

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3689623号
(P3689623)

(45) 発行日 平成17年8月31日(2005.8.31)

(24) 登録日 平成17年6月17日(2005.6.17)

(51) Int. Cl.⁷

F I

G O 1 N 23/04

G O 1 N 23/04

G O 1 N 23/20

G O 1 N 23/20

G 2 1 K 1/06

G 2 1 K 1/06

A

G 2 1 K 1/06

M

請求項の数 5 (全 15 頁)

(21) 出願番号 特願2000-269214 (P2000-269214)

(22) 出願日 平成12年9月5日(2000.9.5)

(65) 公開番号 特開2002-82072 (P2002-82072A)

(43) 公開日 平成14年3月22日(2002.3.22)

審査請求日 平成15年10月9日(2003.10.9)

(出願人による申告) 国等の委託研究の成果に係る特許
出願(産業再生法第30条の適用を受けるもの)

(73) 特許権者 000005108

株式会社日立製作所

東京都千代田区丸の内一丁目6番6号

(74) 代理人 100091096

弁理士 平木 祐輔

(72) 発明者 米山 明男

埼玉県比企郡鳩山町赤沼2520番地 株

式会社 日立製作所 基礎研究所内

審査官 ▲高▼場 正光

(56) 参考文献 特開平10-153698 (JP, A)

特開平04-348262 (JP, A)

特開平10-288587 (JP, A)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 X線撮像装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

入射 X 線ビームを複数のビームに分割する分割素子と、分割された複数のビームを反射する反射素子と、反射された複数のビームを結合する結合素子と、前記分割された一方のビームの光路内に試料を設置する手段と、前記分割された一方のビームあるいは他方のビームの光路内に設置される位相シフタと、前記結合素子によって結合されたビームを検出する X 線検出器と、前記 X 線検出器の出力に基づいて前記試料の位相像を得る処理部とを備え、

前記分割素子によるビームの分割及び前記結合素子によるビームの結合に X 線の同時反射を用いることを特徴とする X 線撮像装置。

【請求項2】

請求項1記載の X 線撮像装置において、前記結合素子に入射する複数のビームと前記結合素子によって結合されたビームのなす面が互いに非平行であることを特徴とする X 線撮像装置。

【請求項3】

請求項1又は2記載の X 線撮像装置において、前記反射素子によるビームの反射に非対称反射を用いることを特徴とする X 線撮像装置。

【請求項4】

請求項1, 2又は3記載の X 線撮像装置において、前記分割素子、前記反射素子及び前記結合素子は、単結晶ブロックから一体で形成された対向する面が互いに平行な2枚の結晶

プレート上に設定されていることを特徴とするX線撮像装置。

【請求項5】

請求項2又は3記載のX線撮像装置において、前記分割素子、前記反射素子及び前記結合素子は単結晶ブロックから一体で形成された複数の結晶プレート上に設定されており、前記複数の結晶プレートは、対向する面が互いに平行な第1の結晶プレート対と、対向する面が互いに平行かつ前記第1の結晶プレート対の対向する面と非平行である第2の結晶プレート対とを含むことを特徴とするX線撮像装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

10

本発明はX線撮像装置に係わり、特に物体の内部を非破壊的に検査するX線撮像装置に関する。

【0002】

【従来の技術】

物体内部を非破壊で検査する方法として、X線が試料を透過する際に生じるX線の振幅の変化を利用するX線撮像装置が広く普及している。この装置で取得される像は、試料のX線吸収分布を示すものである。ところで、X線が試料を透過する際、X線の振幅の他に位相も変化する。一般的に位相の変化は吸収の変化に比べて顕著であるため、この変化を捉えることにより、高感度に物体内部を観測することができる。この位相変化を利用したものとしては、特開平4-348262号公報に記載されたものや、特開平10-248833号公報に記載されたものなどがある。これら位相コントラスト型X線撮像装置では、従来の振幅の変化を検出する撮像装置では観察することができなかった生体軟部組織を無造影で観察することができる。

20

【0003】

上記公報に記載された装置は、いずれもX線用の干渉計を用いて位相の変化を検出している。X線干渉計には、ボンゼ・ハート型干渉計 (Appl. Phys. Lett. 6, 155 (1965) に記載されたようなもの) や、この型の干渉計を複数の結晶ブロックに分割したものなどを用いている。ボンゼ・ハート型干渉計は、等間隔で平行に配置された3枚の歯 (ビームスプリッタ、ミラー、アナライザー) を持った結晶ブロックで構成される。それぞれの歯でラウエケースの回折を利用して、ビームの分割、反射、結合を行っている。1枚目の歯 (スプリッタ) で入射X線を2つのビームに分割し、2枚目の歯 (ミラー) で分割されたビームをそれぞれ回折し、3枚目の歯 (アナライザー) で分割されたビームを再び結合し、干渉ビームを形成している。

30

【0004】

この干渉計の一方の光路内に試料を設置すると、試料を透過したビームの位相が試料の位相分布に応じて変化する。このため、アナライザーで他方のビーム (参照波) と結合させると、干渉により位相の変化が干渉ビームの強度変化となって現れる。しかし、この強度変化からだけでは試料による位相変化量を精度良く求めることはできない。そこで、分割されたビームのいずれかの光路内に位相シフトを設置し、バックグランドの位相をずらして複数の干渉ビーム像を測定する。そして、測定後にこれら干渉ビーム像から計算で試料の位相像を求めている。

40

【0005】

【発明が解決しようとする課題】

上記干渉計でビームの分割や結合に使用されているラウエケースの回折では、入射X線が角度発散を持つとき、X線は結晶内で大きく広がって進むことになる (ボルマン・ファン効果)。この広がりが入射ビームの発散角の100000倍程度になる。このため、入射角がわずかにずれているだけでも、結晶内でのX線の光路は大きく変わってしまうので、信号波と参照波が同じ場所で結合されなくなる。この結果、コヒーレント長の短いX線ではビジビリティ (Visibility) が低下したり、ビームが干渉しなくなったりする場合があった。また、試料に入射したX線は試料と周囲との屈折率の違いにより、ごく僅かであ

