(y)である。試料-検出器 間の距離を 50 cm に固定して撮影を行った。

図 7.7 に管電圧 20 kV、管電流 3 mA、露出時間 8 秒で撮影した結果を示す。CCD のノイズを低減するために 100 枚の画像を積算し平均化している。図に示すようにドット状の自己像の観察に成功した。自己像は検出器面内の全域(2.5 cm×2.5 cm)で観測できた。図 7.8 は、図 7.7 (b)の枠線部の強度プロファイルを示しているが、自己像のコントラストが明瞭に現れているのがわかる。また周期 100 µm の自己像をピクセルサイズ 24 µm の検出器で解像しているため、約 4 ピクセルの周期で振動しているのがわかる。この強度プロファイルの最大値と最小値から自己像のビジビリティを算出すると x、y 方向どちらも 38% であった。ただし x、y 方向にライン強度プロファイルをとると、強度の最大値と最小値を同時に通過しないため、自己像自体のビジビリティとして考えると、この値はやや低く見積もられている。2 次元の強度分布の最大値と最小値から自己像のビジビリティを算出すれば 55%となる。ビジビリティが第 3 章の 1 次元の光学系よりもわずかに低くなっているのは、ドットの大きさが設計値よりも大きいためだと考えられる。

図 7.9 に自己像の変位マップを示す。矢印の向きは自己像の変位方向、長さや色はその変 位量に対応している。アクリル球によって放射状に自己像が変位しているのがわかる。ま た球のエッジ付近では自己像の変位が大きく、これはその部分で X 線が大きく屈折してい ることを表している。自己像の変位量は最大で4 µm 程度であることがわかった。



図 7.7 (a) 2 次元の自己像(試料: アクリル球、直径 3 mm) (b) 枠線部の拡大図



図 7.8 自己像の強度プロファイル



図 7.9 自己像の変位マップ(試料:アクリル球、直径 3 mm)

■ 画像解析

取得した自己像から位相微分像や暗視野像を算出した。第6章では画像解析の際、隣り 合う4ピクセルのデータを使用したが、2次元の解析では、検出面上の位置を(*x*, *y*)とおいた とき、1周期分4×4の16ピクセルの強度データを用いて、以下の関数*f*(*x*, *y*)で最小二乗フ ィッティングを行う。

 p_2 は自己像の周期である。この関数は x、y 方向の sin 関数を足し合わせたものであり、こ のように置くことで各方向の自己像の変化を個別に抽出することができる。 a_1 、 a_2 、 a_3 、 a_4 、 a_5 はフィッティング変数であり、解が収束した場合、各ピクセルでこれらのパラメータを 得ることができる。試料を配置した場合の解を a_1^s 、 a_2^s 、 a_3^s 、 a_4^s 、 a_5^s 、試料なしの場合の解 を a_1^r 、 a_2^r 、 a_3^r 、 a_4^r 、 a_5^r 、とすると、これらの 10 個のパラメータを用いて

$$\alpha_x = \frac{p_2}{2\pi d} (a_2^s - a_2^r) \quad \dots \qquad (7.3)$$

$$\alpha_{y} = \frac{p_{2}}{2\pi d} (a_{4}^{s} - a_{4}^{r}) \quad \dots \qquad (7.4)$$

$$D_{x} = \frac{V_{x}^{s}}{V_{x}^{r}} = \frac{a_{1}^{s} / a_{5}^{s}}{a_{1}^{r} / a_{5}^{s}}$$
(7.5)

$$D_{y} = \frac{V_{y}^{s}}{V_{y}^{r}} = \frac{a_{3}^{s} / a_{5}^{s}}{a_{3}^{r} / a_{5}^{r}}$$
(7.6)

の計算を各ピクセルで行う。dは試料と検出器の距離である。下付きのxとyは方向を表しており、これらの計算により、吸収像、x,y方向の位相微分像、x,y方向の暗視野像の計5 種類の画像を同時に取得することができる[16]。

図 7.10 は上記の計算に基づき画像解析を行った結果である。X 線源の投入電力は 60 W(管 電圧 20 kV、管電流 3 mA) であり、1 枚の画像は露出時間 8 秒で取得した。CCD のノイズ を低減するために 100 枚の画像を積算し平均化している。図のように鮮明な吸収像、位相 微分像、暗視野像の取得に成功した。位相微分像は x、y 方向ともに試料のエッジ部分が強 調されており、典型的な位相微分像のコントラストを得ることができている。また暗視野 像に関して、x 方向で見えない米粒内部のクラックを、y 方向では鮮明に写し出している。 これは X 線の屈折や散乱方向に異方性があるためであり、この結果は 2 次元位相イメージ ングの有用性を示している。



図 7.10 2 次元光学系による位相イメージング

■ フーリエ変換を用いた位相回復計算

物質を定量的に評価するためには得られたコントラストから試料の物性情報を抽出する 必要がある。本研究ではフーリエ変換を用いた位相回復計算[17]を利用して位相微分像から 位相像を算出した(図 7.11)。位相像は X 線の位相シフト量をマッピングしたものであり、 これを求めることで試料の屈折率を算出できるため、位相 CT への応用が可能になる。位相 像は、通常、位相微分像を一方向に積分することで取得できるが、単純に一軸積分を行う と位相微分像のノイズを拾い、積分方向に筋状のアーティファクトが発生する(図 7.11(a))。

これに対し、近年、位相像の計算法として、2方向の位相微分像を用いた計算アルゴリズ ムが提案された[17]。試料での位相シフト量*Φ*(*x*, *y*)は以下の式で計算できる。

$$\boldsymbol{\Phi}(x,y) = F^{-1} \left\{ \frac{F\left[\boldsymbol{\Phi}_{x} + i\boldsymbol{\Phi}_{y}\right](k,l)}{2\pi i(k+il)} \right\}(x,y) \quad \dots \quad (7.7)$$

通常の1次元のTalbot-Lau干渉計の場合、この解析を実施するためには、試料を回転させて2方向の位相微分像を取得する必要があり、撮影時間や被曝線量の増加が懸念される。

一方、本光学系の場合、1ショットで2方向の位相微分像が取得できるため、この計算が簡単に利用できる。このように本光学系では先の5枚の画像に加え、1ショットで鮮明な位相像も回復できることがわかった。



図 7.11 アクリル球(直径 3 mm)の位相像: (a)一軸積分 (b)フーリエ変換

■ 本光学系の応用例

Talbot-Lau 干渉計に関する研究はマンモグラフィのような生体応用を目的としたものが 一般的であるが、最近では非破壊検査機器への応用に対しても期待が寄せられている。そ こで本手法の応用例として炭素繊維強化プラスチック(carbon-fiber-reinforced plastic: CFRP) の観察結果を示す。CFRP は炭素繊維と樹脂材料が積層された構造をもっており、高い強度 と軽さを併せ持つ優れた材料である。近年では省エネルギー化が大きなトレンドであり、 これまで使用されていた AI よりも軽くて丈夫な材料として注目を集めている。最近では総 重量の 50%にこの材料を使用した航空機や自動車が開発され話題になった。CFRP は今後あ らゆる製品に利用されることが予想され、欠陥などの材料評価を非破壊で検査できる機器 が必要になる。

本研究では厚さ1mm の CFRP 板を用意した (図 7.12)。目印として鉛テープを貼り付け ている。黄色の点線部を2次元光学系で撮影し、板に対し曲げ応力をかけることでどのよ うに像が変化するかを観察した。曲げ応力は紙面方向に板を押し出すようにかけたが、写 真上では応力印加前後で全く違いを確認できない。



図 7.12 CFRP 板: (a)曲げ応力印加前 (b) 曲げ応力印加後
応力印加前の撮影結果を図 7.13 に示す。CFRP のほとんどの成分は炭素であるため、X 線 の吸収が少なく、吸収像ではほとんどコントラストを確認できない。また位相微分像でも コントラストは確認できなかった。一方、x 方向の暗視野像では、y 方向で確認できない、 縦方向に入った 5 本の筋を確認できる。これは初期から入っていたクラックであると考え られる。これに対し曲げ応力を加えた後に撮影した結果が図 7.14 である。吸収像や位相微 分像、y 方向の暗視野では同様にコントラストを確認できない。一方、x 方向の暗視野像で は無数のクラックが新しく形成されているのが分かる。これは曲げ応力によって CFRP 内部 の炭素繊維に亀裂が入ったためであり、本光学系は CFRP の非破壊検査に有用であることが わかった。



図 7.13 CFRP 撮影結果(曲げ応力印加前)



図 7.14 CFRP 撮影結果(曲げ応力印加後)

7.6 結言

本章ではマルチドットターゲットを用いた 2 次元自己像直接検出型 Talbot–Lau 干渉計を構築し、位相イメージングを行った。

ターゲットや位相格子の作製では第4章で示した作製プロセスを用いることで、ドット 状やチェッカーボード状の2次元ターゲットや位相格子の作製に成功した。

また試作したターゲットと位相格子を用いて撮影を行ったところ、全長1mというコンパクトな光学系でドット状の自己像の直接検出に成功した。自己像は検出器面内の全域(2.5 cm×2.5 cm)で観測でき、40%程度の高いビジビリティを示した。さらに最小二乗フィッティングを用いた画像解析により、吸収像、x,y方向の位相微分像、x,y方向の暗視野像の取得に成功した。位相微分像や暗視野像は方向によって異なるコントラストを示した。この結果から、2方位で調べることでこれまで見落とされていたコントラストを取得できることがわかり、2次元位相イメージングが有効であることが示された。またフーリエ変換を用いた位相回復計算を適用して鮮明な位相像の回復にも成功した。最後に本光学系の応用例として CFRP の観察結果を示し、非破壊検査機器として有用であることを示した。

現在、Talbot-Lau 干渉計は実用化に向けた検証が盛んに行われているが、これらのほとん どは1次元の光学系である。一部で2次元も検討されているが、光学系の構築が難しいだ けでなく2次元スキャンが必要になるなど、実用面を考えた場合に不利な点が多く、開発 が進んでいないのが現状である。

