

一般セッション(口頭講演) | 7 ビーム応用: 7.1 X線技術

2025年3月17日(月) 9:00 ~ 10:45 会場 K507 (講義棟)

[17a-K507-1~5] 7.1 X線技術

米山 明男(九州シンクロトロン光研究センター)、石野 雅彦(量研機構)

9:00 ~ 9:15

[17a-K507-1]

NiO及び Co_3O_4 粉末の軟X線出現電位分光○柏倉 隆之¹ (1.宇都宮大工)

◆ 奨励賞エントリー

9:15 ~ 9:30

[17a-K507-2]

再帰的エネルギー分割Shirley法によるXPSバックグラウンド生成

○趙 祥勲¹、倪 澤遠¹ (1.東京エレクトロン(株))

9:30 ~ 9:45

[17a-K507-3]

高速X線カメラ「HAYAKA」を用いた麺茹で過程の4D観察

○米山 明男¹、河本 正秀¹、安田 みどり² (1.SAGA LS、2.西九州大)

10:00 ~ 10:30

[17a-K507-4]

[第46回優秀論文賞受賞記念講演] マルチビームX線イメージング光学系によるサブミリ秒4DX線トモグラフィ

○矢代 航^{1,2,3}、梁 暁宇²、フォグリ ヴォルフガング⁴、工藤 博幸⁵、荒川 悦雄⁴、白澤 徹郎⁶、梶原 堅太郎⁷、虻川 匡司^{1,2} (1.東北大国際放射光セ、2.東北大多元研、3.東大工、4.東京学芸大教育、5.筑波大システム情報系、6.産総研計量標準セ、7.高輝度光科学研究セ)

◆ 奨励賞エントリー

10:30 ~ 10:45

[17a-K507-5]

改良型マルチビームX線光学系を用いた4DX線トモグラフィ

○住石 海希¹、フォグリ ヴォルフガング²、梁 暁宇³、梶原 堅太郎⁴、漆原 良昌⁴、工藤 博幸⁵、矢代 航^{1,3,6,7} (1.東北大院ファイン、2.学芸大自然科学系、3.東北大多元研、4.JASRI、5.筑波大システム情報系、6.東北大SRIS、7.東大院工物工)

NiO 及び Co₃O₄ 粉末の軟 X 線出現電位分光

Soft X-ray Appearance Potential Spectroscopy of NiO and Co₃O₄ Powder

宇都宮大工¹ °柏倉 隆之¹

Utsunomiya Univ.¹, °Takayuki Kashiwakura¹

E-mail: kasikura@cc.utsunomiya-u.ac.jp

軟 X 線出現電位分光 (Soft X-ray Appearance Potential Spectroscopy, SXAPS) では、試料に電子線を照射して特定の原子の内殻電子を一旦励起し、それが緩和する際に放出される軟 X 線の収量を測定する。その際、内殻励起のしきい値をまたいで電子線のエネルギーを連続的に掃引することで、X 線吸収スペクトルにおける吸収端近傍構造 (X-ray Absorption Near Edge Structure, XANES) に類似のスペクトルを得る[1]。これまで、我々は、導電性の低い粉末試料に対応する SXAPS 装置の開発を進めてきた[2]。その特徴として次の 3 項目を示す。1) 帯電を防ぐために、粉末試料は Al 等の金属に埋め込み、導電性のある炭素等でコートする。2) ピアス型電子銃により、数 10 $\mu\text{A}/\text{mm}^2$ 程度の電子線を照射する。3) X 線検出には超高真空を必要としない比例計数管を用いる。

これまでの測定において、測定容器内の真空が 10^{-6} Torr 台では、電子線の照射を始めてから数分で試料が変質することが確認され、一方で、同時に照射される負イオンビームの衝撃により、分析箇所においては試料の変質が低減されることを示唆する結果があった。本研究では、測定容器内の真空度を上げることで試料の変質がより低減されると期待して測定装置を改良した。真空排気系を改善し、比例計数管は検出ガスのリークを極力低減する構造に変更したところ、測定時の圧力は 8×10^{-8} Torr となった。NiO 粉末について測定した Ni L_{2,3} 吸収端の SXAPS を図 1 に示す。電子線の電流を約 150 μA とした測定で、L₃ 吸収端に対応するピークの高さは 40 cps 程度であった。Co₃O₄ 粉末について測定した Co L_{2,3} 吸収端の SXAPS を図 2 に示す。電子線の電流を約 100 μA とした測定で、L₃ 吸収端に対応するピークの高さは 10 cps 程度であった。両測定とも、5 回分の電圧掃引データを重ねたものであり、測定時間は約 90 min であった。

[1] 福田安生, 「高感度出現電位分光法(APS)による TiO₂, NiO, MgO 単結晶表面の研究」, 2016 年真空・表面科学合同講演会, 2Bp02.