50

るが屈折される。この屈折は空間的に一様ではないために、結晶内での光路が場所によって様々に変化し、その結果、アナライザーから出射される試料像がぼけて空間分解能が低下してしまうという欠点があった。このため、これまでの研究でよく利用されている測定条件（入射 X 線の波長 0.07 nm、アナライザーの歯の厚さ 1 mm）における空間分解能は 30 μm 程度であり、生体軟部組織を構成する個々の細胞の状態や細胞内の器官や構造の観察等といった微視的な観察はできなかった。

【0006】

本発明の目的は、ラウエケースの回折によるビームの結合とは別の方法でビームを結合する X 線干渉計を用いることにより、ピジビリティが高くかつ高空間分解能な X 線位相の取得が可能な位相コントラスト型 X 線撮像装置を提供することにある。

10

【0007】

【課題を解決するための手段】

上記で説明したように、従来位相コントラスト型 X 線撮像装置のピジビリティや空間分解能の低下は、X 線干渉計内で信号波と参照波の結合にラウエケースの回折を用いたことに起因する。したがって、ラウエケースの回折によるビームの結合の代わりに、ブラッグケースの回折によるビームの結合を用いることにより上記課題を解決することができる。しかし、通常のブラッグケースの回折では、1 本の入射ビームに対して、回折ビームも 1 本であり、ビームを結合することはできない。そこで、本発明ではブラッグケースの同時反射を利用してビームを結合する。同時反射とは、入射 X 線が複数の格子面に対して、ブラッグの回折条件を同時に満たしたときに生じる回折現象のことをいい、入射 X 線は各回折格子面で回折され、複数のビームに分割されたり、あるいは逆に複数の入射 X 線が 1 本のビームに結合されたりする。通常の X 線回折と同様に、ブラッグケースとラウエケースが存在し、さらに入射 X 線と回折された X 線のなす面がすべて平行な場合 (coplanar) と、非平行な場合 (nonplanar) とに区別される。以下本発明で使用するブラッグケースの同時反射について、coplanar と nonplanar に区別して説明する。

20

【0008】

coplanar の同時反射の例として、(n 1 1) 面と (n - 1 - 1) 面の同時反射について説明する。図 1 (a) に結晶表面に平行な格子面を (m 0 0) とした場合の各格子面の関係を示す。(m 0 0) 面と (n 1 1) 面のなす角 θ_a は、次の〔数 1〕で与えられる。また、(m 0 0) 面と (n - 1 - 1) 面のなす角 θ_a も同様に〔数 1〕で与えられる。

30

【0009】

【数 1】

$$\theta_a = \cos^{-1} \left(\frac{mn}{\sqrt{m^2} \sqrt{n^2 + 2}} \right)$$

【0010】

結晶を図 1 に示すように回転させたとき、(n 1 1) 面及び (n - 1 - 1) 面に対する入射 X 線 1 の入射角が等しくなるのは、入射 X 線 1 が結晶表面に垂直に入射する場合だけである。このとき、(n 1 1) 面に対する入射角を θ_B 、(n - 1 - 1) 面に対する入射角を θ_B としたとき、 $\theta_a = \theta_B = \theta_B$ となる。入射 X 線 1 の波長 λ が下記の〔数 2〕を満たすとき、入射 X 線 1 は (n 1 1) 面及び (n - 1 - 1) 面の回折条件を同時に満足するので、入射 X 線は 2 方向に回折され、回折光 2 及び回折光 3 に分割される。但し、d は (n 1 1) 面の格子間隔である。また、逆に回折光 2 及び回折光 3 の方向から〔数 2〕で与えられた波長の X 線が入射した場合は図 1 (b) に示すように、それぞれ (n 1 1) 面及び (n - 1 - 1) 面により回折され、1 本のビームに結合され入射 X 線 1 の逆方向に出射される。

40

【0011】

【数 2】

$$\lambda = 2d \sin \theta_B$$

【 0 0 1 2 】

次に、(n 1 1)面と(n - 1 - 1)面を例として、nonplanarの同時反射について説明する。ここで、結晶表面に平行な格子面を(m 0 0)面とし、[0 1 1]面はx - y面に平行であるとする。(m 0 0)面と(n 1 1)面のなす角を θ_a 、(m 0 0)面とx - y面のなす角を θ_b としたとき、(n 1 1)面の回折格子ベクトルgの単位ベクトルnは〔数3〕となる。

【 0 0 1 3 】

【数3】

$$n = (-\cos \theta_a \sin \theta_b, -\sin \theta_a, \cos \theta_a \cos \theta_b)$$

10

波数ベクトル k_0 のX線が図2に示すように結晶に入射するとき、 k_0 の単位ベクトルaは、x - z面からのずれをdとして、〔数4〕で与えられる。

【 0 0 1 4 】

【数4】

$$a = (\cos d\rho, -\sin d\rho, 0)$$

20

従って、〔数3〕及び〔数4〕により k_0 の(n 1 1)面への入射角 θ_i は、〔数5〕となる。

【 0 0 1 5 】

【数5】

$$\theta_i = \sin^{-1}(-\cos \theta_a \sin \theta_b \cos d\rho + \sin \theta_a \sin d\rho)$$

また、(n - 1 - 1)面への入射角 = θ_i' は、〔数6〕となる。

【 0 0 1 6 】

【数6】

$$\theta_i' = \sin^{-1}(-\cos \theta_a \sin \theta_b \cos d\rho - \sin \theta_a \sin d\rho)$$

30

【 0 0 1 7 】

以上から、 $d = 0$ のとき $\theta_i = \theta_i'$ となり、入射X線の波長 λ が下記〔数7〕を満たしていれば、入射X線は(n 1 1)及び(n - 1 - 1)面の同時反射により、波数ベクトル k_h のX線と k_h' のX線に分割されることが分かる。ただし、dは(n 1 1)面の格子面間隔である。