これに対し本光学系は光源格子や吸収格子を使用しないため、容易に 2 次元の光学系を 構築できる。またスキャンも必要ないため非常にシンプルな撮影システムである。さらに 今回は x と y の 2 方向に分けて像を取得したが、本手法では検出面内あらゆる方向の位相微 分像や暗視野像が取得できる。通常の 2 次元 Talbot-Lau 干渉計では格子の並進方向の像し か取得できない。例えば、x と y の 2 方向にスキャン撮影しても、その方向の位相微分像や 暗視野像は取得できるが、その他の方向の像は取得できない。乳がん検査などの高い精度 が要求される診断では、1 方向や 2 方向の情報で十分とは限らない。検査の感度や特異度の 向上させるためには本光学系のような多方向の情報を取得できるイメージング法が必ず必 要になる。

今後この技術の発展にはノイズ処理技術の導入や高エネルギー化などが必要になるが、 これらの課題をクリアできれば本光学系は極めて汎用性の高いX線撮影システムとなる。

参考文献

- [1] N. Morimoto, S. Fujino, K. Ohshima, J. Harada, T. Hosoi, H. Watanabe, and T. Shimura, "X-ray phase contrast imaging by compact Talbot–Lau interferometer with a single transmission grating," Opt. Lett. 39, 4297–4300 (2014).
- [2] T. H. Jensen, M. Bech, O. Buck, T. Donath, C. David, R. Feidenhans'l, and F. Pfeiffer, "Directional x-ray dark-field imaging," Phys. Med. Biol. 55, 3317–3323 (2010).
- [3] T. H. Jensen, M. Bech, I. Zanette, T. Weitkamp, C. David, H. Deyhle, S. Rutishauser, E. Reznikova, J. Mohr, R. Feidenhans'l, and F. Pfeiffer, "Directional x-ray dark-field imaging of strongly ordered systems," Phys. Rev. B 82, 214103 (2010).
- [4] G. Potdevin, A. Malecki, T. Biernath, M. Bech, T. H. Jensen, R. Feidenhans'l, I. Zanette, T. Weitkamp, J. Kenntner, J. Mohr, P. Roschger, M. Kerschnitzki, W. Wagermaier, K. Klaushofer, P. Fratzl, and F. Pfeiffer, "X-ray vector radiography for bone micro-architecture diagnostics," Phys. Med. Biol. 57, 3451–3461 (2012).
- [5] F. Bayer, S. Zabler, C. Brendel, G. Pelzer, J. Rieger, A. Ritter, T. Weber, T. Michel, and G. Anton, "Projection angle dependence in grating-based x-ray dark-field imaging of ordered structures," Opt. Express 21, 19922–19933 (2013).
- [6] V. Revol, C. Kottler, R. Kaufmann, A. Neels, and A. Dommann, "Orientation-selective x-ray dark field imaging of ordered systems," J. Appl. Phys. 112, 114903 (2012).
- [7] A. Malecki, G. Potdevin, T. Biernath, E. Eggl, K. Willer, T. Lasser, J. Maisenbacher, J. Gibmeier,
 A. Wanner, and F. Pfeiffer, "X-ray tensor tomography," Europhys. Lett. 105, 38002 (2014).
- [8] A. Momose and S. Kawamoto, "X-ray Talbot interferometry with capillary plates," Jpn. J. Appl. Phys. 45, 314–316 (2006).
- [9] I. Zanette, T. Weitkamp, T. Donath, S. Rutishauser, and C. David, "Two-dimensional x-ray grating interferometer," Phys. Rev. Lett. **105**, 248102 (2010).
- [10] H. H. Wen, E. E. Bennett, R. Kopace, A. F. Stein, and V. Pai, "Single-shot x-ray differential phase-contrast and diffraction imaging using two-dimensional transmission gratings," Opt. Lett. 35, 1932–1934 (2010).
- [11] H. Itoh, K. Nagai, G. Sato, K. Yamaguchi, T. Nakamura, T. Kondoh, C. Ouchi, T. Teshima, Y. Setomoto, and T. Den, "Two-dimensional grating-based x-ray phase-contrast imaging using Fourier transform phase retrieval," Opt. Express 19, 3339–3346 (2011).
- [12] G. Sato, T. Kondoh, H. Itoh, S. Handa, K. Yamaguchi, T. Nakamura, K. Nagai, C. Ouchi, T. Teshima, Y. Setomoto, and T. Den, "Two-dimensional gratings-based phase-contrast imaging using a conventional x-ray tube," Opt. Lett. 36, 3551–3553 (2011).

- [13] G. Sato, H. Itoh, K. Nagai, T. Nakamura, K. Yamaguchi, T. Kondoh, S. Handa, C. Ouchi, T. Teshima, Y. Setomoto, and T. Den, "Single-shot x-ray phase-contrast imaging using two-dimensional gratings," AIP Conf. Proc. 1466, 29–34 (2012).
- [14] K. S. Morgan, P. Modregger, S. C. Irvine, S. Rutishauser, V. A. Guzenko, M. Stampanoni, and C. David, "A sensitive x-ray phase contrast technique for rapid imaging using a single phase grid analyzer," Opt. Lett. 38, 4605–4608 (2013)
- [15] S. Rutishauser, M. Bednarzik, I. Zanette, T. Weitkamp, M. Börner, J. Mohr, and C. David, "Fabrication of two dimensional hard X-ray diffraction gratings," Microelectro. Eng. 101, 12–16 (2013).
- [16] N. Morimoto, S. Fujino, A. Yamazaki, Y. Ito, T. Hosoi, H. Watanabe, and T. Shimura, "Two dimensional x-ray phase imaging using single grating interferometer with embedded x-ray targets," Opt. Express 23, 16582–16588 (2015).
- [17] C. Kottler, C. David, F. Pfeiffer, and O. Bunk, "A two-directional approach for grating based differential phase contrast imaging using hard x-rays," Opt. Express 15, 1175–1181 (2007).
- [18] The Center for X-ray Optics $\pi \Delta \sim \vec{\mathcal{V}}$: http://www.cxro.lbl.gov/

第8章 2次元干渉計における位相格子の最適形状の 検討

8.1 緒言

前章では2次元の自己像直接検出型 Talbot-Lau 干渉計を検証した結果について述べた。1 次元の光学系の場合、格子方向の屈折や散乱を検出できないが、光学系を2次元化することで 格子の方向に依らず位相微分像、暗視野像コントラストを取得できるため、異方性を有する 試料の観察にも適用できる。また光源格子や吸収格子を使用しないためコストの低減や広 い視野での撮影が可能であり、実用面で優れた利点を数多く有する[1]。

本章では 2 次元の自己像直接検出型 Talbot-Lau 干渉計に使用する位相格子の形状につい て議論する。前章では図 8.1 左に示すチェッカーボード(CB)型の形状で、X 線の位相が π だけ位相シフトするような構造の位相格子を使用した。これまで 2 次元 Talbot(-Lau)干渉計 の報告はいくつかあるが[2-7]、全てこのタイプの格子が使用されている。

しかし2次元位相格子の形状についてはいくつかパターンが考えられる。例えば、図8.1 中央に示すメッシュ(M)型の格子や、ライン格子を2枚重ねたクロス(C)型の格子があ る。また位相シフト量もπやπ/2などがある。これらの位相格子は形成する自己像の位置や 形状がそれぞれ異なることが数値計算シミュレーションによって明らかになっている[8]。 そのため2次元の光学系を考えた場合、使用する位相格子によって各光学系には以下のよ うな違いが現れる。

①全長、電力効率

自己像の形成位置が異なるため、使用する位相格子によって光学系の全長が変わる。またこれにより検出面での実効的な X 線強度も変わるため、光学系の電力効率にも差が生じる。

②自己像の鮮明度(ビジビリティ)

自己像のビジビリティは入射 X 線の空間・時間コヒーレンスの影響で変化する。位相格 子や自己像の形状が異なる場合、その変化の度合いが異なる。また実際の光学系では位相 格子が有する形状誤差(開口比、丸み、高さ、側面粗さ等)によってもビジビリティが低 下する。そのため使用する位相格子によって自己像のビジビリティに差が生まれ、光学系 の位相感度に大きな影響を及ぼす。

このように使用する位相格子によって光学系の全長や電力効率、位相感度が変わる可能

性があるため、2次元光学系の実用化を考えた場合、これらの格子を実験的に検証する必要 がある。しかし従来の2次元光学系では光源格子や吸収格子の作製が困難であり、位相格 子の形状を検証した例はこれまで報告されてない。

そこで本研究では様々な種類の位相格子を用いて 2 次元の自己像直接検出型の光学系を 構築し、各光学系の全長や自己像のビジビリティなどを比較することで、位相格子の最適 な形状について検証した[9]。



図 8.1 位相格子の形状

8.2 2次元位相格子の種類と光学設計

様々な形状の 2 次元位相格子に対して波動場シミュレーションを用いて形成される自己 像の位置や形状を確認し、自己像直接検出型干渉計の光学設計を行った。表 8.1 に、単色平 面波が周期 *p*₁の位相格子に入射した場合の計算結果をまとめている。また図 8.2 は表 8.1 の 位相格子と自己像の形状を図示したものである。尚、自己像が形成される位置 *Z_p* は Talbot 次数 *m* を用いて

$$Z_p = m \frac{p_1^2}{\lambda}$$
(8.1)

と定義する。

C型の位相格子はライン状の $\pi/2$ 位相格子を 2 枚重ねた形状であり、図 8.2 のように格子 領域の 1/4 が π 、 1/2 が $\pi/2$ シフトするような構造を持つ。以降、この格子を $\pi/2 \cdot \pi$ -C 位相格 子と呼ぶ。これに対し CB型の位相格子は格子領域の 1/2 が位相シフトされるものであり、 このような格子を π -CB もしくは $\pi/2$ -CB 位相格子と呼ぶ。前章で扱った格子は π -CB 位相格 子である。また M型の位相格子は、格子領域の 3/4 が位相シフトする構造をもつ。本論文 では同様に π -M もしくは $\pi/2$ -M 位相格子と呼ぶ。

