

合同シンポジウム開催にあたって

九州大学超高压電子顕微鏡室

室長 松村 晶

九州シンクロトロン光研究センター

所長 上坪 宏道

この度は、九州大学超高压電子顕微鏡室・九州シンクロトロン光研究センター合同シンポジウムに多数ご参加いただき、誠にありがとうございます。

このシンポジウムは、文部科学省「先端研究施設共用イノベーション創出事業」として実施している「九州地区ナノテクノロジー拠点ネットワーク」事業の一環として計画されました。本事業は、国内のナノテクノロジー関連の研究と産業を振興するため、国内13拠点・26機関の研究施設を利用開放することを主旨として実施しています。

「九州地区ナノテクノロジー拠点ネットワーク」では、分子・物質合成解析支援（九州大学）、超顕微解析支援（九州大学）、佐賀県のシンクロトロン放射光を用いたナノ計測・分析支援（九州シンクロトロン光研究センター、佐賀大学シンクロトロン光応用研究センター）およびMEMS測定解析支援（北九州産業学術推進機構）の5部門4機関が参加しています。

また、このシンポジウムは、年1回開催している九州シンクロトロン光研究センターの第3回研究成果報告会と、九州大学超高压電子顕微鏡室が随時開催している第162回HVEM研究会も兼ねて実施するものです。

九州大学には、世界最先端の超高压電子顕微鏡が伊都キャンパスに設置され、整備が進められています。この装置は世界で唯一のインコラム型電子エネルギーフィルターを有する超高压電子顕微鏡で、原子レベルの高い分解能での微細構造観察とともに、元素や原子結合に関する状態解析も可能です。超高压電子顕微鏡室には、この他に10台の様々な機能を有する透過電子顕微鏡と試料作製装置などが設置されており、本事業で利用開放しています。

一方、九州シンクロトロン光研究センターでは、現在、4本の県有ビームラインを産学官の利用に供しており、極端紫外線から硬X線領域の放射光を用いて、原子レベルでの物質の構造や状態の解析が行われています。また、さらなる利用支援の充実と高度化を図るため、新たに2本の県有ビームラインの設計・設置を進めています。

放射光の利用が波の散乱・回折・吸収現象を用いるという点では、高速電子による電子顕微鏡解析と多くの共通点がありますが、散乱能、透過能、解析する領域などに大きな違いがあり、それぞれ得意・不得意がありますから、目的に応じて互いに相補的に活用されるべきものです。したがいまして、九州地区ナノネット事業がスタートして2年目が終わろうとしているこの機会に、合同シンポジウムを開催することは誠に有意義であると確信しております。

プログラム&目次

超高圧電子顕微鏡 / シンクロトロン放射光が拓くナノワールド 九州大学超高圧電子顕微鏡室・九州シンクロトロン光研究センター 合同シンポジウム

- 第3回九州シンクロトロン光研究センター研究成果報告会
- 第161回 HVEM 研究会
- 第9回九州地区ナノテクノロジー拠点ネットワークセミナー

[日 時] 2009年3月9日(月)

[場 所] 九州大学医学部 百年講堂 (<http://www.med.kyushu-u.ac.jp/100ko-do/>)
〒812-8582 福岡市東区馬出3丁目1番1号

[主 催] 九州大学 超高圧電子顕微鏡室
財団法人佐賀県地域産業支援センター 九州シンクロトロン光研究センター
文部科学省 先端研究施設共用イノベーション創出事業
九州地区ナノテクノロジー拠点ネットワーク

[後 援] 佐賀県
九州シンクロトロン光研究センター利用推進協議会
財団法人九州大学学術研究都市推進機構

[参加費] 無料

[プログラム]