40

【 0 0 1 8 】

【数7】

$$\lambda = 2d \sin \theta_i$$

(n 1 1)面による回折光 k_h の単位ベクトルをbとしたとき、a, n, bの間には〔数8〕が成り立つ。

【 0 0 1 9 】

【数8】

$$b = -2(a \cdot n)n + a$$

したがって、 $d = 0$ としたとき、〔数3〕、〔数8〕及び $a = (1, 0, 0)$ により b は〔数9〕となる。

【0020】

【数9】

$$b = (1 - 2\cos^2 \theta_a \sin^2 \theta_b, -2\cos \theta_a \sin \theta_a \sin \theta_b, 2\cos^2 \theta_a \sin \theta_b \cos \theta_b)$$

10

〔数9〕より、結晶表面と回折光のなす角 θ_0 は〔数10〕となる。

【0021】

【数10】

$$\theta_0 = \frac{\pi}{2} - \cos^{-1}(\sin \theta_b \cos 2\theta_a)$$

また、回折光と $x - z$ 面のなす角 θ_x は〔数11〕となる。

【0022】

【数11】

$$\theta_x = \frac{\pi}{2} - \cos^{-1}(\sqrt{1 - 4\sin^2 \theta_a \cos^2 \theta_a \sin^2 \theta_b})$$

20

一方、 $(n - 1 - 1)$ 面の回折光 b' としたとき、結晶表面のなす角 θ_0' は〔数12〕であり、回折光と $x - z$ 面のなす角 θ_x' は〔数13〕となる。

【0023】

【数12】

$$\theta_0' = \frac{\pi}{2} - \cos^{-1}(\sin \theta_b \cos 2\theta_a)$$

30

【数13】

$$\theta_x' = \frac{\pi}{2} - \cos^{-1}(\sqrt{1 - 4\sin^2 \theta_a \cos^2 \theta_a \sin^2 \theta_b})$$

【0024】

以上から、 $(n11)$ と $(n-1-1)$ 面の同時反射において、回折光は $x - z$ 面に対して対称な方向に回折されることがわかる。もし、逆に b 及び b' 方向から X 線が入射した場合、図2(b)に示すようにそれぞれ $(n11)$ 面と $(n-1-1)$ 面により回折され、1本のビームに結合され a と逆方向に出射される。ところで、入射 X 線 k_0 の $(n11)$ 面への入射角 θ_B は、 $d = 0$ のとき〔数14〕で与えられる。

【0025】

【数14】

40

$$\theta_B = \frac{\pi}{2} - \cos^{-1}(\cos\theta_a \sin\theta_b)$$

【0026】

この式において、結晶表面と(n11)面のなす角 θ_a は一意に決定されるが、X線の結晶表面への入射角 θ_b は任意の値を取ることができる。したがって、coplanarの同時反射とは異なり、(n11)面へのX線の入射角は任意に設定することができ、入射X線の波長を可変とすることができる。

【0027】

以上で説明したように、ブラッグケースの同時反射を用いると複数(上記例では2本)の入射ビームを1本のビームに結合することができる。このため、ラウエケースの回折にみられたボルマン・ファン効果によるビジビリティーの低下や空間分解能の低下はない。したがって、この同時反射を利用してビームの結合を行うX線干渉計を使用することにより、位相コントラスト型X線撮像装置のビジビリティー及び空間分解能を向上することができる。よく使用される測定条件(入射X線の波長0.07nm)における空間分解能は数ミクロン以下と、従来の撮像装置に比べて1桁以上向上すると考えられる。この結果、生体軟部組織を構成する個々の細胞の状態観察や、細胞及び細胞内の器官や構造の観察も可能となり、様々な生体メカニズムの解明等に役立つと期待できる。

【0028】

以下に、前記目的を達成するために本発明で採用した技術的特徴を列挙する。本発明の一形態によるX線撮像装置は、入射X線ビームを複数のビームに分割する分割素子と、分割された複数のビームを反射する反射素子と、反射された複数のビームを結合する結合素子と、分割された一方のビームの光路内に試料を設置する手段と、分割された一方のビームあるいは他方のビームの光路内に設置される位相シフトと、結合素子によって結合されたビームを検出するX線検出器と、X線検出器の出力に基づいて試料の位相像を得る処理部とを備え、分割素子によるビームの分割及び結合素子によるビームの結合にX線の同時反射を用いることを特徴とする。

【0029】

試料と位相シフトは別々の光路中に設置してもよいし、同じ光路中に設置してもよい。X線検出器は2次元X線検出器とするのが好ましい。結合素子に入射する複数のビームと結合素子によって結合されたビームのなす面は互いに非平行とすることができる。また、分割素子に入射するビームと、分割素子によって分割された複数のビームのなす面は互いに非平行とすることができる。この構成によると、入射X線の波長を可変とすることができる。

【0030】

反射素子によるビームの反射に非対称反射を用いてもよい。非対称反射を用いることにより回折を生じる入射X線の角度幅の条件を緩和することができる。また、非対称反射により入射ビームの幅が拡大され、より高い空間分解能で像を取得することができる。分割素子、反射素子及び結合素子は、単結晶ブロックから一体で形成された対向する面が互いに平行な2枚の結晶プレート上に設定することができる。

【0031】

2枚の結晶プレートの少なくとも一方は、ビームの光路に沿う方向に分割されていてもよい。結晶プレートを分割することにより、試料や位相シフトの設置が容易になる。分割素子、反射素子及び結合素子は単結晶ブロックから一体で形成された複数の結晶プレート上に設定されており、複数の結晶プレートは、対向する面が互いに平行な第1の結晶プレート対と、対向する面が互いに平行かつ前記第1の結晶プレート対の対向する面と非平行である第2の結晶プレート対とを含むものとしてすることができる。

【0032】

単結晶ブロックは複数のブロックに分割されていてもよい。単結晶ブロックを分割するこ

10

20

30

40

50

とにより、試料や位相シフタの設置に関する自由度を更に増すことができる。

本発明の一態様によるX線撮像方法は、前記したX線撮像装置を用いたX線撮像方法において、同時反射に使用するそれぞれの格子面となす角が等しい格子面を用いて入射X線ビームと分割素子、反射素子及び結合素子の光軸合わせを行うことを特徴とする。

