

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 6 月 2 日現在

機関番号：12102

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2011～2014

課題番号：23656056

研究課題名(和文)中性子位相差・暗視野顕微鏡の開発

研究課題名(英文)Development of a Phase Contrast and Dark Field Neutron Microscope

研究代表者

青木 貞雄 (AOKI, Sadao)

筑波大学・

・名誉教授

研究者番号：50016804

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,000,000円

研究成果の概要(和文)：波長1nm前後の中性子は、鏡面にすれすれに入射(斜入射)させると全反射を起こす。本研究では、線の結像用に開発してきたウォルターミラー(ひとつの焦点を共有する軸対称の双曲面ミラーと楕円面ミラーを連結したガラス製のミラーで、反射面に白金をコートし、反射率を上げた)を用いて中性子の集光および結像を試みた。原子炉からの中性子(波長0.6～1nm)をウォルターミラーで集光結像した結果、倍率280分の1の縮小像を得た。検出器には中性子用のイメージングプレートを用いた。中性子位相差顕微鏡用の4分の1波長板材料として銅を用いた場合、波長0.6nmの中性子に対し9ミクロンの厚さが必要な事が示された。

研究成果の概要(英文)：Cold neutrons around 1nm in wavelength can be totally reflected at the grazing incidence. In this study a Wolter mirror which consists of a hyperboloid and an ellipsoid mirrors coated with platinum was used to focus and image neutrons. A cold neutron beam from a research reactor was focused using a Wolter type-I mirror. Focused neutron images were taken at wavelengths of 0.6nm to 1nm and they were detected by an imaging plate. The spatial resolution obtained was about 100 $\mu$ m, which was limited mainly by the pixel size of the imaging plate. The thickness of a quarter wavelength plate made of copper which will be used for a phase-contrast neutron microscope was estimated. The thickness of the plate calculated to be 9 $\mu$ m for a cold neutron of 0.6nm in wavelength.

研究分野：応用光学

キーワード：中性子 線 顕微鏡 位相差 暗視野 ウォルターミラー 全反射 斜入射

## 1. 研究開始当初の背景

(1) 中性子は線や電子線とは異なる物質との相互作用を示すため、構造解析の手段として広く利用されて来た。特に、水素に対する特異的な性質は、水などのような水素を含む材料から有用な情報を引き出す。また、物質に対する透過力も大きく、非破壊検査のプロブとして使用されて来た。しかしながら、物質の中性子に対する屈折率は極めて小さく、可視域における屈折レンズや直入射ミラーを実現させることは困難であった。そのため、中性子イメージングでは、微小光源を用いた拡大投影型やレントゲン法に近い密着型が使われて来た。これらの方法では、前者は光源の大きさ、後者は画像検出器の解像力によって空間分解能が決まるが、光源の輝度が極めて低く、 $10\mu\text{m}$  を超える分解能を得ることは困難であった。

(2) このような状況の中、水素燃料電池やエンジン内部での燃料噴射の様子など、水素を含む液体やガスの空間分布を高い分解能で観察することが求められて来た。光源輝度の低さを克服し、より高分解能の中性子イメージングを実現させるためには、集光効率の高い光学素子が望まれていた。

## 2. 研究の目的

(1) 中性子イメージングの分解能向上を目的とし、線結像用に開発した軸対称全反射ウオルターミラー(双曲面と楕円面のひとつの焦点を共有する2段連結ミラー)を中性子の結像に適用する。

(2) 中性子は透過力が大きいいため、微細な構造を吸収コントラストで観察することが困難な場合が多い。一方で、位相コントラストは有意な値を示す。像コントラストを増大させるために中性子位相差顕微鏡法を検討する。

(3) 現存する中性子源は輝度が低く、高空間分解能の像を得るには極めて長時間の露光を必要とする。この問題を解決するために、多数のミラーを連結し集光効率を上げる多段ミラー光学系を設計・製作する。

## 3. 研究の方法

(1) 中性子用ウオルターミラーの評価  
冷中性子(波長 $0.1\sim 1\text{nm}$ )の結像可能なウオルターミラー(図1)を用い、中性子顕微鏡光学系を構築して中性子結像を行う。ミラーの設計倍率は製作上の制約と光学系の長さを考慮して13倍とする。ウオルターミラーは金型母材(タングステンカーバイド)を超精密旋盤で研磨加工し、真空レプリカ法によ

って製作する。レプリカにはパイレックスガラスを使用する。短波長領域(波長 $0.5\sim 1\text{nm}$ )の反射率向上のため、内面に白金をコートする。ウオルターミラーの性能評価のために、中性子線の波長に近い線を用いて、結像特性評価を行う。

