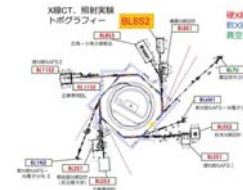


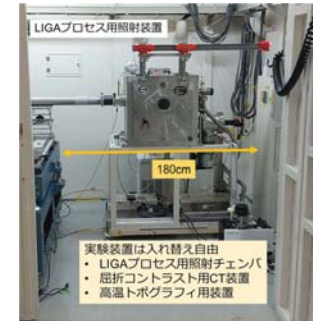
2次元X線照射ビームライン BL8S2の実験システムとその成果

櫻井郁也¹、花田賢志²、岡田育夫¹、砂口尚輝¹
¹名古屋大学、²あいちシンクロトロン光センター

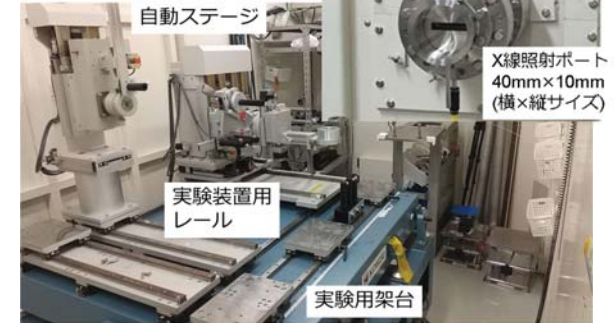
ビームライン BL8S2 所属・運営
 2014年-2023年3月 あいち産業科学技術総合センター
 2023年4月- 科学技術交流財団 あいちシンクロトロン光センター



実験ホールビームライン配置図



実験用架台下流、実験装置設置スペース



自動ステージ
 X線照射ポート
 40mm×10mm
 (横×縦サイズ)
 実験装置用
 レール
 実験用架台

実験ハッチ内部

大きな実験装置も設置可能

ビームライン BL8S2の紹介

- ・ 実験装置設置の自由度が大きい
- ・ X線照射出口からの照射面積は 40mm×10mm (横×縦)
 大きな照射面積を利用する実験に向いているビームライン

BL8S2の光学系構成と特徴



<BL8S2の上面図>

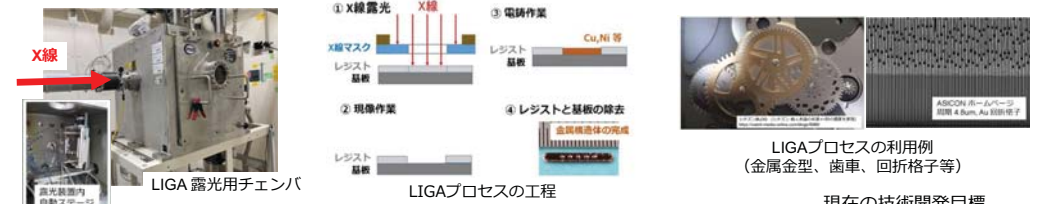
エネルギー範囲	: 6 - 24 keV (波長 0.5- 2 Å)
ビームサイズ	: 40mm × 10 mm (横×縦)
フォトンフラックス密度	: 10 ⁸ photons/sec/mm ² (9 keV)
分光器	: 二結晶分光器, Si (111)

実験手法	<ul style="list-style-type: none"> ・ X線トポグラフィ ・ LIGA (微細加工部品作製) ・ X線CT測定 (吸収、屈折) ・ X線照射による育種改良
------	--

BL8S2 LIGAの整備と技術

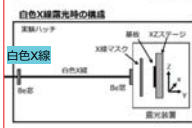
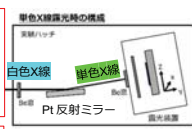
知の拠点あいち重点プロジェクトⅡ期
 名古屋大学 馬場先生
 岡田先生、桜井