【0033】

【発明の実施の形態】

以下、図面を用いて本発明の実施の形態を説明する。以下に示す図において、同じ機能を有する部分には同じ符号を付し、重複する説明を省略する。

〔実施の形態1〕

図3は、本発明による位相コントラスト型X線撮像装置の一例の構成図である。同図に示すようにX線撮像装置は、同時反射型X線干渉計4、X線干渉計用位置調整機構5、試料ホルダー6、試料ホルダー位置決め機構7、位相シフタ8、位相シフタ動作機構9、位相シフタ位置決め機構10、X線検出器(2次元X線検出器)11、制御装置12、画像処理機構13、表示装置14から構成される。

10

【0034】

同時反射型X線干渉計としては、図4に示すようなGraeffらによる干渉計(Z. Physik B 27,19-32(1977)の図7に記載されているもの)などを用いることができる。この干渉計は、Siの単結晶インゴットから切り出しで形成された5枚の結晶プレートとその土台から構成される。この実施の形態では、Graeffらによる同時反射干渉計の例とは異なり、Si(311)とSi(3-1-1)の同時反射を利用している。したがって、結晶の方位は図示したように、X軸(プレート面に対して垂直な方向)が $\langle 1, 0, 0 \rangle$ 、Y軸が $\langle 0, 1, 1 \rangle$ である。この干渉計は、coplanarの同時反射を利用しているので、入射X線の波長は0.1396nm、ブラッグ角は25.24度固定となる。

20

【0035】

入射X線15は、同時反射型X線干渉計の第1プレート16で同時反射により第1ビーム21と第2ビーム22に分割される。第1ビーム21は第2プレート17及び第3プレート18で、第2ビーム22は第4プレート19及び第5プレート20で回折され、第1プレート16の裏面の同じ点に入射する。第2プレート17と第3プレート18の間隔と、第4プレート19と第5プレート20の間隔は数ミクロンの精度で等しくなるように加工されているので、第1プレート16の裏面の同じ点に入射し、結合され干渉ビーム23を形成する。第1ビーム21或いは第2ビーム22の光路に、試料ホルダー位置決め機構7により位置決めされた試料ホルダー6を用いて試料を設置すると、試料の位相分布に応じて第1ビーム21或いは第2ビーム22の位相が変化する。この結果、この位相変化に応じて干渉により、干渉光ビーム23の強度も変化する。したがって、この強度変化から、試料による位相変化を検出することができる。X線検出器11として2次元X線検出器を用いれば、試料によって生じた位相変化を干渉像として2次元的に検出することができる。

30

【0036】

しかし、1枚の干渉像から精度良く試料による位相変化を検出したり、或いは干渉縞が輪になっている領域の位相変化が凹なのか凸なのかを判断することはできない。ここでは、可視光の干渉光学の分野で縞走査法として知られている手法(Appl. Opt., 33, 2693(1974))を用いて干渉図形から位相シフト分布像を求める。この手法は、干渉し合う2つのX線ビームの相対的位相差を少しずつ変えながら得られる複数の干渉図形から位相シフト分布像を計算により求めるものである。いま、位相差を $2\pi/M$ ずつ変化させながらM枚の干渉図形が得られたとすると、下記〔数15〕の偏角を計算すれば位相シフト像が得られる。

40

【0037】

そこで、第1ビーム21或いは第2ビーム22の光路内に位相シフタ位置決め機構10により位置決めされた位相シフタ8を設置し、位相シフタ動作機構9が設置されたビームの位相を変化させ、位相の異なった複数の干渉像を測定し、これらの干渉像から計算により

50

位相像を求める。変化させる位相シフト量は不等間隔でも良いし、等間隔でも良い。位相シフタ 8 はくさび形のアクリルとし、これを位相シフタ動作機構 9 により光路に出し入れするような構造でも良いし、位相シフタ 8 は平板のアクリルとし、これを位相シフタ動作機構 9 により回転させる構造でも良い。これらの動作制御は制御装置 1 2 で行う。

【 0 0 3 8 】

画像処理機構 1 3 では測定した複数の干渉像から位相 ϕ を計算で求める。上記位相シフタ 8 によって、等間隔に位相シフトさせた M 枚の干渉像であれば、位相 ϕ は〔数 1 5 〕から求めることができる。ここで、 $\arg[\]$ は偏角を計算することを示す。また、 I_k は位相差 $2\pi k / M$ のときの干渉像である。以上のようにして求めた位相像は、表示装置 1 4 に表示する。

【 0 0 3 9 】

【数 1 5 〕

$$\phi = \arg \left[\sum_{k=0}^{M-1} I_k \exp \left(-2\pi i \frac{k}{M} \right) \right]$$

【 0 0 4 0 】

coplanar の同時反射において、入射角は θ 軸の回転及び ϕ 軸の回転に依存する。このため、両軸の回転は同時反射の回折幅より十分細かい精度 (1 / 1 0 0 秒程度) で制御する必要があり、したがって、X 線干渉計用位置調整機構 5 には、1 / 1 0 0 秒の精度を持った θ 軸回転テーブルと ϕ 軸の回転テーブルからなるステージを用いる。

以上、本実施の形態によれば、ブラッグケースの同時反射によりビームの結合を行う X 線干渉計を用いることにより、ビジビリティが高く、高空間分解能の試料の位相像を取得することができる。

【 0 0 4 1 】

〔実施の形態 2 〕

実施の形態 1 で使用した同時反射型 X 線干渉計では、coplanar の同時反射を利用しているため、上記で説明したように入射 X 線の波長が、利用する同時反射の回折面によって一意に決定されてしまう。このため、試料の厚さに最適化した X 線の波長を選択することなどができなかつた。ここでは、nonplanar の同時反射によりビームの結合を行う X 線干渉計を用いた X 線撮像装置の例を示す。図 5 に装置の構成を、図 6 に X 線干渉計の詳細を示す。同図に示すように X 線撮像装置は、実施の形態 1 とほぼ同じ構成となっている。