[2] 柏倉隆之, 第 71 回応用物理学会春季学術講演会予稿集, 25p-12M-2 (2024).

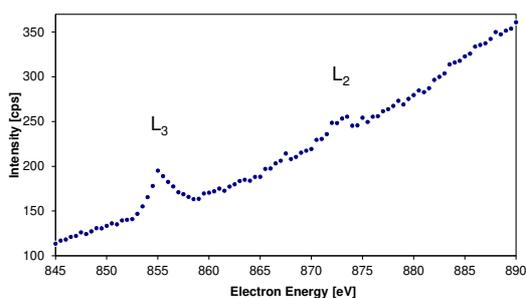


Fig 1. SXAPS spectrum of NiO at the Ni L_{2,3} absorption edges.

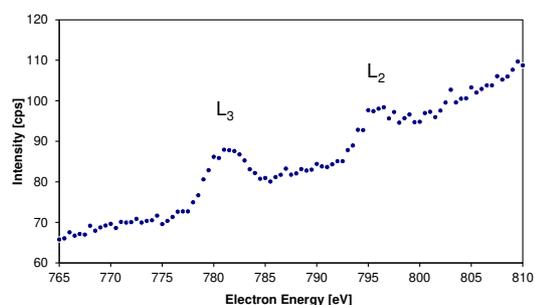


Fig 2. SXAPS spectrum of Co₃O₄ at the Co L_{2,3} absorption edges.

再帰的エネルギー分割 Shirley 法による XPS バックグラウンド生成

XPS background modeling by recursive energy partition Shirley method

○趙 祥勲, 倪 澤遠

Tokyo Electron Technology Solutions Ltd.

○Sanghun Cho, Zeyuan Ni

E-mail: sanghun.cho@tel.com

【背景】X線光電子分光(X-ray Photoelectron Spectroscopy: XPS)は、試料表面の化学状態と元素組成の解析に有効な手法である。XPSの定量解析では、光電子の非弾性散乱に由来するバックグラウンド(以下BG)を正しく推定する必要があるが、解析するエネルギー範囲の指定に任意性があるため、解析結果が解析者によって大きく異なるという問題がある。近年、解析結果の属人性を排除するために、動的 Shirley 法とその様々な改良型が提案されてきたが、スペクトル形状によってはバックグラウンドとスペクトルが交差してしまうため、正しい定量解析ができないという課題があった[1,2]。そこで本研究では、解析範囲の指定を必要としない「再帰的エネルギー分割 Shirley 法(以下 REP Shirley)」を開発して、バックグラウンドとスペクトル交差現象の改善に成功した。

【計算方法】Fig. 1に REP Shirley のアルゴリズムを示す。REP Shirley 法では、(1) まず測定データのエネルギーの上限値と下限値を端点として iterative Shirley 法を行ってバックグラウンド $B(E)$ を計算する。(2) 次に、スペクトル $I(E)$ とバックグラウンド $B(E)$ の差 $I(E)-B(E)$ を計算する。もし $I(E)-B(E)$ が負の値を持つ場合は、エネルギー領域内の強度が最小値の点を基準に、エネルギー領域を2つに分割する。(3) 分割したそれぞれのエネルギー領域において、上記の過程をスペクトルと交差しないバックグラウンドが得られるまで繰り返す。

【結果と考察】Fig. 2(c), (d)に REP Shirley で計算した BG とフィッティング結果を示す。比較のために、active Shirley 法で計算した結果も Fig. 2(a), (b)に示した。図から分かるように、高結合エネルギー側でスペクトルの形状が平らでない場合は、active Shirley で得られた BG は、スペクトルと交差する現象がみられる。特に、Fig. 2(b)では BG がフィッティングの結果にも影響し、計算が収束していないことが確認できる。一方で、REP Shirley によって生成された BG では、スペクトルとの交差現象が改善されフィッティングが成功につながっていることが分かる。ところで、Fig. 2(d)から分かるように、REP Shirley でつくられた BG によって、解析が困難な $Ni2p_{1/2}$ 由来のピーク(結合エネルギー875 eV 付近)が排除されていることに注意されたい。つまり、REP Shirley によってつくられた BG は、XPS のノイズ・非弾性散乱等によるもの(従来の意味での BG)と解析対象ピーク以外の信号の和として定義されるべきである。