LIGAプロセス：X線を利用して機械加工では難しい微細な部品を作る技術

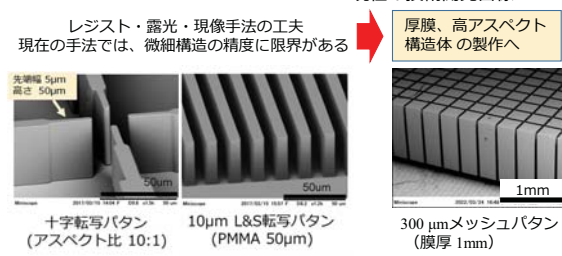


単色X線露光 (6 - 8keV) の利点
 ・ 熱負荷が小さく微細な構造体が作成が可能 (精度 3μm程度)
 欠点
 ・ 露光時間が長くなる

白色X線露光の利点
 ・ 露光に必要な時間が短縮できる
 ・ 厚膜レジストに対応
 欠点
 ・ 熱負荷が大きく微細構造は崩れやすい (精度 5μm程度)



BL8S2の露光システム (露光条件の切り替えが可能)



BL8S2で製作したレジストパターン SEM画像 (白色X線)

LIGAプロセスの利用例 (金属金型、歯車、回折格子等)

現在の技術開発目標

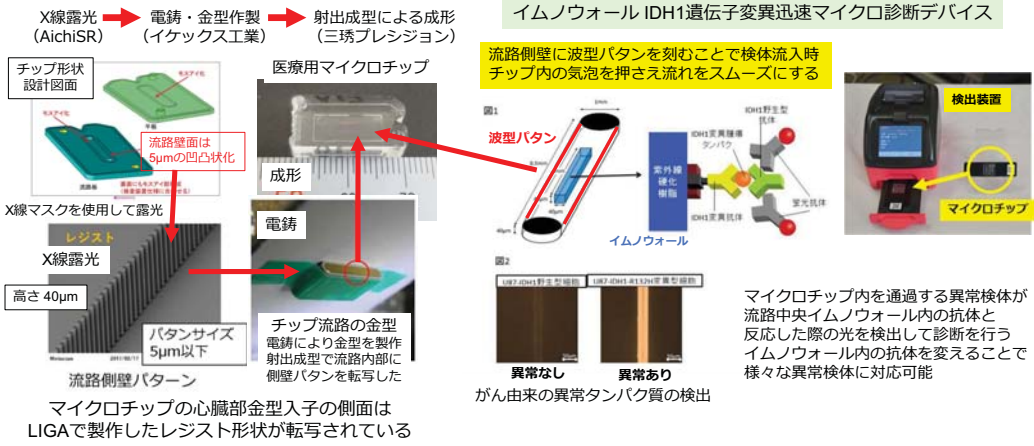
レジスト・露光・現像手法の工夫
 現在の手法では、微細構造の精度に限界がある → 厚膜、高アスペクト構造体の製作へ

① 知の拠点あいち重点研究Ⅱ期の成果

2016年10月5日 Press Release
名古屋大学 馬場嘉信先生 他

研究目的
マイクロ免疫診断チップによるがん早期診断

しんけいこうしゅ
神経膠腫の遺伝子変異に対する新たな診断技術の開発
イムノウォール IDH1遺伝子変異迅速マイクロ診断デバイス



② 「はやぶさ2」微小試料分析用試料台の開発

小惑星探査機「はやぶさ」 (2006年-2010年)

小惑星探査機「はやぶさ2」 (2014年12月-2020年12月)

イトカワ (JAXA ホームページより)

試料取得

探取岩石試料 1500個以上
重量 0.001 g 以下

試料分析

直径5µmのカーボンファイバーが支えるイトカワ微粒子の光学顕微鏡写真 (提供: 大阪大学/JAXA)

リュウグウ (JAXA ホームページより)

2015年 はやぶさ2 試料分析 Phase2 高知チーム立ち上げ
2016年 機械加工による試料台開発開始
2017年 名大・あいちSRチーム参加 LIGAによる試料台開発開始

「はやぶさ2」では貴重な小惑星の試料を有効に分析できる体制を構築する。

目標
多機関連携と
多種分析装置での
同一試料分析の実現

① 日本国内に点在する分析装置間を安全に移動
② 分析装置ごとに形状の異なる試料台規格に対応

➡ **最初に試料を取り付けた試料台で施設間輸送から分析まで実施する**

参画研究機関

JASRI/Spring8
国立極地研究所
JAXA 宇宙科学研究所
分子研 UVSOR/IMS
JASRI/コア研

NanoSIM 試料ホルダー
走査型透過X線顕微鏡 (STXM) 試料固定用ホルダー
東京イオンビーム (FIB) 用試料固定用ホルダー
各分析装置の試料取り付け台

