ULS 装置入門講座（中性子干渉イメージング開発）

大竹 淑恵

(理化学研究所 光量子工学研究領域 光量子技術基盤開発グループ中性子ビーム技術開発チーム)

ULS (ULtra-small angle SScattering instrument) and Interference Imaging

Yoshie Otake

RIKEN Nishina Center for Advanced Photonics, Neutron Beam Technology Team RIKEN

ABSTRACT

The cold neutron beam port C1-3, ULS (ULtra Small angle scattering instrument) has been designed and built for the ultra-small angle scattering using a pair of Si-perfect crystals, neutron interferometry with Si-perfect crystal, double-crystal method to estimate the perfection of crystals. For these years, this beam port is used for the development of neutron interference imaging.

The neutron interference imaging technique has been developed for these years with several methods. These years we are developing neutron interference imaging technique using gratings at ULS. The neutron interference imaging experiment with two absorption gratings has been done. We develop new way to fabricate absorption gratings for neutron with the pitch of 150 μm , 180 μm , and 200 μm . Small break in an acrylic plate was observed.

Keywords: *neutron, phase, imaging, interference, grating*

1. はじめに

ULS は JRR-3 導管室内, 冷中性子導管 C1, C1-3 ポートにある超精密中性子光学用実験ポートであり, 1m $\times$ 2m の空気浮上光学防振台を囲んだ恒温室で囲われており, 利用可能な冷中性子線はモノクロメータ PG (002) の反射から得られ, 0.36nm (3.6 $\text{\AA}$) から 0.51nm (5.1 $\text{\AA}$) の波長である (Fig. 1).

極小角散乱 (Ultra-small angle scattering, U-SANS) 実験はシリコン完全結晶を用い, 2 枚のシリコン完全結晶またはチャンネルカット結晶の間にサンプルを設置しサンプルによる中性子線の散乱を, 数マイクロラジアン以下という小さな散乱角まで観測可能な手法である. 現在の ULS では, 恒温室の温度コントロール装置やシリコンチャンネルカット結晶などの不備もあり, 極小角散乱は行われていない. 一方, ULS には超精密 5 軸ゴニオが 3 セットある.

5 軸ゴニオは, 中性子線と並行な平面内の x - y 並進機構 2 軸と垂直平面内での回転角 (x - y ティルトまたはスイベルとも呼ばれる) 2 軸ならびに中性子線に対する回転角となる 1 軸である. ULS 仕様特徴の代表的な数値を Table 1 に示す.

Fig.1 All devices of ULS are in the temperature-controlled room. The reflected neutron from PG (002 crystal monochromator) is used in ULS. The wave length range is from 3.6 3.6 $\text{\AA}$ to 5.1 $\text{\AA}$.

H20 年 (2008 年) より本装置は, 先進原子力科学技術に関する連携重点研究 H20-1 課題として C1-3 ビームポートの高度化, mf-SANS (集光型小角散乱装置) 開発 (北海道大学 古坂道弘教授) によるビームポートの拡大, ならびに ULS に特化した干渉を利用した手法拡充, すなわちシ

リコン完全結晶を用いた中性子干渉計実験および、回折格子を用いた中性子干渉イメージング装置開発を開始した。中性子干渉イメージング法および装置開発は先進原子力科学技術に関する連携重点研究 H23-3 として継続された。

Table 1 ULS typical specification

ULS (C1-3)	
波長領域	3.6– 5.1 Å
角度分解能	粗動部：3.5μ radian 微動部：0.78μ radian
並進分解能	0.04μm
ビームサイズ	20mm(H) * 40mm(V)
検出器	³ He カウンター2 本 シンチレータ 6LiF/ZnS(Ag) +CCDRPMT

ここでは、位相コントラストイメージング、吸収イメージングを含む画像を得られる中性子干渉イメージング法および ULS において行われている干渉イメージング法開発に関して解説する。