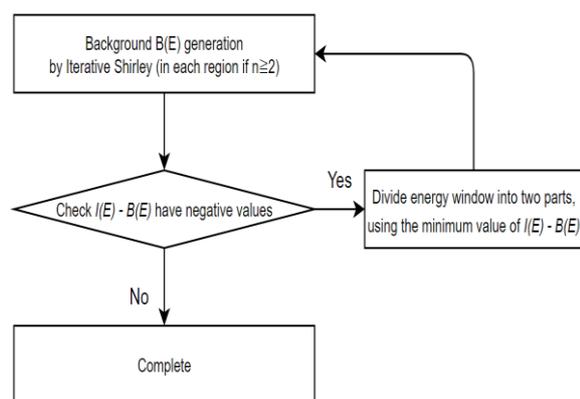


Fig. 1 Workflow chart of REP Shirley method. In the first loop $n=1$, iterative Shirley is performed within the energy range of the measurement data. In the subsequent loops $n \geq 2$, it is executed within each respective energy window.

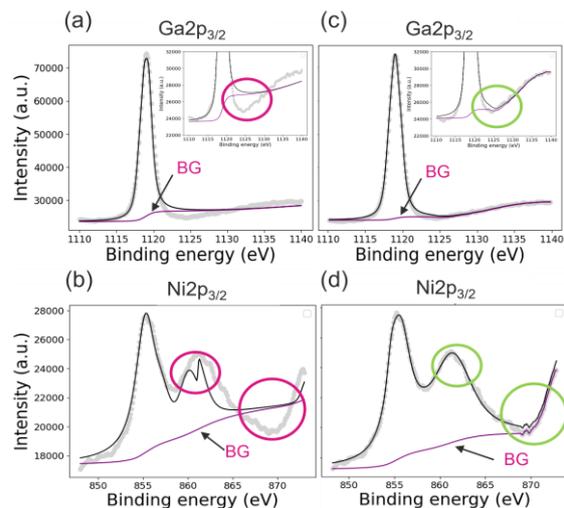


Fig. 2 Background and fitting results of Ga2p and Ni2p by active Shirley (a), (b) and by REP Shirley (c), (d).

[1] A. Herrera-Gomez, M. Bravo-Sanchez, O. Ceballos-Sanchez and M. O. Vazquez-Lepe, Surf. Interface Anal. **46**, 897 (2014).

[2] R. Matsumoto, Y. Nishizawa, N. Kataoka, H. Tanaka, H. Yoshikawa, S. Tanuma and K. Yoshihara, J. Electron Spectrosc. Relat. Phenom. **207**, 55 (2016).

高速 X 線カメラ「HAYAKA」を用いた麺茹で過程の 4D 観察

4D Observation of Noodle Boiling Process Using High-Speed X-ray Imager 'HAYAKA'

SAGA LS¹, 西九州大¹ °米山 明男¹, 河本 正秀¹, 安田みどり²

SAGA LS¹, Nishikyushu Univ.², °Akio Yoneyama¹, Masahide Kawamoto¹, Midori Yasuda²

E-mail: yoneyama@saga-ls.jp

麺の茹で過程を非破壊かつリアルタイムで 3 次元的に観察し、より美味しい茹で方に関する知見を得ることを目的として、九州シンクロトロン光研究センター (SAGA LS) で開発している高速 X 線カメラ「HAYAKA」[1]を用いた放射光 4D-CT (4-Dimensional Computed Tomography : 空間 3 次元+時間の 4 次元観察) により、そうめんの茹で過程を観察した。

茹で状態は、直径 6 mm のストローにそうめんを 10 本程度詰め、上部から熱湯を滴下することで再現した (図 1)。CT データは、ストローごとステッピングモータにより高速に回転 (2 回転/秒) して取得した。投影像の露光時間は 18 μ s、フレームレートは 1000 fps で、360 度 500 枚の投影データから 0.5 秒毎の CT 像を再構成した。HAYAKA の画素サイズは 13 μ m、画素数は 800 \times 300 画素、視野は 10.4 \times 3.9 mm² である。また、使用した準単色放射光の中心エネルギーは 20 keV である[2]。

図 2 に 10 秒毎の CT 断面像 (拡大像、1.3 mm 角) を示す。茹で時間の経過と共に、お湯が麺内に浸透し、浸透した領域では気泡が発生していることが判る。また、茹で時間 1 分では中心部分に芯が残存していることも判る。今後は、本技術を食品調理や劣化過程の観察に適用するとともに、温度変化に伴う相転移や、電池の充放電過程の観察などへの展開も進める予定である。