BL8S2 LIGAによる純銅製試料台の製作

単色X線から白色X線への利用切り替えによる効果
1枚の基板に必要な露光時間が2回の露光合計180分→30分に減少



試料台への試料取り付けから分析の流れ



微小試料分析用試料台と試料分析の成果

一試料台の紹介

(論文・紹介記事)

- "The universal sample holders of microanalytical instruments of FIB, TEM, NanoSIMS, and STXM-NEXAFS for the coordinated analysis of extraterrestrial materials", EARTH PLANETS AND SPACE, Vol.72, Article number: 133 (2020)
- "LIGAプロセスによる多機能分析機器に対応する高純度微小試料台の製作—「はやぶさ2」サンプル分析に向けた新規技術開発—", 科学技術交流財団ニュース Vol27 pp4-5 (2021)

(新聞掲載)

- 2021年2月10日 中日新聞朝刊
はやぶさ2採取の試料 散逸防止 微小分析台が大役



(2021年2月10日 中日新聞朝刊)

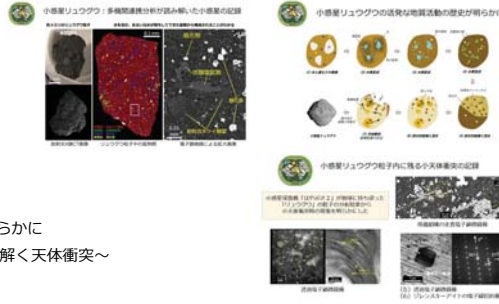
一試料台を使用したリュウグウ試料分析の成果

(論文)

- 2022年 Meteoritics & Planetary Science (3本)
- 2022-2023年 Nature Astronomy (5本+投稿中1本)

(プレスリリース 3件)

- 2022年8月 小惑星リュウグウ：太陽系外延部からの来訪者 多機能連携分析が読み解いた小惑星の記録
- 2023年3月 小惑星リュウグウの活発な地質活動の歴史が明らかに
- 2023年4月20日 小惑星リュウグウ粒子の微小断層から読み解く天体衝突〜



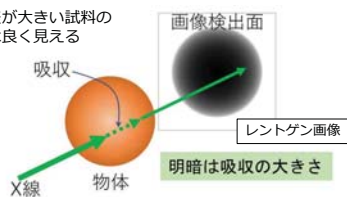
X線CTの目的：物体の内部構造を非破壊で測定したい



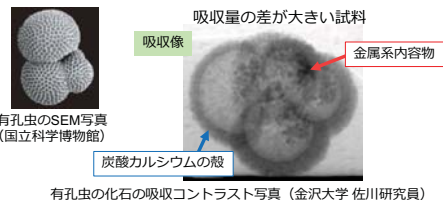
吸収コントラストX線撮影法 と 屈折コントラストX線撮影法

吸収コントラストX線撮影

吸収量の差が大きい試料の内部構造は良く見える



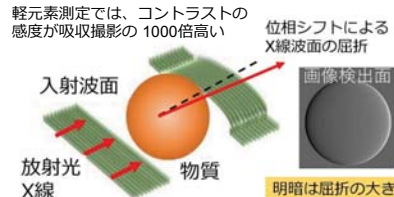
X線が透過する時の吸収量からX線画像を得る



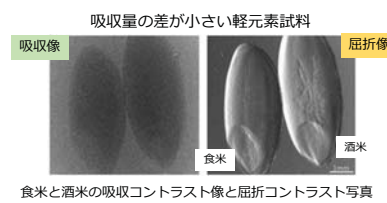
有孔虫の化石の吸収コントラスト写真 (金沢大学 佐川研究員)