図 8.2 下段に示すように、π/2·π-C 位相格子や π-CB 位相格子が形成する自己像はドット状の強度分布を示す(以降、この形状は M'型と呼ぶ)。自己像の形成位置は異なり、π/2·π-C 位相格子の場合、m=1/2 の位置で自己像を形成するが、π-CB 位相格子はその 1/4 の距離(m=1/8)で形成する。ただし自己像の周期は位相格子の半分になる。π/2-CB 位相格子や π-M の位相格子が形成する自己像はどちらも CB 型の形状である。ただし自己像の形成位置は異

位相格子 の形状	位相シフト	タルボ次数 m	自己像周期 (p _{2p})	自己像 の形状
С	$\pi/2, \pi$	1/2, 3/2, 5/2,	p_1	M′
CB	π	1/8, 3/8, 5/8,	$p_1/2$	M′
CB	$\pi/2$	1/4, 3/4, 5/4,	p_1	CB
М	π	1/2, 3/2, 5/2,	p_1	CB
М	$\pi/2$	3/4, 7/4, 11/4,	p_1	М

表 8.1 平面波によって形成される自己像(2次元)



図 8.2(上段)位相格子の形状(下段)自己像の形状

なり、π/2-CB 位相格子はπ-M よりも近い位置に自己像を形成する。π/2-M 位相格子は M 型 の自己像を形成し、5 つの中で最も遠い位置に自己像を形成する。このように位相格子の形 状によって異なる位置に異なる形状の自己像が形成されるのがわかる。

5 種類の位相格子に対して自己像直接検出型 2 次元 Talbot-Lau 干渉計の設計を行った。設計では第 2 章の式(2.57)、(2.61) ~ (2.63)を用いている。表 8.2 は各光学系の設計値を示す。 また図 8.3 は表 8.2 の各光学系の設計を図示したものである。 G_0 は埋め込みターゲット、 G_1 は位相格子、 G_2 は自己像を指す。図 8.3 の自己像について、水色部分が自己像の明るい部分を表している。今回の検証では条件を揃えるために埋め込みターゲットと自己像の周期を固定して設計している。埋め込みターゲットの周期は 3.1 µm で、ドット状に Cu が並んだもの仮定した。自己像の周期はピクセルサイズ 24 µm の検出器で直接解像できるように 100 µm に設計した。X線のエネルギーは Cu の特性 X線 8.0 keV を基準とし、Talbot 次数 m は現実的な距離で撮影を行うために、表 8.1 の一番小さな値を使用した。図のように使用する格子によって全長が異なっており、これは Talbot 次数 m の違いに由来している。 $\pi/2 \cdot \pi$ -C や π -CB、 π -M 位相格子を用いた場合は全長 1 m であるのに対し、 $\pi/2$ -M は 1.5 m、 $\pi/2$ -CB は 50 cm とコンパクトな光学系になっている。また位相格子の周期は多くの場合 3 µm であるが、 π -CB の場合は 6 µm となっている。実験では $\pi/2 \cdot \pi$ -C 位相格子はライン状の $\pi/2$ 位相格子を 2 枚垂直に重ねて代用している。

表 8.2 様々な形状の 2 次元位相格子を用いた光学系						
G ₁ の形状	位相シフト	タルボ次数 m	G ₁ 周期 <i>p</i> ₁ [µm]	G ₀ -G ₁ 間距離 <i>R</i> [cm]	G ₁ -G ₂ 間距離 Z _T [cm]	
С	$\pi/2, \pi$	1/2	3	3	97	
CB	π	1/8	6	3	97	
CB	$\pi/2$	1/4	3	1.5	49	
М	π	1/2	3	3	97	
М	$\pi/2$	3/4	3	4.5	146	



図 8.3 自己像直接検出型 2 次元光学系

8.3 ビジビリティ低下因子が及ぼす影響の評価

Talbot-Lau 干渉計において自己像のビジビリティを低下させる要因は空間コヒーレンス、 時間コヒーレンス、位相格子の形状誤差などいくつか考えられる。本節では第3章の波動 場シミュレーションを用いて、それらの要因が自己像のビジビリティに及ぼす影響につい て検証した。

8.3.1 空間コヒーレンス

光源サイズが有限である場合、自己像のビジビリティを議論するためには空間コヒーレンス長を考慮しなければならない。本節では第3章で述べた空間コヒーレンスを考慮したシミュレーションを行った。既に述べたようにコヒーレンス係数を利用する方法[10]と畳み込み積分を利用する方法の2種類ある[11,12]。

図 8.4 は、π-M および π/2-M 位相格子に対して、光源サイズを変更したときの自己像の様 子を示したものである。シミュレーションでは 8.2 節で設計した光学系のパラメータを用い て計算を行っている。光源をガウス分布で仮定しており、その半値幅を s としている。どち らの計算法でも同様の傾向を示し、光源サイズが大きくなるにつれ、自己像のビジビリテ ィが低下しているのがわかる。



図 8.4 元源リイスによる空间コピーレンスの影響: (1 段目) π -M 位相格子のコヒーレンス係数シミュレーション (2 段目) π -M 位相格子の畳み込み積分シミュレーション (3 段目) $\pi/2$ -M 位相格子のコヒーレンス係数シミュレーション

(4 段目) π/2-M 位相格子の畳み込み積分シミュレーション



図 8.5 光源サイズを変更した場合の自己像のビジビリティの変化

また図 8.5 は 5 種類の位相格子に対して空間コヒーレンスの影響を計算した結果である。 コヒーレンス係数を用いた方法で計算し、強度の最大値と最小値から自己像のビジビリティを算出した。いずれのタイプも光源サイズが大きくなるにつれビジビリティが低下しているが、 $\pi/2 \cdot \pi$ -CB 位相格子は他の 3 つに比べ、緩やかに低下している。これは $\pi/2 \cdot \pi$ -C や π -CB 位相格子が形成するドット状 (M'状)の自己像が、他の CB 状や M 状に比べ、自己像の明るい領域が小さいためである。以上の結果より空間コヒーレンスに関してビジビリティを確保できるのは $\pi/2 \cdot \pi$ -C や π -CB 位相格子であることがわかった。

8.3.2 時間コヒーレンス

本研究では Cu の特性 X 線を基準に設計を行ったが、実際の X 線スペクトルには連続 X 線も含み、基準エネルギーとは異なる X 線も存在するため、自己像のビジビリティに影響 を及ぼすと考えられる。本節では、第 3 章で述べた時間コヒーレンスを考慮したシミュレ ーションを用いて、X 線のエネルギー分散による影響を検証した。

位相格子に対して平面波が入射した場合を考え、X線のエネルギースペクトル Is(En)を

とおき、一般的なガウス関数の形で定義する。 E_n は入射 X 線のエネルギー、 σ_E は標準偏差、 μ_E は平均値である。図 8.6 は平均値 μ_E = 8.0 keV のガウス関数であり、標準偏差 σ_E の大きさ を変えることで、スペクトルの形状が変化する。



図 8.6 式(8.2)で仮定した X 線エネルギースペクトル

図 8.7 は式(8.2)を用いて仮定した X 線スペクトルを用いて、自己像の形状を計算した結果 である。エネルギー幅が広がるにつれて中心エネルギーから大きく外れた X 線が増えるた め、自己像のビジビリティが低下する。特に π/2-CB や π/2-M については標準偏差の増加に よって自己像のコントラストの低下が大きい。



図 8.7 スペクトルの形状を変更した場合の白色光シミュレーション

図 8.8 はピクセルサイズが自己像の周期の 1/4 であると仮定してビニングし、強度の最大値と最小値を用いてビジビリティを算出した結果である。図からもわかるように $\pi/2 \cdot \pi$ -C や π -CB 位相格子は広いバンド幅の X 線に対して機能し、高いビジビリティを維持しているのがわかる。一方、 $\pi/2$ -CB や $\pi/2$ -M 位相格子は標準偏差 σ_E が大きくなるにつれビジビリティが大きく低下している。これはエネルギー変化により自己像の形状が変化しやすいためである。



図 8.8 スペクトルの形状を変更した場合の自己像のビジビリティ変化

8.3.3 位相格子の形状誤差

8.3.3.1 開口比

位相格子の形状に設計との誤差がある場合、自己像のビジビリティは低下する。図 8.9 は 作製した位相格子の表面形状の一例である。図のように開口部(H)と非開口部(B)の大 きさがわずかに異なる場合、位相の強め合いもしくは弱めあいの関係が崩れる可能性があ る。本節では開口比(H:B)の影響について検証した。計算では各位相格子に対して単色平 面波が入射した場合を考えている。

図 8.10~8.12 は 5 つの位相格子の開口比を変更した場合の、自己像の変化をまとめたものである。どの位相格子についても開口比が変われば自己像の形状が変化することがわかる。特に π-CB と π/2-M 位相格子は形状の変化が大きい。



図 8.9 位相格子の表面形状例 (CB型)



(下段) 上段の位相格子が形成する自己像



- 図 8.11 (上段)開口比を変更した場合の CB 型位相格子
 - (中段) 上段の形状のπ位相格子が形成する自己像
 - (下段) 上段の形状の π/2 位相格子が形成する自己像



(中段)上段の形状のπ位相格子が形成する自己像 (下段)上段の形状のπ/2 位相格子が形成する自己像

図 8.13 は、ピクセルサイズが自己像の周期の 1/4 であると仮定してビニングし、強度の 最大値と最小値を用いてビジビリティを算出した結果である。π/2·π-C や π-M 位相格子は開 口比に誤差があっても高いビジビリティを維持しているのに対し、π/2-CB や π/2-M 位相格 子は急激に低下することがわかった。



図 8.13 位相格子の開口比を変更した場合のビジビリティ変化

8.3.3.2 丸み

位相格子における表面形状の誤差には開口比だけでなく開口自体の形状誤差も含まれる。 本来、開口は矩形状であるが、図 8.14 のように丸み(*R_h*)がつく場合がある。本研究では コンタクト露光でレジストパターンを形成しているが、光がレジスト中で広がるためであ る。本節では丸み(*R_h*)の影響について検証した。計算では各位相格子に対して単色平面波 が入射した場合を考えている。ただしライン状の格子を2枚重ねる π/2·π-C については丸み が形成されることはないので省略している。