[1] 米山他、「高速 X 線カメラ「HAYAKA」の開発とサブ秒 CT への応用」応物 2021 秋

[2] A. Yoneyama, et. al., J. Synchro. Rad. 28, 1966 (2021)

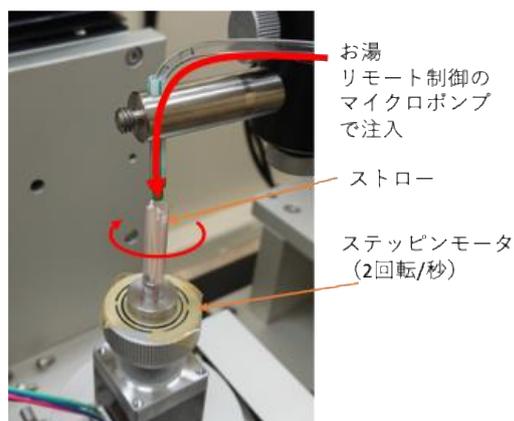


図 1 実験系の模式図。マイクロポンプでお湯を上から注入 (滴下)

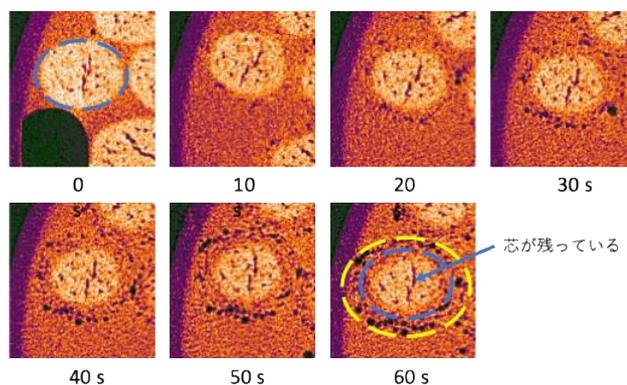


図 2 10 秒毎の CT 断面像。次第にお湯が浸透し、気泡が発生している。

マルチビームX線イメージング光学系による サブミリ秒 4D X線トモグラフィ

Sub-millisecond 4D X-ray tomography achieved with a multibeam X-ray imaging system

東北大国際放射光セ¹, 東北大多元研², 東大工³, 東京学芸大教育⁴, 筑波大システム情報系⁵,
産総研計量標準セ⁶, 高輝度光科学研究セ⁷

○矢代 航^{1,2,3}, 梁 暁宇², フォグリ ヴォルフガング⁴, 工藤 博幸⁵, 荒川 悦雄⁴, 白澤 徹郎⁶,
梶原 堅太郎⁷, 虻川 匡司^{1,2}

SRIS, Tohoku Univ.¹, IMRAM, Tohoku Univ.², Eng., Univ. Tokyo³, Educ., Tokyo Gakugei Univ.⁴,
Info. & Sys., Univ. Tsukuba⁵, NMIJ, AIST⁶, JASRI⁷

○Wataru Yashiro^{1,2,3}, Xiaoyu Liang², Wolfgang Voegeli⁴, Hiroyuki Kudo⁵, Etsuo Arakawa⁴,
Tetsuroh Shirasawa⁶, Kentaro Kajiwara⁷, Tadashi Abukawa^{1,2}

E-mail: wyashiro@tohoku.ac.jp

我々は、シンクロトロン放射光のマルチビーム化という、世界的に類のない独創的な着想に基づいて、試料を回転することなく、世界最高である0.5ミリ秒時間分解能の4D-X線マイクロトモグラフィ(4D:3D+時間)の原理実証に成功した[1]。試料の高速回転によるX線トモグラフィについては著者らによって数ミリ秒時間分解能まで実現できていたが[2-5]、1ミリ秒時間分解能を超えるX線トモグラフィには、3万rpm以上の試料高速回転が必要で、本研究の独創的な着想が不可欠であった。

筆者らが開発した光学系では、試料の回転が必要ないため、遠心力で決まる時間分解能の限界を打破できるだけでなく、流動性のある試料や、生きた生物への適用も可能であり、一期一会の非繰り返し・非平衡現象を前人未踏の時間分解能で4D可視化できる。例えば、材料破壊、マイクロ流体、機械加工、摩耗、溶接、燃焼、動的バイオミメティクスなど、観察対象は多岐にわたり、非平衡系マテリアルズインフォマティクスなどの新たな学術分野の創成から産業応用に至る様々な波及効果が期待される。

[1] X. Liang, W. Voegeli, H. Kudo, E. Arakawa, T. Shirasawa, K. Kajiwara, T. Abukawa, and W. Yashiro, *Appl. Phys. Express* **16** (2023) 072001.