屈折コントラストX線撮影

軽元素測定では、コントラストの感度が吸収撮影の1000倍高い



X線が透過する時の屈折情報からX線画像を得る

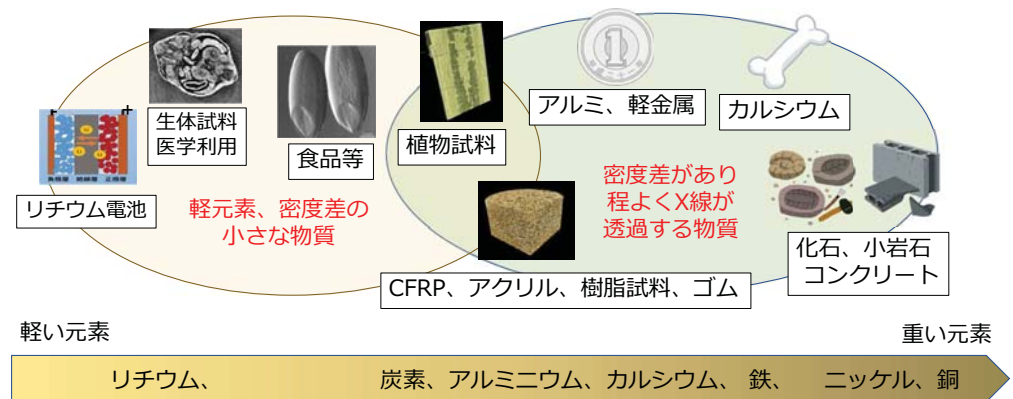


食米と酒米の吸収コントラスト像と屈折コントラスト写真

吸収CT測定と屈折CT測定の得意分野

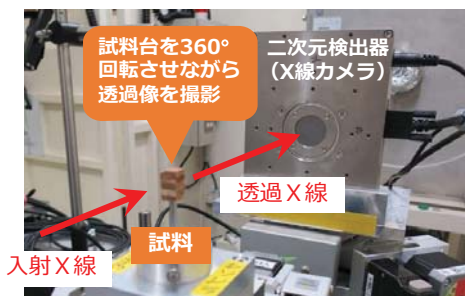
屈折コントラストX線CT
X線の屈折を利用した測定

吸収コントラストX線CT
X線の減衰を利用した測定



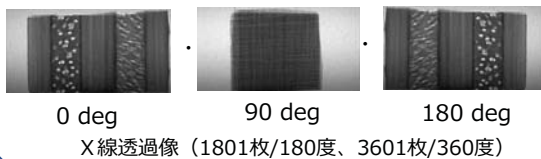
X線CT (Computed Tomography) 測定法

単色X線 等倍測定の場合

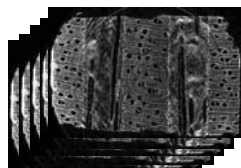


サンプル測定に必要な時間
 吸収X線CT 15分/サンプル
 屈折X線CT 3-4時間/サンプル

吸収コントラストX線CT測定画像



透過像から
断面CT像の再構成



断面CT像

3D画像
の合成



3次元CT像

吸収X線透過像と検出器視野 (星の砂測定例)



5倍CT測定 3D画像

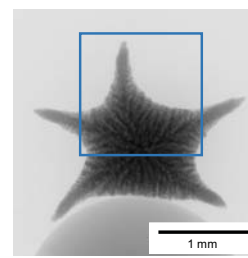
BL8S2 検出器視野性能表

測定倍率	有効視野サイズ	有効画素サイズ
等倍	13.3×13.3 mm ²	6.5×6.5 μm ²
5倍	2.6×2.6 mm ²	1.3×1.3 μm ²
10倍	1.3×1.3 mm ²	0.65×0.65 μm ²
20倍	0.65×0.65 mm ²	0.325×0.325 μm ²

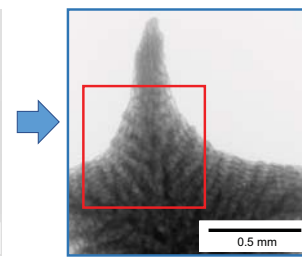
高倍率 白色X線測定



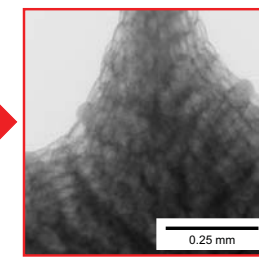
有効画素数: 2048×2048 pixel²
 画素サイズ: 6.5×6.5 μm²
 素子サイズ: 13.3×13.3 mm²



5倍拡大透過像
(視野サイズ: 2.6×2.6mm²)



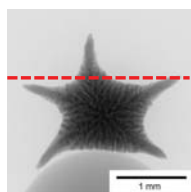
10倍拡大透過像
(視野サイズ: 1.3×1.3mm²)



20倍拡大透過像
(視野サイズ: 0.65×0.65mm²)

