

X線カラー I.I.TM を用いたナノ検査技術

Nanosensing Technique Using X-ray Color Image Intensifier

日塔 光一 宮部 圭介 中山 邦彦

■ NITTOH Koichi

■ MIYABE Keisuke

■ NAKAYAMA Kunihiro

高速現象の非破壊撮影は、固体や液体の衝突現象の解析、高速動作時の振動やひずみ現象の検査など、多岐にわたる先端分野で必要とされている。一方、ナノスケール観察は、電子部品やナノマシンの微細加工及び材料欠陥検査、並びに機能材料の開発など、広範な基礎技術分野で不可欠な技術である。

東芝がX線リアルタイム撮影用に開発したカラーイメージインテンシファイア“カラー I.I.TM (UltimageTM)”は、高速撮影や微細撮影において、ほかの方法に対して大きな優位性を持つ。フィルムやイメージングプレート (IP) ではできない十数ナノ秒 (ns) の高速X線画像を取得することができ、更に、カラー I.I.TM の拡大機能、高画素カメラ、及び焦点サイズ400 nmのX線源を組み合わせることにより、400 nmの空間分解能を得ることができる。

Nondestructive photography of high-speed phenomena is required in a broad range of leading-edge technologies such as the analysis of collision phenomena of solids and liquids and the inspection of vibration and distortion under high-speed operation. In addition, minute observation at the nanometer scale is essential for many basic technologies such as the microfabrication of electronic parts and machines, crack inspection of materials, and development of functional materials.

The Color I.I.TM (UltimageTM) color image intensifier, originally developed as an X-ray real-time imaging device, has various advantages in terms of high-speed and precise imaging compared with other devices. The Color I.I.TM system can take high-speed X-ray transmission images in the range of tens of nanoseconds, which is not possible using film- or imaging plate (IP)-based systems. Furthermore, a spatial resolution as small as 400 nm can be attained by the combination of the image-magnifying function of the Color I.I.TM system, a high-resolution camera, and an X-ray source of 400 nm focus size.

1 まえがき

超微細な世界や超高速な現象の解明、及びこれらの現象を自在に操作して新たな機能や物質を創製することが、先端技術として重要になってきている。特に米国では、2000年1月に当時のクリントン大統領がカリフォルニア工科大学で行った演説をスタートとして、「国家ナノテクノロジー戦略」が国のプロジェクトとして推進されている⁽¹⁾。

ナノテクノロジー (以下、ナノテクと略記) は、量子電磁気学で有名なりチャード P ファインマン教授が、1959年にカリフォルニア工科大学において開催された米国物理学会で講演したことが始まりと考えられている⁽²⁾。その後ナノテクは、1981年にIBM社チューリッヒ研究所のゲラルド ビニッヒ博士とハイน์リッヒ ローラー博士が発明した走査型トンネル顕微鏡により、ナノレベルの観察や走査が可能になったことで急速に進歩するようになった。また、最近の半導体部品やナノマシンの組立てでは、物を壊さずに内部を観察することが必要となってきている。これらの方法として、X線を用いたラジオグラフィ (透視撮影) や中性子線を用いたラジオグラフィなどの非破壊検査手法がある。

X線顕微鏡に近い検査技術の方法には、焦点サイズの小さ

いX線源と高感度なイメージインテンシファイア^(注1) (I.I.) を組み合わせ、検査対象物を線源の近くに移動させて拡大投影し、透過画像をI.I.で撮影して超微細な状況を観察する。したがって、ナノ領域を分解能良く見るためには、用いるX線源の焦点サイズを分解能と同等以下のサイズにしなければならない。一方、この焦点サイズを小さくすると、熱負荷の制限で面出力密度が上げられない。そのため、検出器にはイメージ増幅機能が不可欠である。

東芝は、従来から用いられているモノクロタイプのI.I.に比べて感度を6倍、検出感度領域での測定レンジを2けた拡大することに成功した^{(3), (4)} カラーイメージインテンシファイア“カラー I.I.TM (UltimageTM)”を発表している。他方、時間領域のナノ現象解明には、短パルス線源が有効であり、最近では尖頭 (せんとう) 値 (最大値) が高く10数nsのパルス幅の小型X線源が実用化されている。