図 8.14 位相格子の表面形状例 (M型)

図 8.15、8.16 は周期 *p*₁の位相格子の開口部分に丸み *R*_hを形成し、*R*_hを変更した場合の自 己像の変化を示す。*R*_hが周期の 1/4 の場合、開口は円形状になる。*R*_hを変更することで自 己像の形状にわずかに変化が生じるが、いずれの位相格子の場合もコントラストの大きな 変化はないことがわかった。また図 8.17 はピクセルサイズを仮定してビニングし、強度の 最大値と最小値を用いてビジビリティを算出した結果である。ほとんどの形状の位相格子 で高いビジビリティを維持できるが、*π*/2-CB 位相格子のみわずかに減少傾向を示すことが わかった。

Phase grating	$R_h = 0p_1/16$	<i>p</i> ₁ /16	2 <i>p</i> ₁ /16	$3p_1/16$	4p ₁ /16
Self-image π-CB					
π/2-CB					
		マチキョン			*





図 8.16 (上段) *R_h*を変更した場合の M 型位相格子 (中段) 上段の形状の π 位相格子が形成する自己像 (下段) 上段の形状の π/2 位相格子が形成する自己像



図 8.17 位相格子の丸みを変更した場合のビジビリティ変化

8.3.3.3 高さ

位相格子の形状誤差として格子の高さも考慮すべきである。格子高さは位相差を決定する重要な因子であり、その高さの誤差は自己像のビジビリティに影響及ぼす可能性がある。Siの場合、8.0 keVのX線の位相を $\pi/2$ および π シフトさせるために格子の高さhはそれぞれ 5.0 μ m と 10.0 μ m 必要であるが、図 8.18 のようにエッチング条件によっては高さに誤差

を有する場合がある。本節では基準高さからの偏差(*d_h*)の影響について検証した。計算では各位相格子に対して単色平面波が入射した場合を考えている。



図 8.18 位相格子の断面形状例 (C型)

図 8.19 は高さの偏差 *d*_hを変更した場合の自己像の変化を示す。図 8.20 はピクセルサイズ が自己像の周期の 1/4 であると仮定してビニングし、強度の最大値と最小値を用いてビジビ リティを算出した結果である。π/2·π-C や π-CB、π/2-CB、π-M 位相格子の場合、自己像の形 状はほとんど変化がなく、高いビジビリティを維持している。一方、π/2-M 位相格子につい ては高さの変化でビジビリティが減衰する傾向がある。



図 8.19 高さの偏差 h_dを変更した場合の自己像の変化



図 8.20 高さの偏差 dhを変更した場合のビジビリティ変化

8.3.3.4 側面粗さ

位相格子の側面粗さも形状誤差として考えられる。特に深堀 RIE で作製した場合、ボッシュプロセスでは等方性エッチングと保護膜堆積を繰り返し行うため、そのステップに対応して側壁が波状構造(スキャロップ)になる[13]。X線が位相格子を通過する際、スキャロップで位相が乱れ回折パターンに影響を与える。本節では簡易的にこの影響を計算するために、第3章の式(3.3)にダンピングファクターD(θ)を導入して計算を行った[9]。この計算では検出面での複素振幅分布 *E*₂(*x*₂, *y*₂, *z*)を次のように定義する。

$$E_{2}(x_{2}, y_{2}, z) = \frac{1}{i\lambda} \iint E_{1}(x_{1}, y_{1}) \frac{\exp(ikr_{12})}{r_{12}} \cos(\theta) D(\theta) dx_{1} dy_{1}, \dots \dots \dots (8.3)$$

このときダンピングファクターD(θ)は

$$D(\theta) = \exp\left(-\frac{\theta^2}{2{\sigma_d}^2}\right) \dots (8.4)$$

と定義する。 $D(\theta)$ は回折角度 θ のガウス関数であり、 σ_d はその標準偏差である。 σ_d はスキャロップによる散乱の度合を示す。このとき格子側面のラフネス R_s とは、

$$\sigma_d \propto \frac{1}{R_s}$$
(8.5)

の関係があると仮定している。式(8.5)はラフネスが大きくなれば、位相が乱れ、高角側の回 折波の強度が減衰することを表している。一例として式(8.3)を用いて矩形開口によるフレネ ル回折の波動場を計算した結果を示す(図 8.21)。シミュレーションでは単色点光源を仮定 し、開口の大きさ 1.5 µm×1.5 µm、光源–開口間距離を 3.0 cm、開口–検出器間距離を 97 cm



図 8.21 (a)矩形開口 (b)矩形開口が形成する回折パターン: (左)従来 の計算(式(3.3))(右)ダンピングファクターを考慮した計算(式(8.3)) (c)点線部の強度プロファイル

として計算している。図 8.21(b)は回折されたパターンを示しており、式(3.3)による通常の 計算ではフレネル回折による副次的なピークが確認できるが、ダンピングファクターを導 入した計算ではそれが消失している。図 8.21(c)は図 8.21(b)の点線部の強度プロファイルを 示しているが、メインピークの横にある副次的なピークが消失しているのがわかる。スキ ャロップのような数十 nm オーダーの構造は X 線回折では高角側にその影響が顕著に現れ るため、ラフネスの度合いが大きい場合、図のように高角側に生じた回折ピークが消失す ると考えられる。

実際にダンピングファクターを導入して計算した結果を図 8.22 に示す。ラフネスが十分 小さい (σ_d が大きい)場合は理想的な自己像の形状に近いが、 σ_d が小さくなるにつれ形状が 大きく変化しているのがわかる。また図 8.23 はピクセルサイズが自己像の周期の 1/4 であ ると仮定してビニングし、強度の最大値と最小値を用いてビジビリティを算出した結果で ある。 $\pi/2 \cdot \pi$ -C や π -CB 位相格子は高いビジビリティを維持しているが、 $\pi/2$ -CB や π -M、 $\pi/2$ -M 位相格子は急激に低下しており、位相格子の側面粗れの影響が強く現れることがわかった。



図 8.22 側面粗さを変更した場合の自己像の変化



図 8.23 標準偏差 od を変更した場合の自己像のビジビリティ変化

8.4 実験結果と考察

8.4.1 マルチドットターゲットの作製 (PS型, FCS型)

第 4 章で述べた作製プロセスを利用してマルチドットターゲットの作製を行った。図 8.24(a)に作製後のターゲット表面の SEM 観察像を示す。ダイヤモンド中に Cu が埋め込ま れており、ドットアレイ状の 2 次元ターゲットの作製に成功した。ダイヤモンドの掘り込 み深さは 3 μm である。周期は 3.1 μm で、ドットの大きさは 1.7~1.9 μm であった。埋め込 んだ金属の膜厚は 1.5 μm である。

また図 8.24(b)は同様のプロセスで作製した CB 状のターゲットである。このターゲット はマルチドットターゲットの間にもドットを有する構造を持つ。周期は 3.1 µm であり、ド ットの大きさは 1.6~2.0 µm である。本論文では、以降、図 8.24(a)を PS (primitive square) 型ターゲット、図 8.24(b)を FCS (face-centered-square) 型ターゲットと呼ぶ。FCS ターゲッ トを用いた実験の詳細については 8.4.5 節で解説する。



図 8.24 埋め込み X 線ターゲットの表面形状: (a) PS 型ターゲット (b) FCS 型ターゲット

8.4.2 位相格子の作製(π/2·π-C, π-CB, π/2-CB, π-M, π/2-M 型)

第4章で述べた作製プロセスを利用して5種類の位相格子の作製を行った。図8.25に作製した位相格子の断面SEM像を示す。高さは $\pi/2$ 位相シフトさせる場合は5.0 µm、 π 位相シフトさせる場合は10 µmの大きさが必要であるが、図のように全てほぼ設計通りに作製することができた。位相格子の形状誤差について、開口比は多くの場合 B:H=5:5:5であり、大きくてもB:H=4.5:5.5もしくはB:H=5.5:4.5である。丸みはM型の格子については $R_h=p_1/8$ 程度であったが、その他は0に近い。高さはおおよそ設計通りで、その偏差は $d_h=\pm0.6$ µmであった。側面粗さについてSEM像では確認できなかったが、数十~数百 nmのスキャロップが形成されている。

各格子の作製について比較すると、(d)の π-M 位相格子は細かい周期でかつ高さが必要な ため作製が難しい。一方(b)の π-CB 位相格子は深さが必要だが周期が大きいので作製が比較 的容易である。また(a)の π/2·π-C 位相格子は 2 枚必要であるがパターニング等を考えれば 2 次元格子に比べれば作製は容易である。



図 8.25 Si 位相格子: (a) π/2·π-C (b) π-CB (c) π/2-CB (d) π-M (e) π/2-M

8.4.3 自己像の直接検出

作製したターゲットと位相格子を用いて図 8.3 の光学系を構築してイメージングを行った。ターゲットに電子線を照射し、基板裏面方向に発生する X 線を利用した。検出器は X 線用冷却 CCD (BITRAN: BQ-52E)を使用した。ピクセルサイズは 24 μm × 24 μm、ピクセル数は 1024 × 1024 である。

図 8.26(上段)は波動場シミュレーションを用いて計算した自己像である。シミュレーションでは単色点光源を仮定し、位相格子の周期や光源-位相格子間距離、位相格子-検出 器間距離は表 8.2 の数値を用いた。位相格子および検出器の計算領域はそれぞれ 40 μ m (x) × 40 μ m (y)と 1 mm (x) × 1 mm (y)であり、それぞれ 1000 × 1000 と 400 × 400 に分割して計算した。画像はその一部を切り取ったものである。検出器のピクセルサイズを考慮してビニングしている。尚、8.3 節で述べたビジビリティ低下要因の影響はいずれも考慮していない。