09:30	開会の挨拶	松村 晶	(九州大学工学研究院)	
- 基調講演1 -				
09:35	現状とナノ計測・分析支援について	上坪 宏道	(九州シンクロトロン光研究センター) ...	1
- 基調講演2 -				
09:55	超顕微解析支援について	松村 晶	(九州大学工学研究院)	5
- 特別講演1 -				
10:15	State-of-the-Art X-ray Tomography Imaging Systems with Nanometer Scale Resolution	Wenbing Yun	(Xradia USA)	11
10:45	休憩			
- 指定講演1 -				
11:00	SAGA-LS光源加速器の現状と今後の計画	江田 茂	(九州シンクロトロン光研究センター)	18
11:15	SAGA-LSにおける九州大学ビームラインの概要	原 一広	(九州大学大学院工学研究院)	22
11:30	休憩	ポスターセッション*		
- 特別講演2 -				
13:50	放射光を用いた触媒活性構造の時間分解解析	唯 美津木	(分子科学研究所)	25
- 指定講演2 -				
14:25	遷移金属酸化物ナノ構造体の最近の研究…(I) ZnOの3Dナノ構造体の作製とRandomlaser発振への応用	種村 榮	(財団法人ファインセラミックスセンター、材料技術研究所) ...	31
14:45	SiON/SiC超薄膜構造の電子状態	柄原 浩	(九州大学総合理工学研究院)	36
15:00	MgB ₂ 超伝導体材料研究の現状	松本 明善	(物質・材料研究機構)	39

15:15	シンクロトロン放射光を用いた緑茶の品質評価	明石 真幸〈佐賀県茶業試験場〉	44
15:30	休憩		
－ 指定講演 3 －			
15:45	収束電子回折法による半導体中の歪評価	添田 武志〈株式会社富士通研究所 基盤技術研究所〉	48
16:00	X線トポグラフィによる半導体結晶の評価	川戸 清爾〈九州シンクロトロン光研究センター〉	51
16:20	TEMトモグラフィーによる金属材料評価	波多 聰〈九州大学総合理工学研究院〉	56
16:35	位相コントラストX線イメージング法と高分子材料の観察	米山 明男〈株式会社日立製作所基礎研究所〉	60
16:50	閉会の挨拶 上坪 宏道〈九州シンクロトロン光研究センター〉		
16:55	休憩 ポスターセッション※)		
17:30	研究交流会		

■ポスターセッションプログラム※)

・高傾斜3軸トモグラフィー試料ホルダーの開発	宮崎 裕也〈Melbuild〉	63
・九州大学 超高圧電子顕微鏡室の紹介		
大尾 岳史〈九州大学超高压電子顕微鏡室〉		66
・九州地区ナノテクノロジー拠点ネットワーク超顕微解析支援		68
・財団法人九州大学学術研究都市推進機構の活動		72
・ナノ福岡21プロジェクト		75
・フタロシアニンと白金を用いたナノハイブリッド材料の微細構造解析		
金子 賢治〈九州大学大学院工学研究院〉		
・アークプラズマ法により生成された複合ナノ粒子の構造解析	金子 賢治〈九州大学大学院工学研究院〉	
・シンクロトロン光分析を用いた有田焼の発色メカニズムの解明		
白石 敦則〈佐賀県窯業技術センター〉		77
・Ni induced crystallographic stability of Cu ₆ Sn ₅ for Pb-free solder	Kazuhiro Nogita〈The University of Queensland〉	79
・Ag-Cu共イオン交換法におけるホウケイ酸ガラスの着色機構		
阪本 尚孝〈福岡県工業技術センター〉		81
・軟X線分光スペクトル測定装置用生体試料測定システムの開発と結果		
迫川 泰幸〈福岡大学理学部〉		83
・放射光XAFS測定によるBaTiO ₃ ナノ粒子の室温結晶化挙動解析		
藤吉 国孝〈福岡県工業技術センター〉		85
・Bドープ超ナノ微結晶ダイヤモンド/水素化アモルファスカーボン膜の創製とその太陽電池への応用	大曲 新矢〈九州大学大学院総合理工学府〉	87
・同軸型アークプラズマガンによる超ナノ微結晶ダイヤモンド/水素化アモルファスカーボン膜の創製とその形成機構	花田 賢志〈九州大学大学院総合理工学府〉	89
・Near-Edge X-ray Absorption Fine-Structure and X-ray Photoemission Spectroscopies of Nitrogen-doped Ultrananocrystalline Diamond/Hydrogenated Amorphous Carbon Films	Sausan AL-Riyami〈Kyushu University〉	91
・地球表層物質のナノレベル現象		
宇都宮 聰〈九州大学大学院理学研究院化学部門〉		94