【 0 0 4 2 】

本例の nonplanar の同時反射型 X 線干渉計 2 4 も、S i インゴットから切り出して形成された複数のプレートとその土台から構成される。図 6 に示したように、X 軸 (プレート面に対して垂直な方向) が $\langle 1, 0, 0 \rangle$ 、- Z 軸が $\langle 0, 1, 1 \rangle$ である。ここでは S i (3 1 1) と S i (3 - 1 - 1) の同時反射を利用する。S i (3 1 1) と結晶表面のなす角 θ_a は 2 5 . 2 4 度であり、例えば入射 X 線の波長 λ が 0 . 0 9 n m のときのブラッグ角 θ_B は 1 5 . 9 5 度である。結晶表面に対する X 線の入射角 θ_b は〔数 1 4 〕から次の〔数 1 6 〕で与えられるので、1 7 . 6 9 度となる。また、回折されたビームが結晶表面となす角 θ_x は 1 1 . 1 5 度、x - y 面となす角 θ_y は 1 3 . 5 5 度となる。

【 0 0 4 3 】

【数 1 6 〕

$$\theta_b = \sin^{-1} \left(\frac{\sin \theta_B}{\cos \theta_a} \right)$$

【 0 0 4 4 】

図 6 において、入射 X 線 2 9 は X 線干渉計の第 1 プレート 2 7 で同時反射により、第 1 ビ

10

20

30

40

50

ーム30と第2ビーム31に分割され、第2プレート28に入射する。第1プレート27と第2プレート28は一体の結晶ブロックで構成されているので、各プレート内の回折面は平行になっている。このため、第1ビーム30及び第2ビーム31ともに第2プレート28の $S_i(311)$ 及び $S_i(3-1-1)$ の回折条件を満たし、回折される。回折されたビームは入射X線と平行となるので、第1プレート27の $S_i(311)$ 及び $S_i(311)$ の回折条件を再び満たし、回折される。この回折は同時反射であるので、第1ビーム30は第3ビーム32と第4ビーム33に、第2ビーム31は第5ビーム34と第6ビーム35にさらに分割される。分割されたビームのうち第4ビーム33と第5ビーム34は第2プレート28に入射する。各プレートの間隔は平行に加工されているので、第4ビーム33と第5ビーム34は第2プレート28上の同じ点に入射する。両ビームともに第2プレート28の $S_i(311)$ 及び $S_i(3-1-1)$ の回折条件を満たすので、同一方向に回折・結合されて干渉ビーム36を形成する。

10

【0045】

試料は試料ホルダー位置決め機構7で位置決めされた試料ホルダー6を用いて、図5に示すように第2プレート28で回折され入射X線と平行になった第1ビーム30に設置する。位相シフタ8も位相シフタ位置決め機構10を用いて同様に設置する。

【0046】

nonplanarの同時反射においても、X線の入射角は 軸の回転及び 軸の回転に依存する。このため、両軸の回転は同時反射の回折幅より十分細かい精度(1/100秒程度)で制御する必要がある。したがって、X線干渉計の位置調整には、1/100秒の精度を持った 軸回転テーブル26と 軸の回転テーブル25を用いる。これらのステージは、制御装置12により制御される。

20

【0047】

同時反射を得るためには、上述したように 及び 回転の軸を秒オーダーという極めて高い精度で位置決め(光軸合わせ)する必要がある。したがって、あるいは 回転の入射X線29の第1プレート27に対する入射角の原点を何らかの方法で予め求めておくことができれば、位置決め作業を大幅に低減することができる。ところで、結晶表面に平行な $S_i(400)$ の0.09nmにおけるブラッグ角 θ_c は19.36度であり、 θ_b との差は1.67度である。したがって、入射X線が $S_i(400)$ の回折条件を満足するとき、図7に示すような $S_i(400)$ の複数の回折からなる光路を経て、干渉計を通り抜けることができる。この回折条件は 軸の回転だけで満足することができるので、比較的簡単に調整できる。したがって、図6に示した回折を生じる角度 θ_c を求めて、これを 軸の原点として利用することができるので、X線干渉計の光軸合わせは次のステップ(1)~(3)により容易に行うことができる。

30

【0048】

(1) X線干渉計を 回転させて $S_i(400)$ の回折ピークを見つけ、ここを 回転の原点とする。

(2) X線干渉計の 軸を原点より1.67度回転する。

(3) 軸と 軸の2軸スキャンを行い、同時反射を見つける。

このステップ(1)~(3)によるX線干渉計の光軸合わせは、入射X線の波長におけるブラッグ角 θ_c 、同時反射が生じる結晶表面へのX線入射角 θ_b 、あるいはブラッグ角 θ_c と θ_b との差等のパラメータを予め入力しておくことにより、制御装置12によって自動で行うことも可能である。

40

【0049】

本実施の形態では、同時反射の格子面として $S_i(311)$ と $S_i(3-1-1)$ を用いたが、他の格子面例えば(220)と(202)や(111)と(1-11)などを用いても良い。この場合でも、それぞれの格子面となす角が等しい格子面(例えば(220)と(202)であれば(422)、(111)と(1-11)であれば(202)など)を用いて、上記と同様な方法で干渉計を調整することができる。

試料の位相像の検出は、実施の形態1と同様にして行うことができる。以上、本実施の形

50

態によれば、任意の入射 X 線波長を用いてビジビリティーが高く、高空間分解能の試料の位相像を取得することができる。

【 0 0 5 0 】

〔実施の形態 3〕

実施の形態 2 で示した同時反射型 X 線干渉計では、第 1 ビーム 3 0 及び第 2 ビーム 3 1 の光路と第 1 プレート 2 7 及び第 2 プレート 2 8 とが接近しているため、光路内に設置する試料および位相シフタに対して制限があった。ここでは、X 線干渉計の結晶プレートをさらに分割することにより、試料及び位相シフタの設置が容易な X 線撮像装置の実施の形態を示す。