図 8.26(下段)は図 8.3の光学系で実際に取得した自己像である。また図 8.27 は図 8.26 の点線部の強度プロファイルを比較したものである。画像は全て、CCD のノイズを低減す るために 15 枚の画像を積算し平均化したものである。表 8.3 は各光学系の実験条件をまと めたものである。管電圧は 20 kV に固定し、管電流と露出時間は検出面でのフォトンの数が 1 ピクセルあたり平均 30000 カウントになるように調整している。光学系が一番コンパクト な π/2-CB 位相格子の場合、検出面での X 線強度が増加するため最も投入電力が低く、露出 時間も短い。一方、π/2-M 位相格子を用いた光学系は最も全長が長いため、長い露出時間が 必要になっている。また π/2·π-C 位相格子の場合は 2 枚の格子を使用するため、Si 基板での X 線の吸収が大きく、同じく長い露出時間が必要になっている。



図 8.26 2 次元位相格子が形成する自己像: (上段)シミュレーション結果(下段)実験結果



図 8.27 自己像の強度プロファイル (図 8.26 点線部)

Conditions	π/2·π-С	π-СВ	π/2-CB	π-Μ	π/2-M
Tube voltage (kV)	20	20	20	20	20
Tube current (mA)	3.0	3.0	1.0	3.0	2.0
Exposure time (s)	15	8.0	5.0	9.0	20

表 8.3 各光学系の実験条件

シミュレーションと実験結果における自己像の形状を比較すると、 $\pi/2 \cdot \pi$ -Cや π -CB、 $\pi/2$ -CB 位相格子は一致するが、 π -Mや $\pi/2$ -M 位相格子の形状が一致していないのがわかる。これは 8.3.3.4 節で述べたようにスキャロップが影響していると考えられる。実際にダンピングフ ァクターを導入して計算した π -M と $\pi/2$ -M 位相格子の自己像を図 8.28 に示す(σ_d =30 µrad)。 シミュレーション結果に対して、ピクセルサイズ(24 µm)を考慮してビニングしている。 図のように図 8.26(下段)の結果と一致しているのがわかる。



図 8.28 ダンピングファクターを考慮したシミュレーション結果: (a) π-M 位相格子 (b) π/2-M 位相格子 (σ_d=30 µrad)

また図 8.27 の強度プロファイルから自己像のビジビリティを計算すると、 $\pi/2 \cdot \pi$ -C や π -CB 位相格子は 40%、 $\pi/2$ -CB と π -M と $\pi/2$ -M 位相格子は 20%程度であった。上で述べたスキャ ロップによってもビジビリティは変動するが、この結果は光源の空間コヒーレンスの影響 によるものであると考えられる。仮に空間コヒーレンスの影響のみを仮定し、図 8.5 のシミ ュレーションの結果から実効光源サイズを見積もると *s*=1.4~1.7 μ m となった。これは作製 したターゲットのサイズとおおよそ一致する。

8.4.4 画像解析

取得した自己像を用いて位相イメージングを行った。前章ではドット状(M')の自己像の解析方法を示したが、本節では CB型の自己像の解析方法について述べる。検出面上の位置を(*x*, *y*)とおき、1周期分4×4の16ピクセルの強度データを用いて、以下の関数*f*(*x*,*y*)で最小二乗フィッティングを行う。

この関数は x、y 方向の sin 関数を掛け合わせたものであり、このように置くことで各方向 の自己像の変化を個別に抽出することができる。 a_1 、 a_2 、 a_3 、 a_4 はフィッティング変数であ り、解が収束した場合、各ピクセルでこれらのパラメータを得ることができる。試料を配 置した場合の解を a_1^s 、 a_2^s 、 a_3^s 、 a_4^s 、試料なしの場合の解を a_1^r 、 a_2^r 、 a_3^r 、 a_4^r とすると、こ れらの 8 個のパラメータを用いて

$$T = \frac{a_4^s}{a_4^r} \dots (8.7)$$

$$\alpha_{x} = \frac{p_{2}}{2\pi d} (a_{2}^{s} - a_{2}^{r}) \quad \dots \qquad (8.8)$$

$$\alpha_{y} = \frac{p_{2}}{2\pi d} (a_{3}^{s} - a_{3}^{r}) \quad \dots \qquad (8.9)$$

$$D = \frac{V^{s}}{V^{r}} = \frac{a_{1}^{s} / a_{4}^{s}}{a_{1}^{r} / a_{4}^{r}} \dots (8.10)$$

の計算を各ピクセルで行う。*d*は試料と検出器の距離である。下付きの*x*と*y*は方向を表し ており、これらの計算により吸収像、*x*, *y*方向の位相微分像、暗視野像を計算できる。CB 型の自己像解析では、フィッティング関数からもわかるように、*x*、*y*方向のビジビリティ 情報を切り分けることができない。図 8.29 は CB 型自己像が X 線散乱によって変化する様 子を図示したものである。*x*方向に小角散乱が生じた場合、白の領域の X 線強度の一部が矢 印の方向に移り、図 8.29 左のようにビジビリティが減衰する。一方、*y*方向の X 線散乱の 場合、矢印の *y*方向に強度が移動しビジビリティが減衰するが、結果的に図 8.29 左と同様 のコントラストを示す。このことからもわかるように CB 型の自己像の場合は小角散乱情報 を*x*、*y*方向で個々に抽出できない。このとき得られる暗視野像は1方向の情報ではなく*x*、 *y*両方向の小角散乱情報を含んでいるため、散乱に異方性を有する試料でも1次元のように 見落とすことはない。ただしコントラストが生成されても散乱方向を切り分けることがで きないため、方向の情報が損失することになる。



図 8.29 x、y 各方向の散乱に対する CB 状の自己像の変化

図 8.30 は CB 型の自己像に対して上記の計算による画像解析を行った結果である。自己 像は π/2-CB 位相格子の光学系で取得したものであり、X 線源の投入電力は 20 W (管電圧 20 kV、管電流 1 mA)、1 枚の画像は露出時間 5 秒で取得した。CCD のノイズを低減するた めに 100 枚の画像を積算し平均化している。試料にはポリエチレン球を使用し、試料と検 出器を 20 cm 離して撮影を行った。図のように吸収像、x、y 方向の位相微分像、暗視野像 の取得に成功した。位相微分像は x、y 方向ともに試料のエッジ部分が強調されており、典 型的な位相微分像のコントラストが取得できている。

また図8.31は同じ試料をM^{*}型の自己像の光学系で撮影した結果である(π-CB位相格子)。 投入電力は60W(管電圧20kV、管電流3mA)、露出時間は8秒で、同じく100枚の画像 を積算している。試料と検出器の距離は50cmである。図のようにCB型自己像の解析結果 と同様のコントラストを取得できているのがわかる。図8.30(c)~(e)においてノイズが目立 つのは、試料と検出器の距離が近く、自己像の変化が小さいためである。



図 8.30 CB 型の自己像の解析結果: (a) 自己像 (b) 吸収像 (c) x 方向の位相微分像 (d) y 方向の位相微分像 (e) 暗視野像



図 8.31 M¹型の自己像の解析結果: (a) 自己像 (b) 吸収像 (c) x 方向の位相微分像 (d) y 方向の位相微分像 (e) x 方向の暗視野像 (f) y 方向の暗視野像

8.4.5 FCS 型ターゲットの適用

本節では 8.4.1 で作製した FCS 型ターゲットの適用を検討する。前述したように FCS タ ーゲットは PS ターゲットの間にもドットがある構造を持っており、単位面積あたり Cu の 量が PS ターゲットの 2 倍あるため、検出面で 2 倍の X 線強度が期待できる。図 8.32 は FCS および PS ターゲットから 1 m 離れた位置に半導体検出器(XR-100CZT)を配置しスペクト ル測定を行った結果である。測定条件は管電圧 20 kV、管電流 20 µA、露出時間 60 秒である。 スペクトルからもわかるように、FCS ターゲットは PS ターゲットの約 2 倍の X 線強度を確 保できている。

図 8.33 は FCS ターゲットを用いたときの自己像の観察結果である。 $\pi/2 \cdot \pi$ -C 位相格子や π -CB 位相格子は点光源に対しては周期 p_2 の M'状の自己像を形成するため、PS ターゲット を光源として使用した場合、M'状の自己像が1 周期ずつ ($(\Delta x_2, \Delta y_2)=(p_2, p_2)$)だけずれて重 なるため、自己像の形状は変化することなく M'状の自己像が観察される。一方 FCS ターゲ ットの場合、間のドット光源が形成する自己像は($\Delta x_2, \Delta y_2$)=($p_2/2, p_2/2$)だけずれるため、CB 状の自己像となる (図 8.33(a))。このとき自己像のビジビリティは 40%から 20%まで減衰し ている。これは 8.3.1 節で述べたように、CB 状の自己像は M'に比べて単位面積当たりの明 るい領域が大きくなるためであり、空間コヒーレンスの影響で自己像のビジビリティが低 下している。

一方、CB 状の自己像を形成する π/2-CB や π-M 位相格子の場合は、FCS ターゲットを適 用した場合、間の光源からの自己像も重なり、CB 形状の自己像を形成する。そのため π/2-CB や π-M 位相格子の光学系に対しては、FCS ターゲットを用いることでビジビリティを維持 しながら X 線強度を上げることができる。



図 8.32 FCS、PS ターゲットの X 線エネルギースペクトル



図 8.33 FCS ターゲットが形成する自己像: (a) π-CB 位相格子 (b) π/2-CB 位相格子

8.5 結言

本章では2次元の自己像直接検出型の光学系における位相格子の形状について議論した。 まず 5 種類の位相格子に対して波動場シミュレーションにより自己像の形状や位置を計 算し、自己像直接検出型の光学系を設計した。位相格子によって形成される自己像の位置 や周期が異なるため、使用する位相格子によって全長が異なり π/2-CB 位相格子を用いた光 学系が最もコンパクトであることがわかった。