ここでは、このカラー I.I.TM の特長である高感度と高速応答が、ナノ検査技術に有効性であることを、実施例をもとに説明する。

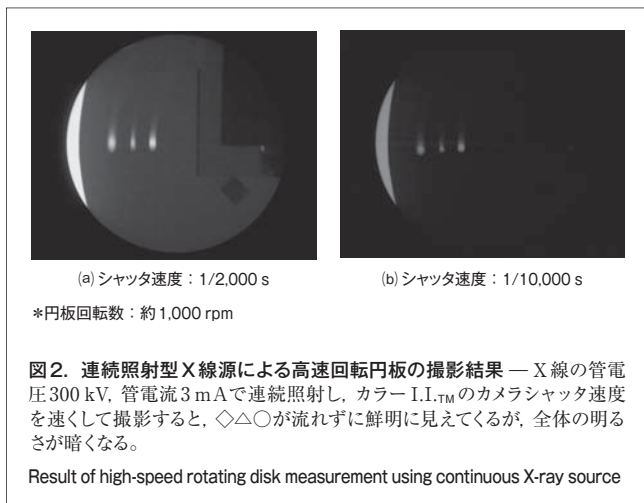
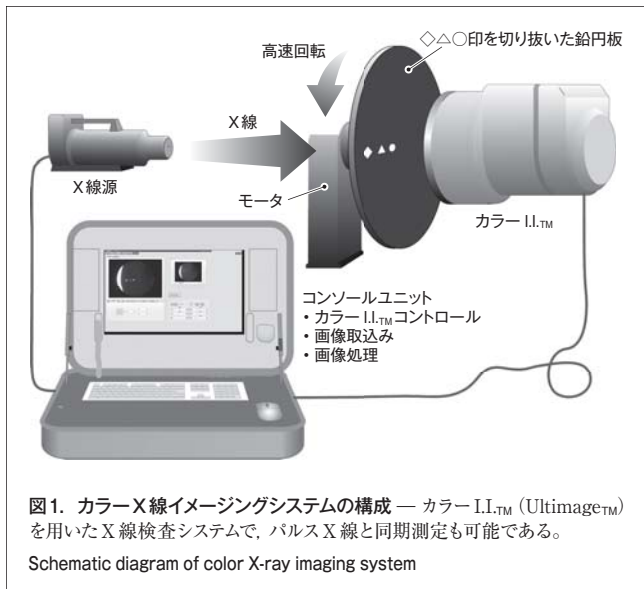
(注1) 測定物を透過あるいは反射した微弱なX線の強度分布をいったん電子に変換して電氣的に増幅し、蛍光面で再度イメージ像にして観測する装置で、電子増倍管とも言う。

2 瞬間現象の撮影

初めにナノ秒領域の瞬間的な現象を撮影した結果について述べる。

高速で回転する円板を測定対象物に用い、カラー I.I.TM を撮影装置としたカラー X 線イメージングシステムの構成を図 1 に示す。この円板には X 線を遮へいする鉛の板材を用い、X 線の透過がわかりやすいように◇△○の形状に切り抜いてある。この円板は、約 1,000 rpm で高速回転し、◇△○の位置は約 15 m/s の速度で移動している。

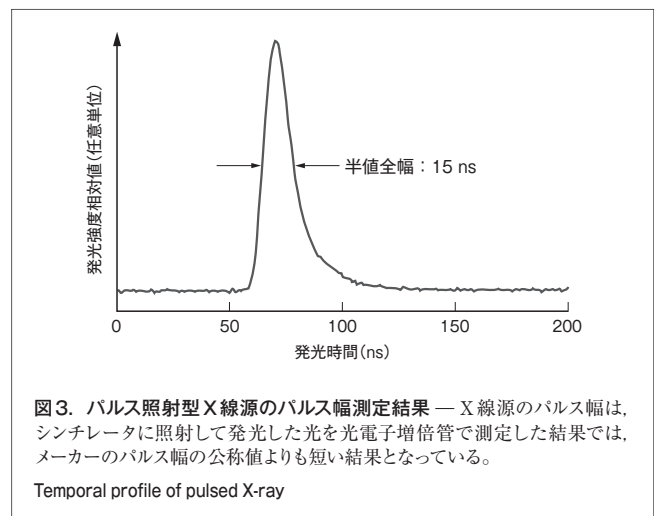
図 1 の X 線源に管電圧 300 kV、管電流 3 mA の連続照射型を用い、カラー I.I.TM の視野 9 インチ (in) に高速カメラを搭載して円板を撮影した一例を図 2 に示す。図 2(a) は、高速カメラのシャッタ速度を 1/2,000 s とし、1,000 コマ/s で連続撮影した結果の一部である。また、図 2(b) は、シャッタ速度をより高速な 1/10,000 s にして撮影した結果の一部である。これらの