【 0 0 5 1 】

本実施の形態における撮像装置の構成例を図 8 に示す。この図に示すように X 線撮像装置は、実施の形態 2 とほぼ同じ構成となっている。X 線干渉計は実施の形態 2 で示した同時反射型 X 線干渉計の第 1 プレートを第 1 プレート 3 7 と第 2 プレート 3 8 に、第 2 プレート 2 8 を第 3 プレート 3 9 と第 4 プレート 4 0 に分割した 4 枚のプレートから構成される。分割されたプレートは実施の形態 2 と同様に土台と一体で形成されているので、各プレート内の格子面は互いに平行に保たれている。したがって、各プレートは実施の形態 2 の第 1 プレート 2 7 及び第 2 プレート 2 8 と全く同様に機能し、ビームの分割、回折、結合を行う。

【 0 0 5 2 】

試料ホルダー 6 及び位相シフタ 8 は図 8 に示したように、第 3 プレート 3 9 と第 2 プレート 3 8 の間に設置する。本実施の形態によると、試料ホルダー及び位相シフタの支え棒を横方向から挿入することができるので、実施の形態 2 に比べて極めて容易に設置することができる。

【 0 0 5 3 】

試料の位相像は実施の形態 1 と同様にして取得することができる。また、X 線干渉計の位置調整には実施の形態 2 と同様に、1 / 1 0 0 秒の精度を持った軸回転テーブル 2 6 と軸の回転テーブル 2 5 を用いる。X 線干渉計の光軸合わせも実施の形態 2 と同様にして行うことができる。

以上、本実施の形態によれば、試料及び位相シフタを容易に設置することができ、且つ任意の入射 X 線波長を用いてビジビリティーが高く、高空間分解能の試料の位相像を取得することができる。

【 0 0 5 4 】

〔実施の形態 4〕

X 線が試料を透過するとき、周囲との屈折率の違いにより X 線がごく僅かな角度だけ屈折される。X 線の同時反射が生じる角度幅は、数秒程度ときわめて狭い範囲であるため、上記の角度変化でも同時反射が生じなくなる場合がある。ここでは、非対称反射を利用することにより、回折の角度幅を広げ、上記角度変化にも対応できる同時反射型 X 線干渉計の実施の形態を示す。

非対称反射とは、図 9 に示すように結晶表面と回折格子面が非平行な回折のことをいう。結晶表面と回折格子面のなす角を α とすると、非対称因子 b は次の〔数 1 7〕で定義される。

【 0 0 5 5 】

〔数 1 7〕

$$b = \frac{\sin(\theta_B - \alpha)}{\sin(\theta_B + \alpha)}$$

このとき、回折にあずかる入射 X 線の角度幅 θ_B は、対称反射における角度幅 θ_s としたとき、〔数 1 8〕となる。また、回折 X 線の角度幅 θ_h は〔数 1 9〕となる。

【 0 0 5 6 】

10

20

30

40

50

【数 18】

$$\omega_o = \omega_s / \sqrt{b}$$

【0057】

【数 19】

$$\omega_h = \sqrt{b}\omega_s$$

10

【0058】

したがって、 $b < 1$ となる非対称反射を用いれば、 ω_o を広くすることができるので、ビームの結晶プレートへの入射角が多少変化しても回折を生じさせることができる。また、この非対称反射により、入射ビームの幅が拡大される。これに伴い当然のことながら、被写体の像も拡大される。したがって、より高い空間分解能で像を取得することが可能となる。

【0059】

上記非対称反射とnonplanarの同時反射を組み合わせたX線干渉計の例を図10に示す。このX線干渉計は、実施の形態3の同時反射型X線干渉計と同様に、単結晶インゴットから一体で切り出した4枚の結晶プレートとその土台から構成されている。試料及び位相シフタも同様に第2プレート41と第3プレート42の間に設置する。試料を透過したX線は屈折により曲げられているので、第2プレート41に非対称反射を用いてその回折角度幅を広げればよい。しかしながら、第2プレート41のみ非対称反射としたのでは、第4プレート40上で第4ビーム33と第5ビーム34が同じ点に入射しなくなってしまう。そこで、第3プレート42にも同じ非対称因子 b の非対称反射を用いることにより、第4プレート40上で第4ビーム33と第5ビーム34が同じ点に入射するようにする。

20

【0060】

試料の位相像は実施の形態1と同様にして取得することができる。また、X線干渉計の位置調整には実施の形態2と同様に、 $1/100$ 秒の精度を持った軸回転テーブル26と軸の回転テーブル25を用いる。X線干渉計の光軸合わせも実施の形態2と同様にして行うことができる。

30

以上、本実施の形態によれば、X線干渉計内のビームの回折に非対称反射を用いることにより、屈折が大きな試料においても、任意の入射X線波長を用いてレジピリティーが高く、高空間分解能の試料の位相像を取得することができる。

【0061】

〔実施の形態5〕

実施の形態3で示した同時反射型X線干渉計では、試料及び位相シフタを容易に設置できるように結晶プレートを複数に分割した。ここでは、結晶ブロックを複数個に分割することにより、より大きな試料を設置できるX線干渉計の例を示す。

40

【0062】

本実施の形態では、これまで1個の結晶ブロックから一体で形成されていたX線干渉計を、図11に示すように第1結晶ブロック43と第2結晶ブロック44の2個の結晶ブロックに分割する。このように構成されたX線干渉計では、第2プレート41と第3プレート42の間隔を自由に決めることができるので、より大きな試料を第1ビーム30或いは第2ビーム31の光路内に設置することができる。

【0063】

分割された結晶ブロックの相対的な位置変動は、位相の変動となって現れる。このため、精度良く位相像を観測するためには、結晶ブロック間43, 44の相対的な位置変動を波長のオーダー以下に抑える必要がある。このために、干渉計全体の軸回転を担う第1

50

テーブル48、軸回転を担う第1テーブル47、第2結晶の軸回転を行う第2テーブル46、第2結晶の軸回転を行う第2テーブル45を用いて、結晶ブロック間の位置決めを行う。各テーブルは圧電素子により駆動しても良いし、ステッピングモータなどにより駆動しても良い。