次に波動場シミュレーションにより空間・時間コヒーレンスや位相格子の形状誤差が自 己像のビジビリティに及ぼす影響について検証した。空間・時間コヒーレンスに対しては $\pi/2 \cdot \pi$ -Cや π -CB 位相格子がビジビリティを維持できることがわかった。 $\pi/2 \cdot \pi$ -Cや π -M格子 は開口比が変化してもほとんどビジビリティが低下しないことがわかった。位相格子の高 さの偏差に関しては $\pi/2$ -CB格子以外は比較的ビジビリティを維持できることがわかった。 また深堀 RIE によって形成される側面粗さ(スキャロップ)は自己像の形状やビジビリティに大きく影響を与えることがわかった。

実験では 5 種類の位相格子の作製を行い、いずれもほぼ設計通りの形状を得ることがで きた。格子の作製について比較すると、ライン状で作製できる π/2·π-C 位相格子は、その他 の 2 次元格子に比べ形状誤差が少なく作製が容易であるといえる。また π-M 位相格子は π-CB、π/2-CB、π/2-M に対してアスペクト比が高く作製が難しい。

作製した位相格子を用いて自己像の直接検出を行った。取得した自己像はスキャロップの影響により一部パターンが理想的な場合と異なっていたが、5 種類全てで自己像の観察に成功した。ビジビリティは $\pi/2 \cdot \pi$ -C や π -CB 位相格子が高く、空間コヒーレンスのシミュレーション結果と傾向が一致していた。光学系の電力効率を比較すると、 $\pi/2$ -CB の光学系が高く、 $\pi/2$ -M が最も低かった。また $\pi/2 \cdot \pi$ -C 位相格子は基板 2 枚の吸収があるため、電力効率としては低くなった。

画像解析では CB 型の自己像の解析方法を提案し、吸収像、位相微分像、暗視野像の取得 に成功した。ただし M'状の自己像のように暗視野像の方向を分けることができない部分は 欠点である。

最後に FCS ターゲットの適用を検討した。PS ターゲットと比較して 2 倍の X 線強度を確 保できる。 $\pi/2 \cdot \pi$ -C や π -CB 位相格子を用いて撮影を行ったところ、空間コヒーレンスの影 響でビジビリティは低下したが、CB 状の自己像観察に成功した。CB 状の自己像を形成す る位相格子 ($\pi/2$ -CB、 π -M) と組み合わせれば、ビジビリティを下げることなく 2 倍の強度 を得ることができた。

これらの結果を踏まえて、表 8.4 に各位相格子の性能を比較した結果をまとめる。

π/2·π-C や π-CB 位相格子は空間・時間コヒーレンスや格子の形状誤差に対してビジビリ ティが安定し、かつ位相格子の作製も比較的容易であるため最も実用向きであると考えら れる。特に π/2·π-C 位相格子の場合はライン形状でよいため、作製が容易で形状誤差が少な いところも利点である。また暗視野像の方向を切り分けて取得できる点は大変重要である。 例えば繊維状の物質を観察した場合、暗視野像の各方向のコントラストから散乱の強さだ けでなく繊維の方向も検出することができる。これは物質の構造情報として非常に有意な ものである。例えばがんの検査では腫瘍の密度や形状の違いから良性と悪性を判別するが、 繊維質の構造を持つ場合はその繊維の方向も重要な判断材料になる可能性がある。このよ うに物質の構造を知る上で屈折や散乱の方向も重要な情報であり、実用面では大きな意味 を持つと考えられる。

一方、π/2-CB や π-M、π/2-M 位相格子は空間コヒーレンスや位相格子の形状誤差の影響を 受けやすいため扱いにくい構造である。これは実験結果の自己像の形状やビジビリティの 違いをみても明らかである。ただし π/2-CB 位相格子の場合、全長を短縮でき、また FCS タ ーゲットと組み合わせれば高効率な光学系を構築できる。π/2·π-C や π-CB 位相格子の光学 系と比較すると、全長が半分で、さらに FCS ターゲットで2倍のX 線強度を確保できるた め、単純計算で8倍の強度改善が期待できる。暗視野像の切り分けができないのが欠点で あるが、装置の小型化や省電力化が要求される場合には非常に有用な光学系である。例え ば非破壊検査など製品の欠陥を視覚的に検出することが重要な応用では散乱方向に関する 情報が必要ない場合もあるため、そのような応用に対しては十分適用が可能である。

X 0.4 2 以归应旧旧 1 *7 E 阳阳秋						
	π/2·π-С	π-СВ	π/2-CB	π-Μ	$\pi/2$ -M	
光学系の全長	100 cm	100 cm	50 cm	100 cm	150 cm	
格子の作製しやすさ	0	Δ	Δ	×	Δ	
暗視野像(x, y)の切り分け	可	可	不可	不可	可	
FCS ターゲットとの相性	Δ	Δ	0	0	×	
空間コヒーレンスの影響	0	0	×	×	×	
時間コヒーレンスの影響	0	0	Δ	Δ	×	
位相格子の形状誤差 開口比の影響	0	Δ	×	0	×	
位相格子の形状誤差 丸みの影響	0	0	0	0	0	
位相格子の形状誤差 高さの影響	0	0	Δ	0	×	
位相格子の形状誤差 スキャロップの影響	Δ	0	×	×	×	

表 8.4 2次元位相格子の性能比較

参考文献

- N. Morimoto, S. Fujino, A. Yamazaki, Y. Ito, T. Hosoi, H. Watanabe, and T. Shimura, "Two dimensional x-ray phase imaging using single grating interferometer with embedded x-ray targets," Opt. Express 23, 16582–16588 (2015).
- [2] I. Zanette, T. Weitkamp, T. Donath, S. Rutishauser, and C. David, "Two-dimensional x-ray grating interferometer," Phys. Rev. Lett. **105**, 248102 (2010).
- [3] H. Itoh, K. Nagai, G. Sato, K. Yamaguchi, T. Nakamura, T. Kondoh, C. Ouchi, T. Teshima, Y. Setomoto, and T. Den, "Two-dimensional grating-based x-ray phase-contrast imaging using Fourier transform phase retrieval," Opt. Express 19, 3339–3346 (2011).
- [4] G. Sato, T. Kondoh, H. Itoh, S. Handa, K. Yamaguchi, T. Nakamura, K. Nagai, C. Ouchi, T. Teshima, Y. Setomoto, and T. Den, "Two-dimensional gratings-based phase-contrast imaging using a conventional x-ray tube," Opt. Lett. 36, 3551–3553 (2011).
- [5] G. Sato, H. Itoh, K. Nagai, T. Nakamura, K. Yamaguchi, T. Kondoh, S. Handa, C. Ouchi, T. Teshima, Y. Setomoto, and T. Den, "Single-shot x-ray phase-contrast imaging using two-dimensional gratings," AIP Conf. Proc. 1466, 29–34 (2012).
- [6] K. S. Morgan, P. Modregger, S. C. Irvine, S. Rutishauser, V. A. Guzenko, M. Stampanoni, and C. David, "A sensitive x-ray phase contrast technique for rapid imaging using a single phase grid analyzer," Opt. Lett. 38, 4605–4608 (2013)
- [7] S. Rutishauser, I. Zanette, T. Weitkamp, T. Donath, and C. David, "At-wavelength characterization of refractive x-ray lenses using a two-dimensional grating interferometer," Appl. Phys. Lett. 99, 221104 (2011).
- [8] I. Zanette, C. David, S. Rutishauser, and T. Weitkamp, "2D grating simulation for x-ray phase-contrast and dark-field imaging with a Talbot interferometer," AIP Conf. Proc. 1221, 73–79 (2010).
- [9] N. Morimoto, S. Fujino, Y. Ito, A. Yamazaki, I. Sano, T. Hosoi, H. Watanabe, and T. Shimura, "Design and demonstration of phase gratings for 2D single grating interferometer," Opt. Express 23, 29399–29412 (2015).
- [10] H. Fujiwara, "Effects of spatial coherence on Fourier imaging of a periodic object," Opt. Acta 21, 861–869 (1974).
- [11] T. Weitkamp, C. David, C. Kottler, O. Bunk, and F. Pfeiffer, "Tomography with grating interferometers at low-brilliance sources," Proc. SPIE **6318**, 63180S (2006).
- [12] M. Engelhardt, C. Kottler, O. Bunk, C. David, C. Schroer, J. Baumann, M. Schuster, and F. Pfeiffer, "The fractional Talbot effect in differential x-ray phase-contrast imaging for extended

and polychromatic x-ray sources," J. Microsc. 232, 145–157 (2008).

[13] A. A. Ayón, R. Braff, C. C. Lin, H. H. Sawin, and M. A. Schmidt, "Characterization of a time multiplexed inductively coupled plasma etcher," J. Electrochem. Soc. 146, 339–349 (1999).