・アパタイトと水溶性鉛の相互作用によるナノスケール現象 上石 瑛伍〈九州大学理学部化学科〉	96
・大気中微量有害金属化学種のマルチスケール解析 姜 明玉〈九州大学理学部化学科〉	98
・Extreme Ultraviolet露光機多層膜ミラーの耐酸化性評価 河田真太郎〈株式会社ニコン精機カンパニー〉	100
・新設軟X線ビームライン(BL10)の現状 吉村 大介〈九州シンクロトロン光研究センター〉	103
・新X線利用ビームライン(BL11)の立上げ状況 岡島 敏浩〈九州シンクロトロン光研究センター〉	105
・県有ビームライン(BL9, BL12, BL15)の現状 岡島 敏浩〈九州シンクロトロン光研究センター〉	107
・軟X線内殻分光法による粉末ダイヤモンド表面の研究 瀬戸山 寛之〈九州シンクロトロン光研究センター〉	109
・超伝導ウェイグラービームライン(BL7)設置計画について 河本 正秀〈九州シンクロトロン光研究センター〉	111
・SAGA-LS BL15におけるDEI測定システム 隅谷 和嗣〈九州シンクロトロン光研究センター〉	113
・イオン注入SiC結晶の転位構造観察 石地 耕太郎〈九州シンクロトロン光研究センター〉	116
・SAGA-LS 蓄積リングの概要 江田 茂〈九州シンクロトロン光研究センター〉	118
・アンジュレータギャップ変更に起因するCOD補正とビームラインユーザ制御系からのギャップ 制御システム 岩崎 能尊〈九州シンクロトロン光研究センター〉	120
・放射光干渉計によるビームサイズ測定 高林 雄一〈九州シンクロトロン光研究センター〉	122
・SAGA-LSにおけるレーザーコンプトン散乱ガンマ線生成の検討 金安 達夫〈九州シンクロトロン光研究センター〉	124
 シンポジウムの記録	127
あとがき	129

現状とナノ計測・分析支援について

九州シンクロトロン光研究センター

上 坪 宏 道

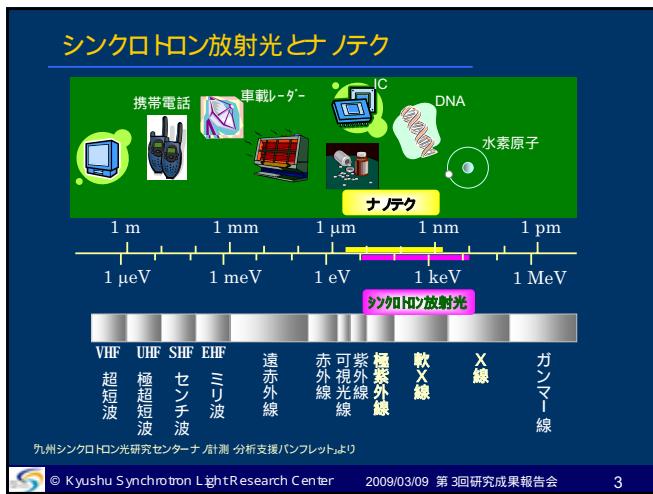
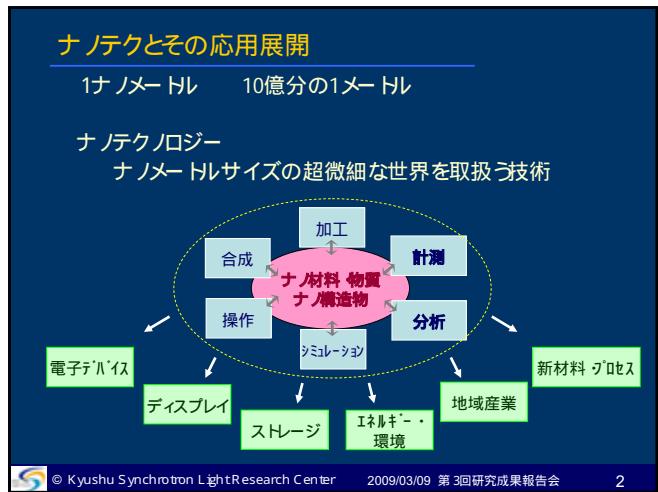
九州大学超高压電子顕微鏡室 九州シンクロトロン光研究センター合同シンポジウム