2. 中性子干渉イメージング

中性子干渉イメージングとは、回折格子を用いて、サンプルの吸収画像（影絵）、位相コントラスト画像（微分位相画像含む）などが得られるイメージング手法のことを指す。吸収画像はよく知られているので、ここでは簡単に位相情報に関して説明する。物質により散乱した中性子ビームの位相シフト量 θ は式(1)で示すように、サンプルを構成する元素ごとの中性子散乱長 b_c に比例する。

$$\theta = D\lambda b_c N \quad (1)$$

ここで D はサンプルの厚さ、 N は原子密度、そして λ は中性子波長である。たとえば、ニッケルの熱中性子散乱長は $b_c=10.3$ fm、鉄の散乱長は $b_c=9.45$ fm であり位相シフト量の違いは微小量だが、微分位相をマッピングした微分位相イメージングでは境界面が強調され鮮やかに識別できる。

ニッケル材の内側に直径 1mm の鉄球が埋もれている 2 種類の金属の組み合わせたモデルに対する、干渉イメージングのシミュレーション結果を Fig. 2 に示す。Fig. 2(a)の上図は中性子透過イメージング像ならびに下図は透過強度分布を示し、グラフ縦軸の透過率の値は 0.71 から 0.735 と微小変化であり、透過画像の中央部分にある鉄球をほとんど識別することは困難である。

Fig. 2 Simulation results of Fe sphere (1mm diameter) in Ni. (a) Transmission image (above) the transmission probability. (b) Image of the differential phase image (above) and its graph.

Fig. 2 (b)の上図は微分位相イメージング像であり、下図のグラフは位相変化（微分位相）を表している。このように微分位相をマッピングしたイメージングでは、異なる物体の境界面が強調され鮮やかに異物を識別できる。

2.1 Talbot-Lau 干渉イメージング法

位相コントラストイメージング法は、干渉性の高いシンクロトロン X 線源や微小焦点 X 線管を用いて盛んに研究され[1,2]、2 枚の回折格子を用いた Talbot 干渉計[3]の原理を用いたイメージング法が登場した[4]。その後、干渉性の低い比較的強度の弱い光源の直後に微小間隔の複数のスリットを持つ格子を配し一定間隔で配置した仮想的な微小光源から可干渉性を有する光が発せられる Lau 効

Fig. 3 Diagram of Talbot-Lau interferometer and deformation of the wave front. (a) G0 and G2, are absorption grating, G1 is phase grating. R1 and R2 are the distance from G0 to G1 and G0 to G2. (b) The deformation of the wave front at the place of G2 caused by the sample, (c) the moiré fringes created by self-image (deformed) and G2.

果[5]を利用した Talbot-Lau 型干渉計が開発された[6]. これにより X 線管を用いた位相イメージングが可能となった[4~9]. Talbot-Lau 干渉イメージング法は、より微弱な X 線源を用いて鮮明な境界面を強調し物質による散乱の影響をマッピングした画像が得られることから、がん検診などの医療現場を応用先とする先端技術開発研究として大きく注目を集めている[10,11].

Talbot-Lau 干渉計は Fig. 3 に示されるように 3 種類の回折格子 G0, G1, G2 により構成される. G0 は Lau 効果により可干渉性を有する光源を増やす働きをする回折格子である. G1 と G2 で Talbot 干渉計を構成している. G1 の前に物体を置くと物体通過後の波面が歪む. これを反映して格子 G1 の自己像も歪みが生じ自己像の投影画像には物体を反映した周期の乱れが発生する (Fig. 3 (b)左図). この自己像発生位置に、もとの格子に対応する周期の格子 G2 を置き、この格子を僅かにずらすと、物体通過に起因した“ゆがみ”を反映した縞模様のモアレが発生する (Fig.3 (c)).

G2 によって発生したモアレの縞模様の“ゆがみ”を検出することによって、この物体による位相シフト量 θ の局所変化をマッピングしたイメージングを再構成することができる. 3 枚の格子のピッチと距離は、入射ビーム波長に依存し、時間空間可干渉性を保持させる必要がある.