第9章 総括

X線位相イメージングはX線の吸収が少ない軽元素物質を高感度に撮影できる技術として 医療や産業などの各方面で発展が期待されているが、用いるX線に高い空間コヒーレンスが 要求されることから放射光などの特殊な施設下での撮影に限定されてきた。近年、報告された Talbot-Lau 干渉計は回折格子を3枚(光源格子、位相格子、吸収格子)使用することで、実験 室での位相イメージングを成功し注目を集めている。しかし光源格子や吸収格子は高アスペク ト比かつ大面積の構造が要求されるため作製が困難である上に、Talbot-Lau 干渉計の実用化に おける種々の課題(撮影時間、被曝線量、撮影視野など)の要因となっている。そこで本研究 では埋め込みX線ターゲットという独自の技術を用いて、光源格子や吸収格子を使用しない Talbot-Lau 干渉計を構築し、新規のX線位相イメージングシステムの実現を目指した。

第1章では研究背景として X 線位相イメージングや Talbot-Lau 干渉計の概要について解説 した。Talbot-Lau 干渉計の応用例をいくつか示した後、実用化の課題となっている光源格子 や吸収格子の構造について説明した。最後に本研究の中心技術である埋め込み X 線ターゲ ットについて記述した。

第2章ではTalbot-Lau 干渉計の原理と光学設計について解説した。光学の理論式を用いてTalbot 効果を説明し、画像解析法についても述べた。また光学系を構築するために必要な各光学素子のパラメータ(格子周期や格子間距離、格子高さなど)の設計方法について述べた。

第3章では波動場シミュレーション法について解説した。平面波や球面波に対するシミ ュレーションや空間・時間コヒーレンスを考慮したシミュレーションについて説明した。 これらのシミュレーションは第5~8章で行った光学設計の際に使用している。

第4章では埋め込みX線ターゲットと位相格子の作製方法について解説した。これらは 高アスペクト比の構造を必要としないため作製が容易であり、標準的な半導体プロセスで 作製が可能であることを示した。第5~8章で行ったターゲットや位相格子の作製は、この 章で示した作製プロセスを利用している。また今後、微細化を行う上で必要になるプロセ スの改善点について述べた。

第5章では埋め込みターゲットを用いた小型 Talbot-Lau 干渉計を検証した結果について 示した。ターゲットの金属部分をマルチライン状に配列することで Talbot-Lau 干渉計の光源 と光源格子の部分に置き換えることができ、従来の構成から光源格子を除いてイメージングが 可能になった。また埋め込む金属ラインの幅を小さくすることで小型化が可能であり、全長を 従来の半分のサイズである 90 cm に短縮することができた。また小型化により検出面での実効 的な X 線強度が改善し、投入電力わずか4W での撮影に成功した。1000 W の電力が必要であ った従来に比べると大幅に低減できており、高効率な光学系を実現できた。また投入電力を上 げることで露出時間1秒の撮影にも成功し、動画撮影も実現した。

第6章では微細マルチラインターゲットを用いた自己像直接検出型 Talbot-Lau 干渉計を検証 した結果を記した。自己像を拡大投影して検出器で直接解像することで従来の構成から課題で あった光源格子と吸収格子の両方を排除してイメージングが可能になった。これにより従来で は制限されていた撮影視野を拡大でき、60 cm×60 cmの視野を得ることができた。また自己 像を直接検出できるため、吸収格子のスキャン撮影も不要であり、1 ショットの撮影が可能に なった。

第7章では2次元の自己像直接検出型 Talbot-Lau 干渉計を検討し、その結果を述べた。光源 格子や吸収格子を使用しないため光学系の2次元化が容易である。1次元の場合は格子方向 に生じる屈折や散乱を検出できないが、光学系の2次元化を行うことで2方向の位相微分像や 暗視野像が取得でき、異方性を有する試料の観察も可能になった。

第8章では2次元光学系に使用する位相格子の形状について議論した。様々な形状の位 相格子を用いて自己像直接検出型の光学系を構築し、実際にイメージングを行うことで全 長や電力効率を比較した。また波動場シミュレーションにより各位相格子に対して空間コ ヒーレンス等が及ぼす影響についても検証した。さらに CB型自己像の解析法を示し、FCS ターゲットの適用も検討した。これらの結果より最終的に π/2·π-C もしくは π-CB 位相格子 が実用化に適していると結論づけた。

以上の検証より埋め込み X 線ターゲットおよびそれを用いた光学系の有用性を示すこと ができた。特に自己像直接検出型の光学系は位相格子 1 枚の非常にシンプルな撮影システ ムであり、通常の光学系に比べて実用面で優れた点を数多く有する。また容易に 2 次元化 できる点も非常に大きなメリットである。2 次元に拡張すれば得られる情報が格段に多くな り、検査精度の向上も期待できる。この光学系の最大の特徴は広い撮影視野であり、60 cm ×60 cm の視野が確保できるため、大きな被写体の撮影が可能である。特に第7章で紹介し た炭素繊維強化プラスチック (CFRP) は現在の光学系でも欠陥の検出が可能であることが 示されており、工場の生産ラインに組み込めば一括で大面積の CFRP の非破壊検査が実施で きる。また本光学系は試料を光源に近づけて配置できるため、像を拡大投影する、いわゆ る X 線位相顕微鏡としての応用が可能である。小さな領域を高分解能で撮影できれば、微 小石灰化の検出を行うマンモグラフィや電子部品の非破壊検査に対しても有用であり、多 くの需要が見込まれる。

しかしながら本技術には解決すべき課題も多い。特に医療機器への応用を考えた場合に は高エネルギー光学系の検討が必須である。一般的なX線診断では30keV以上の高エネル ギーのX線が使用される。これは厚い被写体に対してある程度X線を透過させる必要があ るためである。本論文で検証した光学系はCuやMoの特性X線(8.0keV、17.5keV)を使 用したものであり、今後は本手法が高エネルギーX線に対して有効であるかを検証する必要 がある。また光源サイズによる像の半影も問題であり、本光学系の空間分解能はこれによ って制限されている。空間分解能を向上させるための一策として、現在は画像処理による 分解能回復計算の導入を検討しており、その発展が期待される。

このように今後解決すべき課題はいくつかあるが、本研究によって埋め込み X 線ターゲットやそれを用いた光学系が持つ可能性を示すことができた。本論文で示した結果は X 線位相イメージングの分野において重要な成果である。今後、本研究で得られた知見によって X 線位相イメージングの実用化が実現し、多くの分野で有益な成果をもたらすことを期待したい。
第9章 総括

付録: X線発生装置の概要

本研究では開封式のX線発生装置を使用した。一般に使用される封入式のX線発生装置 (X線管球など)とは異なり、ターゲットやフィラメントを交換することができる。本研究 で使用した装置は電子線をターゲットに照射することでX線を発生させるが、X線の取り 出し方向の違いから反射型と透過型の構造に分けることができる。本研究では実験の状況 に応じて反射型と透過型を使い分けている。

■ 反射型

図 1 に反射型の外観を示す。メインチャンバーにターゲット取り付け治具を固定し、タ ーボ分子ポンプ(TMP)などで排気を行い、真空中で電子線を照射する。メインチャンバ ーの真空度は冷陰極電離真空計(CCG)でモニターしている。メインチャンバー内で発生



図1 X 線発生装置(反射型)



図2 (a)ターゲット取り付け治具 (b)ターゲットユニット (c)ターゲットユニットの構造

した X 線は取り出し窓 (ベリリウム製) を通過してチャンバー外に照射される。図 2(a)は ターゲット取り付け治具の写真である。先端にターゲットユニット (図 2(b)) を装着する。 埋め込みターゲット (基板) は図 2(c)のように銅の部品にロウ付けされている。

図3にX線発生の概略図を示す。タングステンフィラメントに対して電圧 V_Fをかけて電流 I_Fを流すと、フィラメントの抵抗によってコイル部分が高温になり熱電子が発生する。 この状態でターゲットとフィラメント間に高電圧 V_Tを印加すると、熱電子がターゲット表 面に照射され X線が発生する。このときターゲットとフィラメント間に流れる電流を管電 流と呼び、ターゲットで発生する X線量は管電流 I_Tに比例する。本装置ではフィラメント 電圧 V_F(フィラメント電流 I_F)を制御して熱電子の量を調節することで、管電流 I_Tの値を 調整している。表1は実験条件の例である。また投入電力 P は管電圧と管電流の積で表さ れ、実際にターゲットにかかる電力負荷を表している。

メインチャンバー内はロータリーポンプ(RP)とターボ分子ポンプ(TMP)で 10⁻⁵~10⁻⁶ Pa 程度まで真空引きを行う。真空度は熱電対真空計(TCG)や冷陰極電離真空計(CCG)で 計測している。またターゲット裏面は電子線によって発生した熱を冷却するために水冷し ている。反射型は冷却効率が優れるため、高負荷で撮影を行う実験で使用した(第5章)。 反射型では装置の仕様によりX線発生源に物体(位相格子)を近づけることができない(タ ーゲット-Be 窓間の距離:5 cm)。



図3 X線発生装置の概略図(反射型)

	フィラメント電圧	フィラメント電流	管電圧	管電流	投入電力
	V_F [V]	$I_F[\mathbf{A}]$	V_T [kV]	I_T [mA]	<i>P</i> [W]
例1	40	0.1	20	0.02	0.4
例 2	57	0.33	20	1	20
例 3	60	0.34	40	1.5	60

表1 実験条件の例

■ 透過型

図4に透過型の外観を示す。反射型と同様、ターゲットに電子線を照射してX線を発生 させるが、取り出し方向が異なる。図5(a)はターゲットユニットの写真である。ターゲット は、反射型と同じく、銅の部材にロウ付けされている(図5(b))。



図4 X 線発生装置(反射型)



図5 (a)ターゲットユニット (b)ターゲットユニットの構造

図6にX線発生の概略図を示す。真空排気系や回路は反射型と同じである。ターゲット に電子線を照射し、基板裏面方向に発生するX線を利用する。このときダイヤモンド基板 の厚み分だけX線が吸収されるが、ダイヤモンドは軽元素材料であるため、X線はほとん ど吸収されず、発生したX線を有効に利用できる。冷却については部材1の銅を水冷する ことで間接的に冷却している。銅はダイヤモンドと同様に熱伝導率が高いため、基板表面 で発生した熱を効率良く逃がすことができる。透過型はX線発生源の近くに物体(位相格 子)を配置できるため、第6章以降の自己像直接検出型の光学系で使用している。



図6 X線発生装置の概略図(透過型)

謝辞

本研究の遂行するにあたり、終始変わらぬ御指導と御鞭撻を賜りました大阪大学大学院 工学研究科 生命先端工学専攻 物質生命工学講座 渡部平司教授に深甚なる謝意を表しま す。また本論文をご精読頂き、有益なご指導を賜りました大阪大学大学院工学研究科 生命 先端工学専攻 高井義造教授、兼松泰男教授に心より謝意を表します。

本研究の日々の遂行ならびに本論文をまとめるにあたり、有益なご助言、ご討論を頂き ました大阪大学大学院工学研究科 生命先端工学専攻 志村考功准教授、細井卓治助教に心 より厚く御礼申し上げます。特に志村考功准教授には、日々の研究に関する議論だけでな く、実験のオペレーション、データ解析、学術論文の執筆、申請書の作成に至るまで、本 研究における全ての活動を支えて頂き、終始熱心な御指導ならびに御助言を賜りました。 誠に有難うございました。また本研究の遂行におけるまた事務的な面でご支援を頂いた須 賀真理子秘書、安達恵利子秘書、辻本有香秘書に感謝致します。