基調講演 現状とナノ計測・分析支援について



(財)佐賀県地域産業支援センター
九州シンクロトロン光研究センター
所長 上坪 宏道

© Kyushu Synchrotron Light Research Center 2009/03/09 第3回研究成果報告会 1

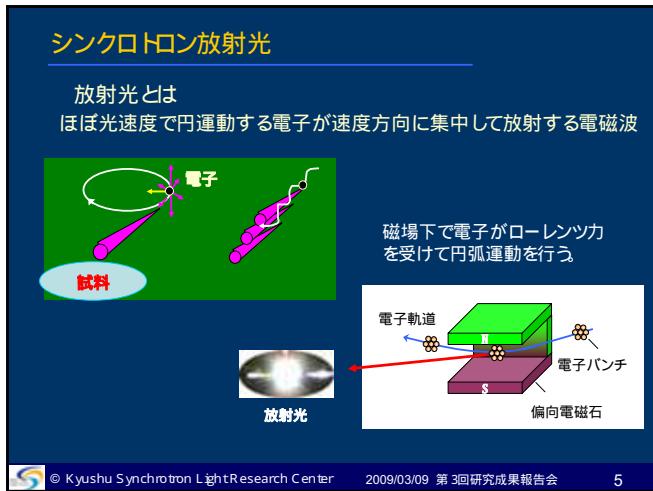


ナノ計測・分析支援

分野	課題例
電子デバイス	集積回路等の高速化・低消費電力化
ディスプレイ	液晶・有機EL等の長寿命化・低消費電力化
ストレージ	HDDの高記録密度化・高感度化
エネルギー・環境	二次電池の大容量化・長寿命化
地域産業	セラミックス材料の高機能化・作物の品質評価
新材料・プロセス	新機能材料・新薄膜形成技術の開発

九州シンクロトロン光研究センター「ナノ計測・分析支援パンフレット」より

© Kyushu Synchrotron Light Research Center 2009/03/09 第3回研究成果報告会 4



ミッション

放射光の利用支援による

- ▶ 地域先端産業の集積、伝統技術の理解と先端産業への応用、基幹産業への貢献
- ▶ 材料、バイオ、エネルギー、環境分野等でのナノテクを核とするイノベーション創出、新事業イニシアチブの推進
- ▶ 科学技術の発展を担う人材育成と交流拠点の形成

佐賀県試験研究機関による地域戦略利用 (2007-2011)
文部科学省先端研究施設共用イノベーション創出事業 ナノテクノロジーネットワークプログラム 九州地区ナノテクノロジー拠点ネットワーク

© Kyushu Synchrotron Light Research Center 2009/03/09 第3回研究成果報告会 7

地域戦略利用及びナノテク事業

地域戦略利用 放射線利用 原子力基盤技術試験研究推進事業

佐賀県	窯業技術センター 工業技術センター 農業試験研究センター	茶葉試験場 果樹試験場	放射光利用 (分析、照射等)
財團法人	九州シンクロトロン光研究センター	利用支援、試験研究	

九州地区ナノテクノロジー拠点ネットワーク

中核機関	九州大学 ナノサイエンス拠点	分子・物質合成解析支援 超顕微解析支援
連携機関	九州シンクロトロン光研究センター	シンクロトロン放射光を用いた ナノ計測・分析支援
	佐賀大学シンクロトロン光 応用研究センター	MEMS測定解析支援
	北九州産業技術推進機構	

© Kyushu Synchrotron Light Research Center 2009/03/09 第3回研究成果報告会 8

利用支援とその根幹

基礎・基盤技術の研究開発
(試験研究)

支援の高度化

利用支援

- 県有ビームライン
- 専用ビームライン
- 産業利用
- 学術利用
- 公益利用

© Kyushu Synchrotron Light Research Center 2009/03/09 第3回研究成果報告会 9

利用方法

利用区分 (2008年度)