2.2 Talbot-Lau による中性子干渉イメージング

X 線を用いた Talbot-Lau 干渉イメージング法の出現により、強度の弱い中性子線を用いた干渉イメージング装置の開発が開始された. まず、Paul Scherrer Institute (PSI) 研究所 (スイス) において開発された[3]. その後、同研究所などにより作成された中性子吸収回折格子を用いた全長 5m ほどの Talbot-Lau 干渉イメージング装置が他の研究所にも作られた[15].

現在開発中の Talbot-Lau 干渉イメージング装置の概略、回折格子のピッチや格子間距離を Table 2 に示す. G0, G1, G2 はそれぞれの格子のピッチ, R1, R2 は Fig. 3 に示す格子間距離であり中性子線による格子の評価を開始する予定である.

Table 2 Pitches of gratings and the distance between them.

G0	G1	G2	R1	R2
180 μ m	8.6 μ m	9.0 μ m	1513 mm	1588 mm

2.3 2 枚の吸収回折格子干渉イメージング法

ピッチ 150 μ m 以上の中性子回折格子の作成法と 2 枚の吸収格子を用いた干渉イメージングの結果を述べる. シリコン基板に幅 100 μ m, 深さ 200 μ m

Fig. 4 The picture of the grating with the pitch of 150 μ m, 180 μ m, 200 μ m. (b) Cross sectional diagram of large pitch neutron absorption grating, the width of the absorption lines are always 100 μ m.

Fig. 5 Experimental set-up of interference imaging with two absorption gratings. (a) Shadow of G1 and G2 creates moiré fringes at G2 position. (b) The deformation of the wave front by the sample changes the direction of the beam from

の溝を作りその溝にシリコンゴムに混ぜ込んだ酸化ガドリニウムを充填させた (Fig. 4(b)). Fig. 4(a) がその回折格子の写真である. 直径 150 mm のシリコン基板に 150 μ m, 180 μ m, 200 μ m と 3 種類のピッチの格子を 2 枚作成した. この吸収回折格子 2 枚によるモアレ縞を利用し干渉イメージング実験を ULS にて行った[13]. 利用した中性子の波長は 0.44nm である. 180 μ m ピッチの回折格子 2 枚, G1, G2 を Fig. 5 に示すように平行に並べ、中性子ビームを垂直に入射する. すると 2 枚の格子の相対的な平行性のずれや回折格子間の距離などに起因するモアレ縞が生じる. これが Fig. 6 (a)である. 縦に並ぶ明暗の縞は回折格子の周期 180 μ m で作られる 2 枚の回折格子の像がずれて重なり合った結果現れる大きな構造のモアレ縞である.

G2 を格子ピッチより小さく横に平行移動させるとモアレ縞の大きな縞が上下に動く. この様子を中性子計数管検出器で観測した結果が Fig. 6 (b)である. 検出器の開口の縦幅は 1mm, 横幅はビーム幅である.

Fig. 6 Moiré fringes generated by two absorption gratings. (a) Neutron image observed by 2D detector. (b) Neutron intensity detected by ^3He detector per 20 second by changing the position of G2. The ^3He detector is placed along the dotted line in (a).

この検出器を Fig. 6(a)の点線で示される位置に設置する。するとこの点線上で積分した強度が検出される。G2 直後に検出器を設置し G2 を横に移動させつつ中性子強度を計測した。このとき G2 移動の1ステップは1ピッチ幅を24分割した $7.5\mu\text{m}$ 、それぞれ20秒間中性子強度を計数した。G2を $540\mu\text{m}$ 横に移動させると、ちょうど対応する3周期分のきれいな干渉縞が計測された (Fig. 6 (b))。

次節では具体的にアクリル板の亀裂などの観察結果[14]を紹介する。

2.4 アクリル板亀裂の可視化

Fig. 7 Results of interference imaging, (a) absorption imaging, (b) differential phase contrast imaging, (c) picture of the acrylic plate with crack whose position is indicated by red dotted line.