図で、円板は上から下に向かって回転している。カメラのシャッタが開いている 1/2,000 s では、円板は◇△○の所で約 7.5 mm 移動し、1/10,000 s では約 1.5 mm 移動するため、どちらの場合も、◇△○はすい星が尾を引いたような状態で撮影された。図 2 (a) では残像が多いため◇△○を識別することが難しい。一方、(b) はシャッタ速度が 5 倍速くなり、◇△○の形も認識できるようになっている。この方法で静止状態の画像を得るには、更にシャッタ速度を高速にしなければならないが、ますます暗くなって識別しにくくなる。そこで、連続照射型に代えてパルス照射型の X 線源 (以下、パルス X 線源と略記) を使用した例を示す。

パルス X 線源は、別名フラッシュ X 線源とも呼ばれ、非常に短い時間に出力の大きい X 線を照射することができる。ただし、常時連続で照射されないため、撮影系とのタイミングを正確に取る必要がある。パルス X 線 (線源：Golden Engineering 社製 XRS-3) をユーロピウム賦活酸化ガドリニウム ($Gd_2O_3:Eu$) シンチレータに 1 パルス分照射して、その発光時間を光電子増倍管 (浜松ホトニクス (株) 製 R928) で測定した結果を図 3 に示す。メーカーのパルス幅の公称値は 50 ns であるが、発光時間のパルス幅は半値全幅で 15 ns になっていた。この X 線源を管電圧 270 kV に設定し、カラー I.I.TM と同期を取って 1 パルス分の照射で撮影した結果を図 4 に示す。X 線源とカラー I.I.TM との距離は、図 2 と同様 1 m にして撮影した。パルス X 線の尖頭値が高いため、図 4 では、図 2 で測定した時のカラー I.I.TM のレンズを f2.2 から f6 まで絞りを、パルス X 線源の出口に 0.1 mm 厚さの鉛板を置いて画像の光量を下げた。1 パルス分の照射時間が 15 ns では、◇△○の移動量は約 225 nm となり、ほぼ静止状態で観測された。

一般に使用されている移動型の X 線源は、X 線のエネルギーが 300 kV のタイプで質量が 40 kg、大きさが直径 290 × 長さ 1,020 mm 程度もある。それに対して今回使用したパルス X 線源は、充電型のバッテリー駆動で、質量が 5.4 kg、大きさ



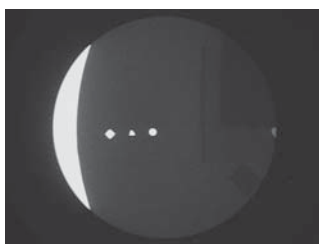


図4. パルス照射型X線源による高速回転円板の撮影結果 — X線の管電圧270 kV、パルス幅15 nsで撮影した結果、15 m/sの速度で移動する◇△○が止まって見えている。

Result of high-speed rotating disk measurement using pulsed X-ray source

が縦356×横115×高さ190 mmとコンパクトになり、現場での適用性が良い。このパルスX線源を工業用非破壊検査で用いられているフィルムやIPで撮影する場合には、かなりのパルス数を照射しないと画像として記録することが難しい。しかし、カラーI.I._{TM}との組合せでは増幅機能があるために、パルス同期を取ることで1パルスでも撮影ができ、パルス幅が短いので全体の照射線量を低くすることができる。保温材内部にある25Aスケジュール80配管用差込み式エルボを実際に撮影した結果を図5に示す。図5(a)は、一般の工業用非破壊検査で用いられているフィルム(感度:#100)を用いて100パルス分続けて照射し、現像後にデジタル化した結果である。(b)は、IPを用いて100パルス分続けて照射し、レーザー読取り装置でデジタル化した結果である。また(c)は、カラーI.I._{TM}を用い、パルスX線源と同期を取って16パルス分を積算撮影した結果である。(a)のフィルム画像ではほとんど感光しておらず、エルボの内部が見えていない。(b)のIPでは、粒状性が粗く全体がざらついた画像となり、エルボ内部を鮮明に見ることはできていない。一方、(c)のカラーI.I._{TM}画像は、16枚のパルス積算でエルボ内部を鮮明に見ることができている。ちなみにカラーI.I._{TM}では、フィルムやIPのように現像やレーザーによる専用の読取りを照射後に行わなくても、その場でリアルタイムに撮影結果を確認できる。したがって、今回の照射でも1パルスか