[2] W. Yashiro, D. Noda, and K. Kajiwara, *Appl. Phys. Express* **10** (2017) 052501.

[3] W. Yashiro, R. Ueda, K. Kajiwara, D. Noda, and H. Kudo, *Jpn. J. Appl. Phys.* **56** (2017) 112503.

[4] W. Yashiro, C. Kamezawa, D. Noda, and K. Kajiwara, *Appl. Phys. Express* **11** (2018) 122501.

[5] R. Mashita, W. Yashiro, D. Kaneko, Y. Bitto, and H. Kishimoto, *J. Synchrotron Rad.* **28** (2021) 322.

改良型マルチビーム X 線光学系を用いた 4DX 線トモグラフィ

X-ray 4D tomography using an improved multibeam X-ray optical system

東北大院ファイン¹, 学芸大自然科学系², 東北大多元研³, JASRI⁴, 筑波大システム情報系⁵,
東北大 SRIS⁶, 東大院工物工⁷

○住石 海希¹, Wolfgang Voegeli² 梁 暁宇³, 梶原 堅太郎⁴, 漆原 良昌⁴, 工藤 博幸⁵,
矢代 航^{1,3,6,7}

Grad. Eng., Tohoku Univ.¹, Tokyo Gakugei Univ.², IMRAM, Tohoku Univ.³, JASRI⁴, Tsukuba
Univ.⁵, SRIS, Tohoku Univ.⁶, Grad. Eng., Univ. Tokyo⁷

○Hiroki Sumiishi¹, Wolfgang Voegeli², Xiaoyu Liang³, Kentaro Kajiwara⁴, Yoshimasa Urushihara⁴,
Hiroyuki Kudo⁵, Wataru Yashiro^{1,3,6,7}

E-mail: sumiishi.hiroki.q2@dc.tohoku.ac.jp

X 線トモグラフィは試料の 3 次元内部構造を非破壊で可視化する方法で, 放射光 X 線を光源とすることで内部構造の時間変化を高い時間分解能で可視化することができる. マルチビーム X 線イメージングシステムは試料回転なしで高時間分解能の X 線トモグラフィを行うことのできるシステムとして開発され[1], 0.5ms の時間分解能の X 線トモグラフィを実現している[2]. これまでのマルチビーム X 線イメージングシステムでは X 線ビームがドリフトしてしまうという課題があった. 本研究では光学系を改良することでドリフトが低減され, 生きたワラジムシのような, 複雑な内部構造をもつ試料の再構成が可能となった.

マルチビーム X 線イメージングシステムは白色 X 線を光学系に設置した Si 結晶で投影方向ごとに Bragg 反射させることで複数の X 線ビームに分岐させ, 試料に対して一斉に照射させることで試料回転なしで再構成に必要な投影像を取得するシステムである. これまでのマルチビーム X 線光学系では固定部分, 接続部分, ブレード部分に分かれた特殊な形状の Si 結晶を湾曲させて使用していたため[1], 接続部分でねじれが生じていたが, 本研究では結晶を単独で配置することにより, ビームドリフトを再構成に影響を与えないレベルまで低減することに成功した. さらに ABD-CT[3]という再構成アルゴリズムを用いることで, マルチビーム X 線イメージングシステムで初めて内部に構造や組成の違いがある動的試料の X 線トモグラフィを実現した.

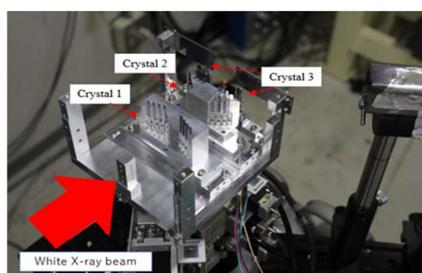


図1 マルチビーム X 線光学系

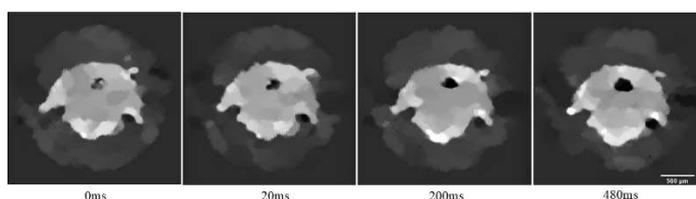


図2 再構成したワラジムシの時間変化

参考文献

- [1] W. Voegeli *et al.*, *Optica* 7 (2020) 515.
[2] X. Liang *et al.*, *Appl. Phys. Express* 16 (2023) 072001.
[3] H. Kudo *et al.*, *Proc. SPIE* 9967 (2016) 996711.