【0064】

この干渉計の調整は以下のようにして行う。

(1) 結晶ブロック29のみを設置する。そして、第1テーブル48及び第1テーブル47を用いて、第3プレート42から出射されるビーム30および31の強度が等しくなるように、実施の形態2と同様に同時反射に使用するそれぞれの格子面となす角が等しい格子面を用いて調整する。

10

【0065】

(2) 結晶ブロック30を設置する。第2テーブル46及び第2テーブル45を用い、実施の形態2と同様に同時反射に使用するそれぞれの格子面となす角が等しい格子面を用いて、結晶ブロック29に対する結晶ブロック30の位置を調整する。

【0066】

(3) 以上の調整後に、干渉像の検出が可能となる。しかし、上述したように測定中に結晶ブロック43, 44間の相対的な位置変動(数10 μ mオーダー)が生じると、第1ビーム30と第2ビーム31の間の位相が変化し、結果として干渉ビーム36の強度変動が生じてしまう。このため、測定中に干渉ビーム36の強度を一定とするように結晶ブロック間の位置を調整する制御機構を設ける。この制御機構は、干渉ビーム36を検出する2次元X線検出器の任意のピクセルからの信号強度が一定になるように第2テーブル46及び第2テーブル45を駆動制御するフィードバック制御機構、あるいは各テーブルの位置をモニタする高精度なレーザ干渉計を配置し、レーザ干渉計によってモニタされるテーブルの位置が一定となるように第2テーブル46及び第2テーブル45を駆動制御するフィードバック制御機構等によって実現することができる。

20

【0067】

各テーブルには非常に高い位置決め精度の他に、高い耐振動特性も要求される。そこで、これらのステージ45, 46には、動摩擦係数と静止摩擦係数がほぼ等しい滑り材を使用した固体滑り機構などを用いる。試料の位相像は実施の形態1と同様の方法により取得することができる。

30

以上、本実施の形態によれば、サイズの大きな試料においても、任意の入射X線波長を用いてビジビリティが高く、高空間分解能の試料の位相像を取得することができる。

【0068】

【発明の効果】

本発明によると、ブラッグケースの同時反射を利用したX線干渉計を用いることにより、ビジビリティが高くかつ高空間分解能なX線位相像を取得できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 coplanarの同時反射によるビームの分割及び結合を示す図。

【図2】 nonplanarの同時反射によるビームの分割及び結合を示す図。

【図3】 coplanarの同時反射型X線干渉計を用いたX線撮像装置の構成例を示す図。

40

【図4】 coplanarの同時反射型X線干渉計の例を示す図。

【図5】 nonplanarの同時反射型X線干渉計を用いたX線撮像装置の構成例を示す図。

【図6】 nonplanarの同時反射型X線干渉計の例を示す図。

【図7】 nonplanarの同時反射型X線干渉計において、表面に平行な格子面により回折されたビームの光路を示す図。

【図8】 結晶プレートを複数に分割したnonplanarの同時反射型X線干渉計を用いるX線撮像装置の構成例を示す図。

【図9】 X線の非対称反射を示す図。

【図10】 非対称反射を利用したnonplanarの同時反射型X線干渉計の例を示す図。

【図11】 複数の結晶ブロックから構成されるnonplanarの同時反射型X線干渉計と位置

50

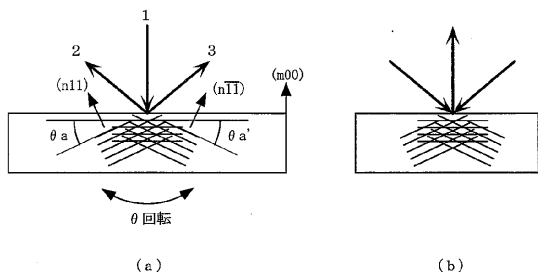
調整機構を示す図。

【符号の説明】

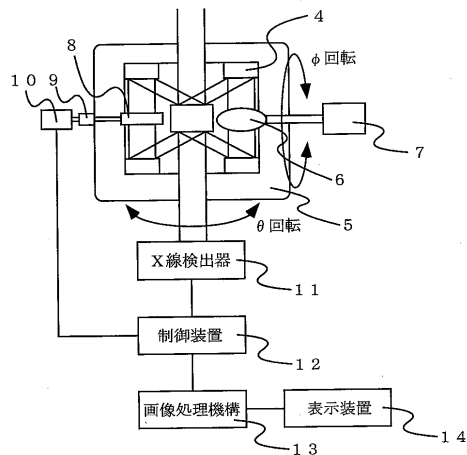
1 : 入射 X 線、 2 : (n 1 1) 面による回折光、 3 : (n - 1 - 1) 面による回折光、 4 : coplanarの同時反射型 X 線干渉計、 5 : X 線干渉計用位置調整機構、 6 : 試料ホルダー、 7 : 試料ホルダー位置決め機構、 8 : 位相シフタ、 9 : 位相シフタ動作機構、 10 : 位相シフタ位置決め機構、 11 : X 線検出器、 12 : 制御装置、 13 : 画像処理機構、 14 : 表示装置、 15 : 入射 X 線、 16 : 第 1 プレート、 17 : 第 2 プレート、 18 : 第 3 プレート、 19 : 第 4 プレート、 20 : 第 5 プレート、 21 : 第 1 ビーム、 22 : 第 2 ビーム、 23 : 干渉ビーム、 24 : nonplanarの同時反射型 X 線干渉計、 25 : 軸の回転テーブル、 26 : 軸回転テーブル、 27 : 第 1 プレート、 28 : 第 2 プレート、 29 : 入射 X 線、 30 : 第 1 ビーム、 31 : 第 2 ビーム、 32 : 第 3 ビーム、 33 : 第 4 ビーム、 34 : 第 5 ビーム、 35 : 第 6 ビーム、 36 : 干渉ビーム、 37 : 第 1 プレート、 38 : 第 2 プレート、 39 : 第 3 プレート、 40 : 第 4 プレート、 41 : 非対称第 2 プレート、 42 : 非対称第 3 プレートを複数に分割した nonplanarの同時反射型 X 線干渉計、 43 : 第 1 結晶、 44 : 第 2 結晶、 45 : 第 2 テーブル、 46 : 第 2 テーブル、 47 : 第 1 テーブル、 48 : 第 1 テーブル