区分	一般	公共等	ナノテク*	地域戦略
料金	¥ 200,000/10hrs	¥ 90,000/10hrs	¥ 9,000/10hrs	県が措置
対象	産学官	学官	産学官	県立機関
成果	非公開可	公開	公開	公開

* 文部科学省委託業務 (2007~2011)

課題募集 随時受付 (「一般利用」は、受付から実施まで最短2週間)
(「公共等利用」、「ナノテク利用」は最短1ヶ月)

利用時間 ~1500時間/年 (光源運転時間)
10時間/日 (10:00~15:00, 16:00~21:00)

講習会等 利用支援の一環として随時実施

© Kyushu Synchrotron Light Research Center 2009/03/09 第3回研究成果報告会 10

利用支援の2008年度見込み (県有ビームライン分)

所属別 (2008)

分野別 (2008)

ナノテク所属別 (2008)

年度	課題数 (件)	実施時間数 (hrs)
2006	44 (0) 件	665 (0) hrs
2007	94 (24) 件	1526 (606) hrs
2008	93 (34) 件	1780 (680) hrs

専用ビームライン (佐賀大学、ニコン) のアクティビティは別途

© Kyushu Synchrotron Light Research Center 2009/03/09 第3回研究成果報告会 11

実験研究施設 1F

実験ホール 2313 m²

実験準備室 10室

分析解析室

オンライン実験、解析

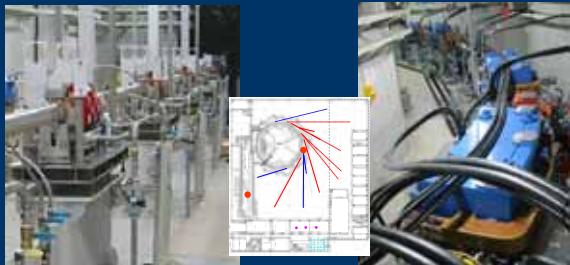
ビームライン (本)

実験ホール	実験準備室	分析解析室	ビームライン
既設	4	2	4
予定	2	1	2

(2010までに9本稼働予定)

© Kyushu Synchrotron Light Research Center 2009/03/09 第3回研究成果報告会 12

電子線型加速器と電子蓄積リング

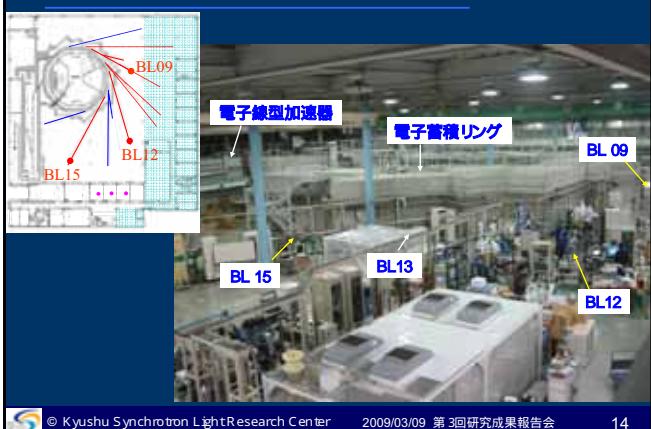


260MeV 電子線型加速器
全長30m

1.4GeV 電子蓄積リング
蓄積電流値 300mA
(現在 250mA)
蓄積寿命 10 hrs

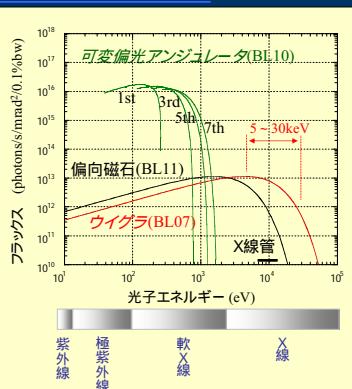
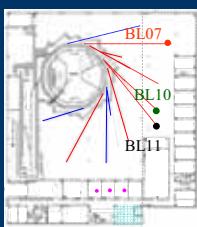
© Kyushu Synchrotron Light Research Center 2009/03/09 第3回研究成果報告会 13