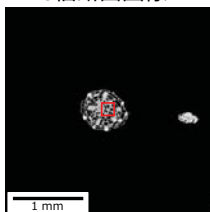
高倍率吸収CT測定画像の分解能 (星の砂測定例)

この高さの
断面画像

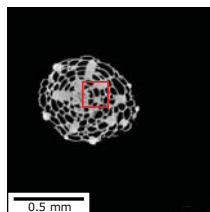


5倍拡大透過像

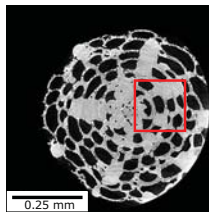
5倍断面画像



10倍断面画像

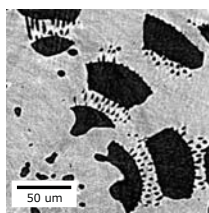
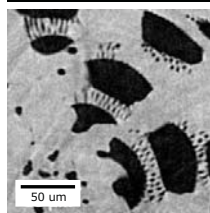
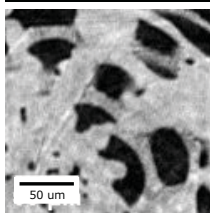


20倍断面画像



CT画像性能表

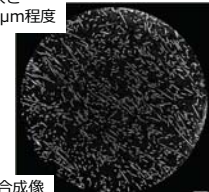
倍率	有効画素サイズ	画像分解能
等倍	6.5μm	10 μm
5倍	1.3μm	4 μm
10倍	0.65μm	2 μm
20倍	0.325μm	1 μm



各倍率で切り出した同じ範囲の拡大画像

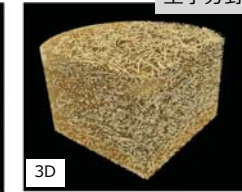
吸収X線CT測定事例紹介

繊維太さ
~7μm程度



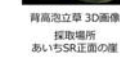
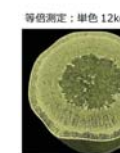
断面合成像