10

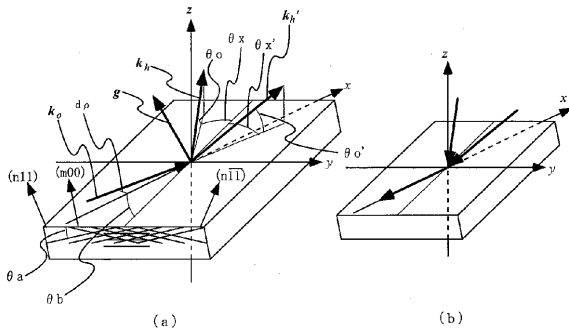
【図 1】



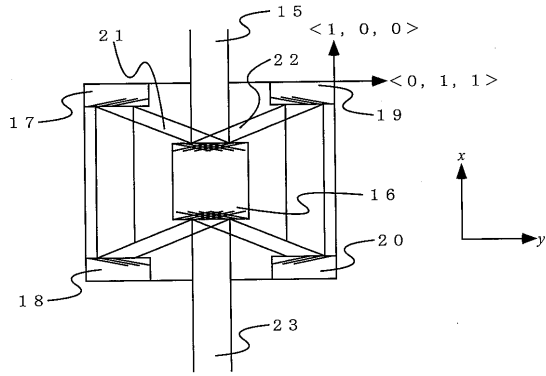
【図 3】



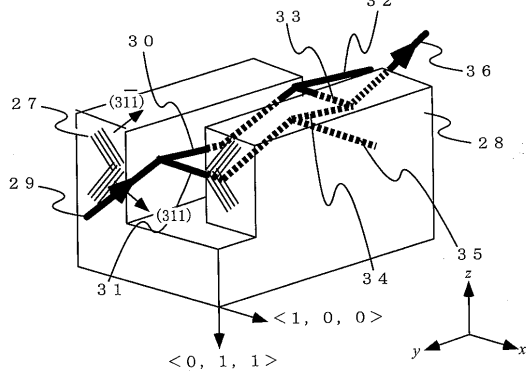
【図 2】



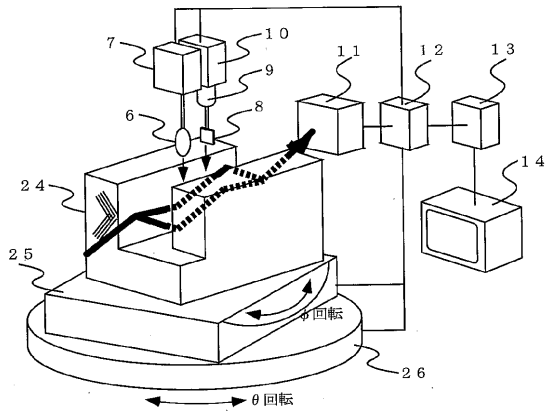
【図4】



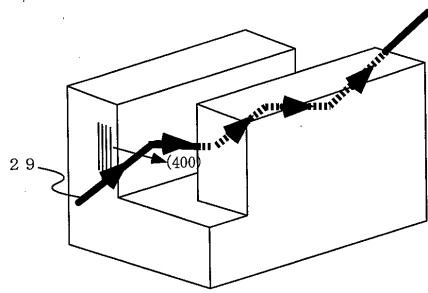
【図6】



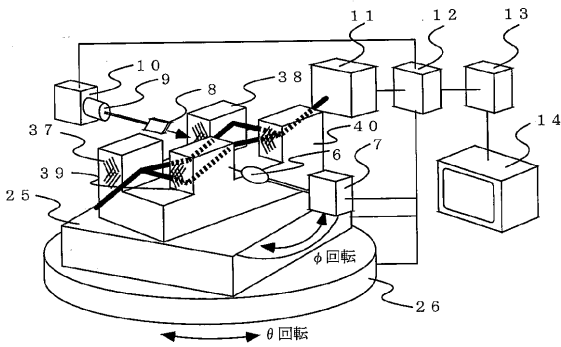
【図5】



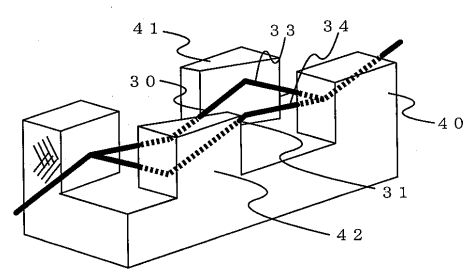
【図7】



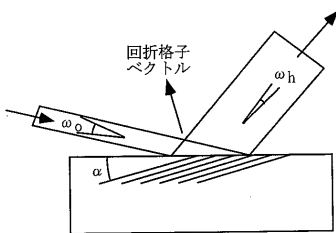
【図8】



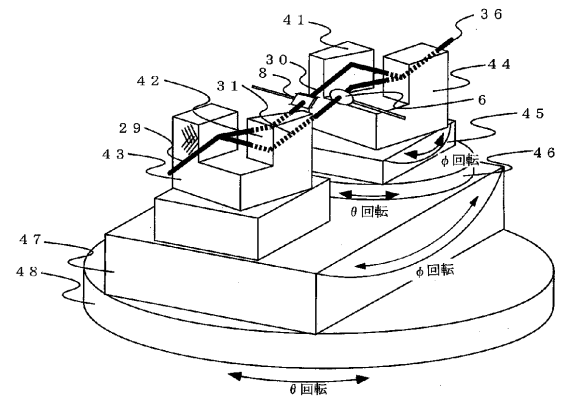
【図10】



【図9】



【図11】



フロントページの続き

(58)調査した分野(Int.Cl.⁷, DB名)

G01N23/00-23/227

G21K1/00-7/00

A61B6/00-6/14

ScienceDirect

Web of Science

JICSTファイル(JOIS)