らエルボを確認できているが、エルボ内部の粒状性を良くするために、16パルス分画像を積算している。

以上のように、従来は難しいとされていた瞬間現象の撮影やパルスX線源による同期撮影により、照射量の少ない効率的な撮影ができるようになる。

3 超微細領域の撮影

2章では時間的にナノ領域の高速現象の撮影について述べたが、ここでは、ナノ領域の空間分解能でのX線顕微鏡撮影について述べる。

一般的なX線撮影は、図1に示したように測定対象物を撮影デバイス(フィルム、IP、カラーI.I._{TM}など)側に付けて撮影する。高精細な画像を得るためには、撮影デバイスの分解能を良くしていかなければならないが、デバイス自身の分解能をナノオーダーにすることは難しい。そこで、影絵のように拡大投影して高精細な画像を得るようにする。X線源を用いて測定対象物を拡大撮影する幾何学構成を図6に示す。撮影デバイスには、小さい物を高精細に見るため、撮影エリアが4 inのカラーI.I._{TM}を用いている。拡大撮影を行うには、大きく次の3通りが考えられる。

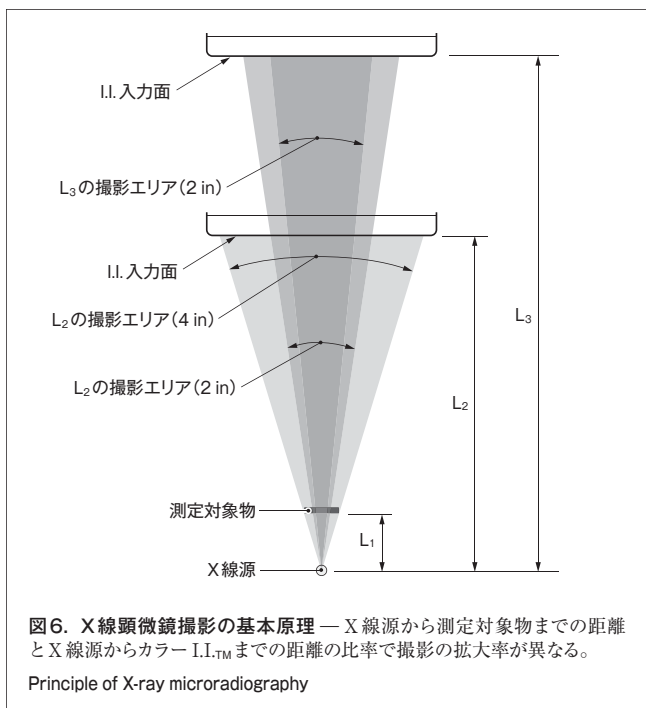
- (1) I.I.の基本機能である電子レンズで、撮影エリアを4 inから2 inに拡大して撮影する。
- (2) X線源とI.I.の距離 L_2 が固定されている場合、X線源から測定対象物の距離 L_1 を短くし、拡大率 L_2/L_1 を大きくして撮影する。
- (3) X線源から測定対象物までの距離 L_1 を固定し、X線源とI.I.の距離 L_2 を L_3 まで長くして撮影する。

いちばん拡大率の高い状況は、 L_1 をできるだけ短くし、 L_3 の距離を長くし、撮影エリアを2 inにすることである。しかし、 L_3 を長くするとX線の光子数(画像上では明るさに関連する)はおおよそ距離の2乗に反比例して少なくなり、サイズも4 inから2 inに拡大すると光子数が少なくなる。拡大率を変えても画像の明るさに関連する光子数を変化させないた

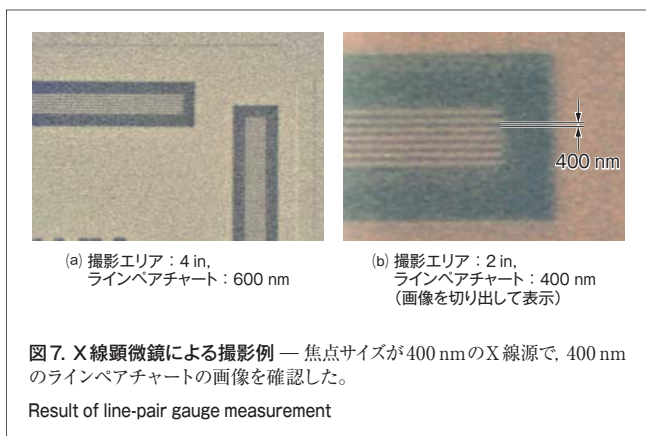


図5. パルス照射型X線源による保温材内のエルボの撮影結果 — X線の管電圧270 kVでパルス照射することにより、フィルムやIPでは100パルス分積算しても見えないエルボ内部を、カラーI.I._{TM}では1パルスから確認できる。粒状性を良くするために16パルス分積算して表示している。