2枚の回折格子の前に置かれたサンプルを通過した中性子ビームの波面は Fig. 5 (b)のモデルのように歪んでいる (回折格子を通過したビームが屈折する)。この歪みがサンプルによる位相のずれ、すなわち散乱強度を表している。

歪んだ波面の中性子線が1枚目の吸収回折格子を通り2枚目の吸収回折格子により作られるモアレ縞は歪んだものとなる。ここで G2 を横に平行移動させるとこの歪んだモアレ縞が上下に動く。G2のピッチ幅の5分割を1ステップとして5ステップ平行移動させながら画像を取得する。各ステップ毎に得た5枚の画像の同一ピクセルの強度変化を干渉縞としてフィッティングし各ピクセルご

との位相情報を引き出す。この位相情報を再び各ピクセルにマッピングしたものが干渉イメージングとなる。ここではピクセル毎に位相情報がモアレ縞の歪みの上下 (Fig. 6 (b)) に対応した位相情報が得られる。

アクリル板の亀裂の可視化の実験結果を Fig. 7 に示す。Fig. 7 (c) は人工亀裂のあるアクリル板の写真である。破線で囲まれた部分に亀裂がある。この亀裂を $180\mu\text{m}$ ピッチの回折格子2枚を用い、1ステップ $36\mu\text{m}$ で5ステップスキャンを行った。Fig. 7(a)は各ピクセルのデータ処理後、中性子の吸収成分のみを取り出した画像である。真ん中のグレーの部分は検出された中性子線の部分であり、外側の黒い部分はバックグラウンドである。破線で囲まれている薄い線が亀裂部分を表している。また破線囲みの左下部分の色が薄い部分はアクリル板の外の空気による中性子吸収を表している。亀裂部分が薄い色になっているのは空気による吸収を表している。Fig. 7 (b) が微分位相画像である。破線で囲まれている濃い線が亀裂部分を示しており、周りの濃い部分はバックグラウンドである。ここで破線近くの左下の白い線はアクリルと空気の境界が現れている。

2.5 シミュレーション

a. 空気中のアクリル球

直径1mmのアクリル球が空気中に存在するモデルを用い、中性子ビームによる干渉イメージングのシミュレーションを行い、実験結果と比較した。透過像として Fig. 7 (a)と Fig. 8 (a)を見比べると、Fig. 7 (a)の破線左下三角の白い部分がちょうどアクリル板の外の空気に対応していることがわかる。また、微分位相像として Fig. 8 (b)を考慮すると、Fig. 7 (b)の破線に囲まれた濃い色のラインがアクリルの亀裂部分に入った空気とアクリルの境界面に対応していることがわかる。

Fig. 8 Simulation results of acrylic sphere (1mm diameter) in the air. (a) Transmission image (above) and its transmission probability. (b) Differential phase image and phase distribution.

b. エポキシ樹脂内のアクリル球

軽元素 C, H, O の比率が異なる素材の混合に対する中性子干渉イメージングのシミュレーション結果を Fig. 9 示す。サンプルはエポキシ樹脂内の直径1mmのアクリル球である。Fig. 9 (a)の透過像を

見るとアクリル球による吸収がぼんやりと見える。一方、Fig. 9 (b)の微分干渉像はエポキシ樹脂とアクリル球の境界面が鮮明に画像化されることを示している。このシミュレーションにより同じ数種類の軽元素で組成のみが異なる物質の組み合わせでも、物質の境界を鮮明化した画像が得られることが分かる。我々はさらに検出器の分解能を100 μ mと悪化させた場合のシミュレーションも行い、この場合も干渉イメージングにより1mmのアクリル球が明瞭に判別可能である結果を得ている[16]。

アクリル板の亀裂観察結果ならびにシミュレーション結果より、中性子干渉イメージング法が軽元素組成の物質に感度があり、他の量子ビームプローブが苦手としてきた軽元素から構成される材料、たとえばCFRPや強化プラスチック、複合材料などの非破壊観測に優位な手法となり得ると考えている。

Fig. 9 Simulation results of neutron imaging of an acrylic sphere with 1mm diameter in epoxy. (a) absorption image, (b) differential phase image.