本研究で産学イノベーション加速事業「先端計測分析技術・機器開発」における分担開 発者として多大なる御協力を頂きました株式会社 島津製作所 基盤技術研究所の諸兄には 心より感謝しております。特に同社 土岐貴弘氏、佐野哲氏とは一緒に実験を行う機会が多 く、研究に関して数々の議論をさせて頂きました。心より御礼申し上げます。また、大阪 大学ナノテクノロジー設備供用拠点 柏倉美紀特任研究員には、本論文第 7、8 章で行った 回折格子の作製に御協力頂きました。厚く御礼申し上げます。また共同研究者として多大 なる御協力を頂きました、大阪大学 永富隆清先生、筑波大学 大嶋建一先生、名古屋大学 原 田仁平先生、株式会社リガク 表和彦氏、大坂尚久氏にも深く感謝致します。

本研究期間中、独立行政法人 日本学術振興会 特別研究員(DC2)として経済的な援助を 受け、研究に集中する事ができました。ここに感謝致します。

そして本研究の遂行に対して多大なる御協力を頂きました、大阪大学大学院 工学研究科 生命先端工学専攻 渡部研究室の諸兄に深く御礼申し上げます。まず同研究室の藤野翔氏 (現 株式会社 堀場製作所)には実験に関して多大な御協力を頂きました。同氏には本研 究を遂行する上で重要な数値計算シミュレーションや回折格子作製プロセスの確立に御尽 力して頂き、本研究における基礎を築いて頂きました。心より御礼申し上げます。また同 研究室の宇山大貴氏(現 ダイキン工業株式会社)には埋め込みターゲットの作製に御協力 を頂きました。M2の伊藤康浩氏、山崎周氏には日々の打ち合わせや研究会において活発な 議論をさせて頂きました。また M1の佐野壱成氏、B4 細野凌氏には装置の立ち上げや回折 格子の評価実験などを手伝って頂きました。誠に有難うございました。また、その他渡部 研究室の皆様と貴重な時間を共有できたことを心より感謝致します。

最後に、本論文の完成には両親の援助があったことを記し、ここに感謝の意を表します。

以上

平成28年3月 大阪大学大学院工学研究科 生命先端工学専攻 森本 直樹

■ 本研究に関する主たる原著論文

[1] T. Shimura, <u>N. Morimoto</u>, S. Fujino, T. Nagatomi, K. Oshima, J. Harada, K. Omote, N. Osaka, T. Hosoi, and H. Watanabe, "Hard x-ray phase contrast imaging using a tabletop Talbot–Lau interferometer with multiline embedded x-ray targets," Opt. Lett. **38**, 157–159 (2013).

[2] <u>N. Morimoto</u>, S. Fujino, K. Ohshima, J. Harada, T. Hosoi, H. Watanabe, and T. Shimura, "X-ray phase contrast imaging by compact Talbot–Lau interferometer with a single transmission grating," Opt. Lett. **39**, 4297–4300 (2014).

[3] <u>N. Morimoto</u>, S. Fujino, A. Yamazaki, Y. Ito, T. Hosoi, H. Watanabe, and T. Shimura, "Two dimensional x-ray phase imaging using single grating interferometer with embedded x-ray targets," Opt. Express **23**, 16582–16588 (2015).

[4] <u>N. Morimoto</u>, S. Fujino, Y. Ito, A. Yamazaki, I. Sano, T. Hosoi, H. Watanabe, and T. Shimura, "Design and demonstration of phase gratings for 2D single grating interferometer," Opt. Express 23, 29399–29412 (2015).

■ 国際会議における発表

口頭発表

[1] <u>N. Morimoto</u>, S. Fujino, T. Nagatomi, K. Ohshima, J. Harada, K. Omote, N. Osaka, T. Hosoi, H. Watanabe, and T. Shimura, "Development of multiline embedded x-ray targets for x-ray phase contrast imaging," Abstracts of 11th Biennial Conference on High Resolution X-Ray Diffraction and Imaging (XTOP 2012), pp.74–75, (2012).

[2] <u>N. Morimoto</u>, S. Fujino, K. Ohshima, J. Harada, T. Hosoi, H. Watanabe, and T. Shimura, "Development of multiline embedded x-ray targets for compact Talbot–Lau x-ray interferometer," International Workshop on Atomically Controlled Fabrication Technology, O-11, (2014).

[3] <u>N. Morimoto</u>, S. Fujino, K. Ohshima, J. Harada, T. Hosoi, H. Watanabe, and T. Shimura, "X-ray phase contrast imaging with a single grating Talbot–Lau interferometer," International Union of Materials Research Societies -The 15th IUMRS International Conference in Asia 2014 (IUMRS-ICA 2014), D10-O28-008, (2014).

[4] <u>N. Morimoto</u>, S. Fujino, Y. Ito, A. Yamazaki, I. Sano, T. Hosoi, H. Watanabe, and T. Shimura, "2D x-ray single grating interferometry with embedded metal targets," Abstract of The 3rd Meeting of X-Ray and Neutron Phase Imaging with Gratings (XNPIG2015), p.28, (2015).

ポスター発表

[1] <u>N. Morimoto</u>, S. Fujino, T. Nagatomi, K. Ohshima, J. Harada, K. Omote, N. Osaka, T. Hosoi, T. Shimura, and H. Watanabe, "Compact x-ray Talbot–Lau interferometer with multiline embedded x-ray targets," International Workshop on X-ray and Neutron Phase Imaging with Gratings (XNPIG), P-35, (2012).

[2] <u>N. Morimoto</u>, S. Fujino, T. Nagatomi, K. Ohshima, J. Harada, K. Omote, N. Osaka, T. Hosoi, H. Watanabe and T. Shimura, "Application of multiline embedded x-ray targets to x-ray Talbot–Lau interferometer," Extended Abstract of Fifth International Symposium on Atomically Controlled Fabrication Technology, pp.194–195, (2012).

[3] <u>N. Morimoto</u>, S. Fujino, K. Ohshima, J. Harada, T. Hosoi, H. Watanabe, and T. Shimura, "X-ray phase contrast imaging by compact Talbot–Lau interferometer without absorption grating," International Workshop on X-ray and Neutron Phase Imaging with Gratings (XNPIG2014), p.82, (2014).

■ 国内学会における発表

口頭発表

[1] <u>森本 直樹</u>,藤野 翔,永富 隆清,大嶋 建一,原田 仁平,表 和彦,大坂 尚久, 細井 卓治,志村 考功,渡部 平司,"マルチライン状の埋め込み型 X 線源を用いた小型 X 線 Talbot-Lau 干渉計,"第 59 回応用物理学関係連合講演会,18a-B5-7 (2012).

 [2] <u>森本 直樹</u>,藤野 翔,大嶋 建一,原田 仁平,細井 卓治,渡部 平司,志村 考功, "小型 X 線 Talbot-Lau 干渉計におけるビジビリティの光源サイズ依存性,"第 60 回応 用物理学会春季学術講演会, 28p-B1-7, (2013).

[3] <u>森本 直樹</u>,藤野 翔, 大嶋 建一, 原田 仁平, 細井 卓治, 渡部 平司, 志村 考功, "吸収格子を用いない小型 Talbot–Lau 干渉計による X 線位相イメージング," 第 74 回 応用物理学会秋季学術講演会, 18p-A13-1, (2013).

[4] 森本 直樹, 藤野 翔, 大嶋 建一, 原田 仁平, 細井 卓治, 渡部 平司, 志村 考功,

"マルチライン状 Mo 埋め込みターゲットによる位相格子の自己像直接検出と X 線位 相イメージング,"第 61 回応用物理学会春季学術講演会, 18p-F1-7, (2014).

[5] <u>森本 直樹</u>,藤野 翔,大嶋 建一,原田 仁平,細井 卓治,渡部 平司,志村 考功, "【講演奨励賞受賞記念講演】マルチライン状埋め込みターゲットを用いた自己像直 接検出型 X 線 Talbot–Lau 干渉計の開発,"第 75 回応用物理学会秋季学術講演会, 19p-A13-1,(2014).

[6] <u>森本 直樹</u>,藤野 翔,伊藤 康浩,山崎 周,細井 卓治,渡部 平司,志村 考功,"埋 め込み X 線ターゲットを用いたマイクロ光源アレイの作製と 2 次元 X 線位相イメー ジングへの展開,"第75回応用物理学会秋季学術講演会,19p-A13-2,(2014).

[7] <u>森本 直樹</u>,藤野 翔,伊藤 康浩,山崎 周,佐野 壱成,細井 卓治,渡部 平司,志 村 考功,"埋め込みX線ターゲットを用いた自己像直接検出型2次元 Talbot-Lau 干渉 計の光学設計とその検証,"第62回応用物理学会春季学術講演会,11p-A26-4,(2015).

ポスター発表

[1] <u>森本 直樹</u>,藤野 翔,大嶋 建一,原田 仁平,細井 卓治,渡部 平司, 志村 考 功,"埋め込み X 線ターゲットを用いた省電力 Talbot-Lau 干渉計," 2013 年度関西地方 定期学術講演会, P-45, (2013).

■ 特許

[1] 出願番号 2013-216577,「X 線撮像方法及び X 線撮像装置」志村考功,渡部平司, 細井卓治,<u>森本直樹</u>,藤野翔(申請中)

[2] 出願番号 2013-180597,「X 線撮像装置及び X 線撮像方法」志村考功,渡部平司, 細井卓治,<u>森本直樹</u>,藤野翔(申請中)

■ 受賞

[1]"第 36 回応用物理学会講演奨励賞," 2014 年第 61 回応用物理学会春季学術講演会.

[2] "The Award for Encouragement of Research in IUMRS-ICA 2014," International Union of Materials Research Societies -The 15th IUMRS International Conference in Asia 2014 (IUMRS-ICA 2014).

[3] "平成 27 年度上半期海外論文発表奨励賞," 一般社団法人 生産技術振興協会.