Result of elbow socket transmission measurement



めには、 L_1 をできるだけ短くできるように工夫する。この場合、使用するX線源の焦点サイズが大きく影響する。測定対象物の画像は、焦点サイズが大きいと“ぼけ”が大きくなる。焦点サイズを小さくして L_1 を小さくした場合に、エッジのぼけがなく拡大撮影できる。そこで、焦点サイズが400 nmのX線源（(株)東研社製 TUX-3000W）と400 nmの確認ができるラインペアチャート（日本検査機器工業会規格 JIMA RT RC-02 準拠）を用いて測定した。 $L_1=5.66$ mm, $L_2=750$ mm, 拡大率 $L_2/L_1=132.5$ 倍にして、4 inのカラーI.I._{TM}で線幅600 nmを撮影した結果を図7(a)に示す。更に撮影エリアを4 inから2 inに拡大して線幅400 nmを撮影し、画像を拡大して切り出した結果を図7(b)に示す。X線源の焦点サイズと同じ線幅まで撮影できている。カラーI.I._{TM}は、従来のモノクロI.I.と比較して感度が高い特長を持つ。特に、拡大率を大きくすると、X線のフォトン数が少なくなる点に対して有効な撮影デバイスとなる。



4 あとがき

カラーI.I._{TM}を用いて従来フィルムやIPでは撮影の難しかったナノ秒領域の瞬時的な現象の撮影ができることを確認した。この技術は、カラーI.I._{TM}の高速応答性能により実現されている。実際に15 m/sで高速に動く回転体を、パルス幅15 nsの短い時間で照射できるパルス型X線源とカラーI.I._{TM}との同期を取って撮影すると、止めて撮影したのと同じように撮影できている。これら高速現象の非破壊撮影は、物体や液体などの衝突現象の解明や高速動作時の振動・ひずみ・ゆがみの検査など、多岐にわたって必要とされている。一方、ナノメートルスケールでの観察は、電子部品の微細加工、ナノマシン、材料の亀裂検査、及び機能材料の開発など、幅広い分野の礎を担う創造へとつながるものである。今回、400 nmの焦点サイズを持つX線源で、焦点サイズと同じ400 nmの線幅をカラーI.I._{TM}で観察できることを確認した。今後、パルスX線源の焦点サイズがナノ領域に入り、高速での撮影が要求されると、ますます高感度で高分解能の撮影デバイスが必要とされる。そのようなニーズに応えるため、カラーI.I._{TM}の高感度、分解能、高速応答性を生かし、先端分野への適用を進めていく。

文献

- Clinton, B. "Nearly a \$3 Billion Increase in 21st Century Research Fund". The White House. <<http://clinton4.nara.gov/WH/New/html/20000121.html>>, (accessed 2008-01-08).
- Feynman, R. P. There's Plenty of Room at the Bottom. J. Microelectromechanical Systems. 1, 1, 1992, p.60-66.
- Nittoh, K., et al. Development of multi-color scintillator based X-ray image intensifier. Nucl. Instrum. & Methods Phys. Res. A535, 2004, p.686-691.
- 日塔光一, ほか. カラーイメージインテンシファイア搭載X線検査装置. 東芝レビュー. 59, 10, 2004, p.51-54.



日塔 光一 NITTOH Koichi

電力システム社 電力・社会システム技術開発センター 機器・システム開発部主査。放射線計測、レーザー、及び量子の応用技術開発に従事。日本原子力学会、応用物理学会会員。Power and Industrial Systems Research and Development Center



宮部 圭介 MIYABE Keisuke

電力システム社 新技術応用事業推進統括部 新技術応用システム技術部参事。カラーシンチレータ応用製品の企画・事業化業務に従事。New Technology Application Business Div.



中山 邦彦 NAKAYAMA Kunihiko

電力システム社 電力・社会システム技術開発センター 機器・システム開発部主務。カラーシンチレータ及びレーザーの応用技術開発に従事。日本原子力学会、レーザー学会会員。Power and Industrial Systems Research and Development Center