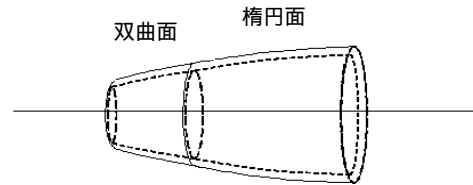


図1. ウオルターミラー

## (2) 位相コントラスト法の評価

中性子位相コントラスト像の取得法を探るために、線を用いて新しい位相差イメージングを試みる。

## (3) 中性子結像特性

原子炉で生成された中性子を用いてウオルターミラーの結像特性評価を行う。

## (4) 新型ミラーの設計・製作

ウオルターミラーに複数のミラーを連結させ、集光効率の高い新型中性子結像用ミラーの設計・製作を行う。

## 4. 研究成果

### (1) ウオルターミラーの結像評価

倍率13倍(縮小率 $1/13$ )、平均斜入射角 $7\text{mrad}$ の線用ウオルターミラーを縮小率 $1/280$ の中性子用ミラーとして利用可能かどうか、計算機シミュレーションと可視光での結像実験を行った結果、 $10\mu\text{m}$ 以下の分解能が得られることが示された。

波長 $0.1\sim 1\text{nm}$ の中性子線と同波長域の線を用いて行い結像評価を行った。コバルト(波長 $0.18\text{nm}$ )、ニッケル(波長 $0.17\text{nm}$ )、銅(波長 $0.15\text{nm}$ )の蛍光線像をウオルターミラーを用いて拡大結像撮影し、 $10\mu\text{m}$ の空間分解能が得られることを示した。

### (2) 位相コントラスト像の撮影

定量性の高い位相コントラストイメージング法を確立するために、フォーコナイフエッジフィルターを用いた線位相コントラスト顕微鏡を構築し、理論値と11%以内の定量性のある位相変化を捉えることに成功した。また、ツエルニケ型の中性子位相差顕微鏡に使用する4分の1波長板の材料候補として銅を検討した結果、波長 $0.6\text{nm}$ の中性子に対し、 $9\mu\text{m}$ 厚の銅輪帯板が有効であることが示された。

### (3) 中性子集光結像評価実験

日本原子力研究開発機構における原子炉 (JRR-3) からの中性子 (波長 0.6~1nm) をウォルターミラーで結像集光した。図2に光学系を示す。原子炉で発生した熱中性子を変調器で低エネルギー (波長の長い) 冷中性子にし、中性子導管で平行化して、ウォルターミラーに導く。集光結像された中性子は中性子用のイメージングプレートで検出した。検出位置を変えながら最適な中性子像を得た。中性子集光画像を図3に示す。



図2 . 中性子集光結像光学系

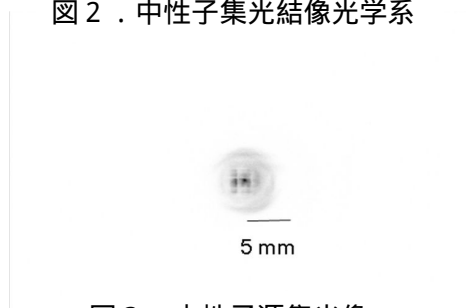


図3 . 中性子源集光像

### (4) 新型ミラーの設計・製作

従来のミラーに比べて集光効率が高く、開口数の大きな結像素子を製作するために、ウォルターミラーの双曲面ミラーに、新たに2段の双曲面ミラーを連結させた4段ミラーの設計・製作を行った(図4)。平均斜入射角、5.4mrad、倍率10倍のミラーを可視光で結像評価を行った結果、設計値通りの適正な画像が得られた。

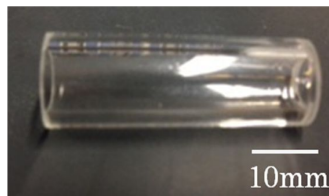


図4 . 4段斜入射ミラー

### < 引用文献 >

S. Aoki, T. Yamamoto and J. Furukawa, Cold Neutron Focusing with a Wolter Type-I Mirror, Jpn. J. Appl. Phys. 51, 2012, 026401 (3pages)

### 5 . 主な発表論文等

[雑誌論文](計8件)

青木貞雄、鬼木崇、今井裕介、橋爪惇起、渡辺紀生、フォトンカウンティング法を利用した実験室系結像型蛍光線頭微鏡、査読有、X線分析の進歩、46集、2015、pp.237-244、

[http://www.agne.co.jp/books/xray\\_index.htm](http://www.agne.co.jp/books/xray_index.htm)

青木貞雄、小林伸彦、吉野さやか、渡辺紀生、線CTデータの立体映像化と3Dプリンティング、CROSS T&T、49号、査読無、2015、pp.51-54、

<http://www.cross.or.jp/tsukuba/reference/index/>

N. Watanabe, J. Hashizume, M. Goto, M. Yamaguchi, T. Tsujimura, and S. Aoki Differential Phase Microscope and Micro-Tomography with a Foucault Knife-Edge Scanning Filter, J. Physics: Conference Series, 査読有、463、2013、012011(4pages)、