3. まとめ

ULS装置の入門講座として現在開発中の干渉イメージングの準備的な実験結果を紹介した。ここでは触れなかったが、偏極中性子を用いた空間磁場測定、空間磁場境界の鮮明な可視化なども干渉イメージングにより可能となることが期待されている。我々は小型中性子源とイメージング装置、また集光型小角散乱装置を有した非破壊検査装置への発展を目指している。

中性子実験は日本原子力研究開発機構研究用原子炉JRR-3における東京大学物性研究所中性子共同利用ならびに、先進原子力科学技術に関する連携重点研究課題H20-1, H23-3を利用した成果である。また本研究は東京大学大学院新領域創成科学物質専攻、百生敦研究室（現 東北大学多元物質科学研究所 百生敦教授、矢代航准教授）との共同研究の成果であり、シミュレーションは同研究室大学院生M. P. Olbinadi氏によるものである。

参考文献

- [1] R. Fitzgerald : Physics Today, 53, 23 (2000).
- [2] A. Momose : OSA 11, 2303 (2003).
- [3] H. F. Talbot : Philos. Mag., 9, 401(1836).
- [4] A. Momose S. Kawamoto, I. Koyama, Y. Hamaishi, K. Takai and Y. Suzuki : Jpn. J. Appl. Phys. 42, L866 (2003).
- [5] E. Lau : Ann. Phys. (Leipzig), 6, 417 (1948).
- [6] A. Momose : Jpn. J. Appl. Phys. 44, 6355 (2005).
- [7] F. Pfeiffer, C. Grünzweig, O. Bunk, G. Frei, E. Lehmann and C. David : Phys. Rev. Lett. 96, 215505 (2006).
- [8] F. Pfeiffer, T. Weitkmanp, O. Bunk and C. David : Nat. Phys. 2, 258 (2006).
- [9] W. Yashiro, Y. Takeda and A. Momose : J. Opt. Soc. Am. 25, 2039 (2008).
- [10] 木戸一博, 卷淵千穂, 清原順子, 糸山努, 長束澄也 : Konica Minolta Technology Report 8, 82 (2011).
- [11] 百生敦 : 応用物理 76, 0363(2007).
- [12] 関義親, 大竹淑恵, 広田克也, 安達智宏, 山形豊, 朱正明, 森田晋也, 岩下芳久, 市川雅浩, 北口雅暁, 日野正裕, 高橋敏男, 吉沢秀樹, S.W.LEE, M.P.Olbinado, 矢代航, 百生敦 : 日本物理学会第66回年次大会 (2011) 25pTN2.
- [13] 大竹淑恵, 関義親, 広田克也, 安達智宏, 山形豊, 朱正明, 森田晋也, 岩下芳久, 市川雅浩, 北口雅暁, 日野正裕, 高橋敏男, 吉沢秀樹, S.W.LEE, 矢代航, 百生敦 : 日本中性子科学会 第10回年会 (2010)p-147.
- [14] Y. Otake, M. Olbinado, Y. Seki, K. Hirota, Y. Yamagata, J. Ju, T. Adachi, S. Morita, Y. Iwashita, M. Hino, M. Ichikawa, M. Kitaguchi, T. Takahashi, H. Yoshizawa, S.W. Lee, W. Yashiro and A. Momose : 5th European Conference on Neutron Scattering, J. Phys. Conf. 340, 012035 (2012).
- [15] S.W.LEE, D.S. Hussey, D.L. Jacobson, C. M. Sim, and M. Arif : Nucl. Inst. Method A605, 16 (2009)
- [16] 大竹淑恵 : H23 年度理研シンポジウム要旨集 ISBN978-4-921187-18-7 C3051 (2011) p. 50.
- [17] 山形豊 : H23 年度理研シンポジウム要旨集 ISBN978-4-921187-18-7 C3051 (2011) p. 37.