工学分野



3D

CFRP内部の繊維構造の観察

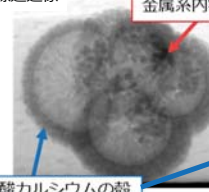


3D

植物内部の構造観察

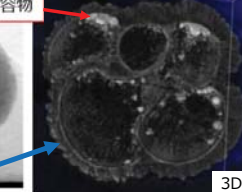
農業分野

X線透過像



金属系内容物

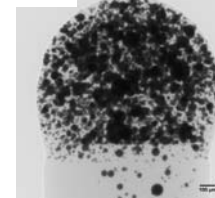
科学分野



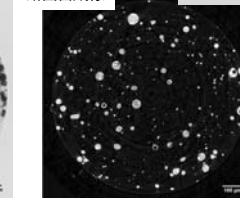
3D

炭酸カルシウムの殻
浮遊性有孔虫化石内の金属汚れ観察

X線透過像



断面合成像

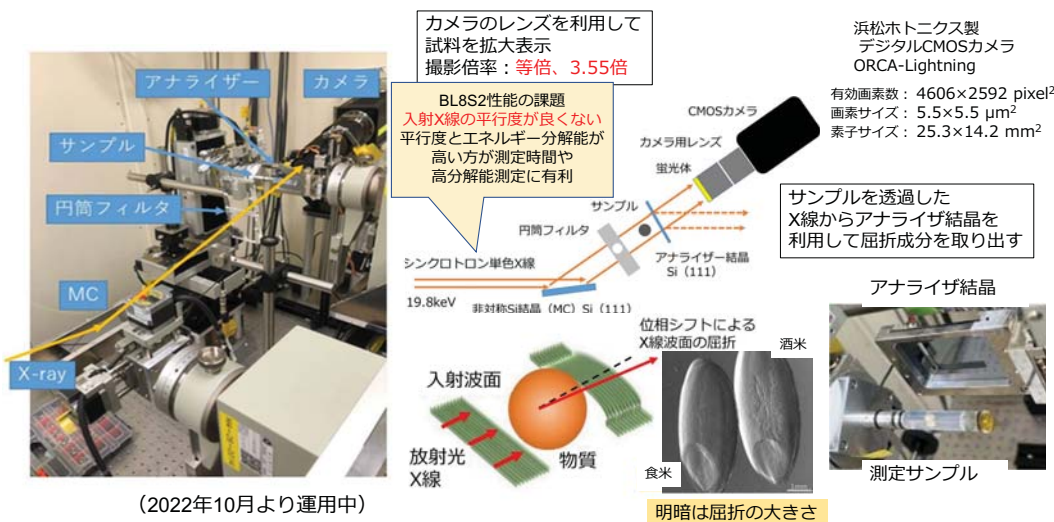


工学分野

Si系合金粉末分子内の気孔観察

屈折コントラストCT測定システムの構成

知の拠点あいち重点プロジェクトⅡ期
名古屋大学 砂口先生

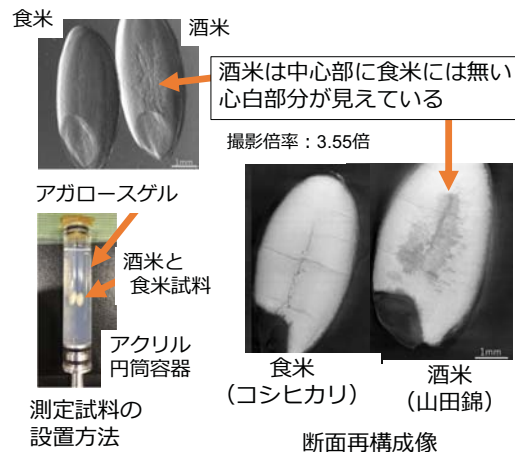


(2022年10月より運用中)

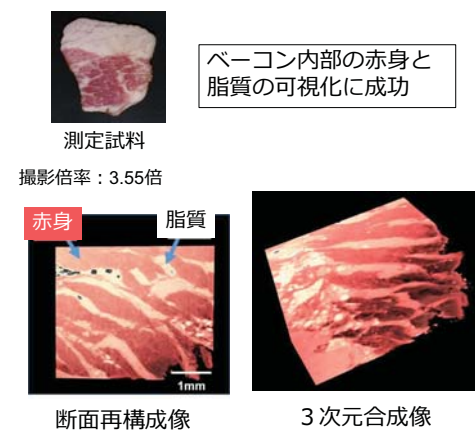
食品 (米、ベーコンの内部観察)

あいち産業技術総合センター

酒米と食米の内部構造の比較



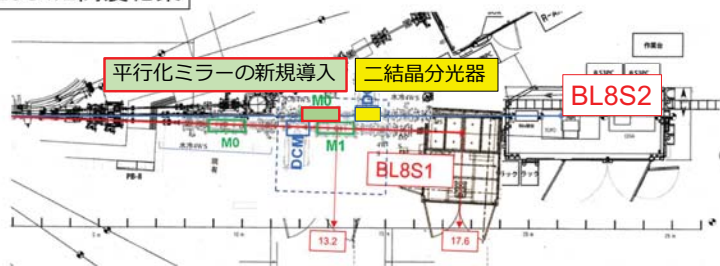
食用ベーコン赤身部と脂質部の観察



これからの10年に向けて

あいちシンクロトロン光センター将来計画検討委員会

BL8S1/2高度化案



平行化ミラー導入による効果

- X線の集光性の向上による高輝度化
- X線の平行性向上とエネルギー分解能の向上
- X線照射面の強度分布とエネルギーの均一化

期待できる実験性能の向上

- 屈折コントラストCTの測定時間短縮と空間分解能向上
- 2D-XAFS, CT-XAFS (X線吸収微細構造) 測定の高性能化
- LIGAプロセスの照射時間の短縮
- 吸収X線CT測定の空間分解能の向上

あいちSR X線CTの測定条件と性能表

X線エネルギー	吸収コントラストX線CT測定				屈折コントラストX線CT測定	
	単色X線 (6-24keV)	白色X線			単色X線 19.8 keV	
撮影倍率	等倍	5倍	10倍	20倍	等倍	3.55倍
視野サイズ (mm ²)	13.3 ²	2.6 ²	1.3 ²	0.65 ²	10×10※	5×4
画像分解能 (μm)	10	4	2	1	15	10
透過像撮影枚数	3600枚/360度 ※※				2400枚/360度 ※※	
撮影時間	15分/サンプル ※※				3-4時間程度/サンプル (5秒露光/枚の場合) ※※	

※ 撮影用治具によるサイズ制限
※※ 撮影枚数、露光時間は試料、条件により変わります