<http://iopscience.iop.org/1742-6596/463/1>

青木貞雄、線頭微鏡開発の歴史と今後の期待、光学、査読有、42巻6号、2013、pp.280-288、

[http://osj-jsap.jp/publication/kogaku\\_42\\_6.html](http://osj-jsap.jp/publication/kogaku_42_6.html)

K.Takaba, M.Hoshino and S. Aoki, Simple Method of Confirming Wet Environment for Soft X-ray Microscopy to Observe Hydrated Biological Specimens, 査読有, Jpn. J. Appl. Phys. 51 2012、092401 (5pages), DOI:10.1143/JJAP.51.092401  
S. Aoki, T. Yamamoto and J. Furukawa, Cold Neutron Focusing with a Wolter Type-I Mirror, 査読有 Jpn. J. Appl. Phys. 51 2012、026401(3pages), DOI:10.1143/JJAP.51.026401

K. Takaba and S. Aoki, A Laboratory-Scale Coaxial Fluorescence and Soft X-ray Microscope for Biological Observation, AIP Conference Proceedings 査読有、Vol.1365, 2011, pp.168-171, <http://scitation.aip.org/content/aip/proceeding/aipcp/1365>

N. Watanabe, T. Sasaya, Y. Imai, S. Iwata, K. Zama and S. Aoki, Observation of Phase Object by using an X-ray Microscope with a Foucault Knife-Edge, AIP Conference Proceedings, 査読有 Vol.1365 2011, pp.313-316, <http://scitation.aip.org/content/aip/proceeding/aipcp/1365>

[学会発表](計12件)

青木貞雄、軸対称多段ミラーの設計と製作、第62回応用物理学会春季学術講演会、2015年3月11日、東海大学湘南キャンパス(神奈川県・平塚市)

渡辺紀生、画像接続による線位相コントラスト顕微鏡の視野の拡大、第62回応用物理学会春季学術講演会、2015年3月11日、東海大学湘南キャンパス(神奈川県・平塚市)

渡辺紀生、線微分位相コントラスト顕微鏡を用いた元素イメージングの検討、第28回日本放射光学会年会放射光科学合同シンポジウム、2015年1月11日、立命館大学びわこ・くさつキャンパス(滋賀県・草津市)

NORIO Watanabe, Quantitative Phase Tomography using X-ray Microscope with Foucault Knife-Edge Scanning Filter, 12<sup>th</sup> International Conference on X-ray Microscopy, 2014年10月28日、Melbourne Convention and Exhibition Center, Melbourne, Australia

渡辺紀生、線微分位相コントラスト顕微鏡による生物試料の位相CT、第61回応用物理学会春季学術講演会、2014年3月18日、青山学院大学(神奈川県・相模原市)

渡辺紀生、線顕微鏡による生物試料3次元位相トモグラフィー、第27回日本放射光学会年会放射光科学合同シンポジウム、2014年1月11日、広島国際会議場(広島県・広島市)

NORIO Watanabe, Differential phase-contrast microscope with Foucault knife-edge scanning, The 12<sup>th</sup> Symposium on X-ray Imaging Optics, 2013年11月19日、Osaka University Nakanoshima Center, Osaka, Japan

橋爪惇起、実験室系結像型線顕微鏡による3次元元素マッピング、第60回応用物理学会春季学術講演会、2013年3月28日、神奈川工科大学(神奈川県・厚木市)

渡辺紀生、エッジ走査フィルターを用いた線顕微鏡による位相CT、第26回日本放射光学会年会放射光科学合同シンポジウム、2013年1月13日、名古屋大学(愛知県・名古屋市)

渡辺紀生、ゾーンプレート線顕微鏡による位相トモグラフィー、第25回日本放射光学会年会放射光科学合同シンポジウム、2012年1月7日、鳥栖市民文化会館・中央公民館(佐賀県・鳥栖市)

渡辺紀生、結像型線位相コントラスト顕微法、第11回線結像光学シンポジウム、2011年11月5日、東北大学片平さくらホ

ール(宮城県・仙台市)

青木貞雄、線用ウォルターミラーを利用した冷中性子線の集光、第11回線結像光学シンポジウム、2011年11月4日、東北大学片平さくらホール(宮城県・仙台市)

[その他]

ホームページ等

(1)アウトリーチ活動

つくばエキスポセンター(つくば市)において、線CT画像の3D映像展示を行い、研究成果の一部を一般公開している。

「展示ガイド：3Dシアター」  
[http://www.expocenter.or.jp/?page\\_id=96](http://www.expocenter.or.jp/?page_id=96)

6.研究組織

(1)研究代表者

青木 貞雄 (AOKI, Sadao)  
筑波大学・名誉教授  
研究者番号：50016804

(2)研究分担者

なし

(3)連携研究者

渡辺 紀生 (WATANABE, Norio)  
筑波大学・数理物質系・講師  
研究者番号：80241793

(4)研究協力者

橋爪惇起 (HASHIZUME, Junki)