実験ホール & ビームライン



© Kyushu Synchrotron Light Research Center 2009/03/09 第3回研究成果報告会 14

放射光スペクトル



© Kyushu Synchrotron Light Research Center 2009/03/09 第3回研究成果報告会 15

ビームライン一覧

ビームライン	光源	光子エネルギー (単色器)	実験装置	状況	設置者
BL07	ウイグラー	5 keV ±5 keV	C面鏡	回折, XAFS, Imaging	2010 佐賀県
BL09A	偏向磁石	白色(1~4keV)	なし	LIGA, 白色H*, etc.	稼動
B	#	10 eV ±50 eV	偏谷, 波岡	光化学反応	調整
BL10	アングルレート	30 eV ±200 eV	(VLS-PGM)	PEEM, ARPES, etc.	2009
BL11	偏向磁石	1.75 keV ±28 keV	C面鏡	XAFS, 小角散乱, etc.	稼働
BL12	#	40 eV ±1500 eV	(VLS-PGM)	XPS, 軟X線XAFS,	稼働
BL15	#	2.1 keV- 23 keV	C面鏡	回折, XAFS, Imaging	稼動
BL06	#	2.1 keV- 23 keV	C面鏡	XAFS, XRD, etc.	2009 九州大学
BL13	アングルレート	15 eV ±100 eV	(VLS-PGM)	ARPES, etc.	稼働 佐賀大学
BL18	偏向磁石	~ 92 eV	(多層膜等)	EUV露光	稼動 錦二コン

VLS-PGM : Varied-line-spacing plane grating monochromator

© Kyushu Synchrotron Light Research Center 2009/03/09 第3回研究成果報告会 16

超ナノ微結晶ダイヤモンド薄膜の構造解析

本シンポジウムにてポスター発表(3件)

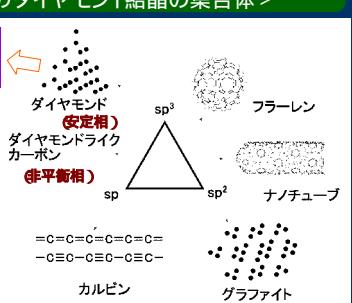
特徴

UNCD膜 : Ultrananocrystalline Diamond
<10nm以下のダイヤモンド結晶の集合体>

超ナノ微結晶ダイヤモンド (UNCD)

ダイヤモンドライクカーボン
(DLC), 多結晶・単結晶ダイヤモンドの良い点を併せ持つ

温度安定性, 硬度, 平滑性等に優れる

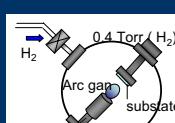


© Kyushu Synchrotron Light Research Center 2009/03/09 第3回研究成果報告会 17

吉武 剛
九州大学大学院
総合理工学研究院

超ナノ微結晶ダイヤモンド薄膜の構造解析

成膜: 炭素棒アーカープラズマ法 (水素ガス中)
応用: 金型の離型剤, デバイス用薄膜



<C-K吸収端でのXANES測定>

BL12

水素添加

(C1s-)*sp ピークの消滅

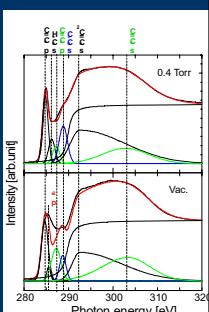
(C-H)*軌道のピーク出現

アーカープラズマ法

Diamond(111) Diamond(221)

弱い結合
反応し易い

UNCD膜のX線回折像



水素化による高硬度で安定な膜を作製 応用展開へ

© Kyushu Synchrotron Light Research Center 2009/03/09 第3回研究成果報告会 18

「イオン交換法を用いた光選択透過部材の設計」

阪本尚孝
福岡工業技術センター
遠地信
(株)クライミング

概念

伝統的なガラス着色技法
イオン交換法
(ステイン法)

高機能性ガラス
の創成

ガラス表面層に金属ナノコロイド粒子を生成させ、表面プラズモン効果を利用して光吸収特性や非線形光学特性を有するガラス材料を設計。
本研究ではAgナノコロイド粒子による300~400nm紫外光の完全遮断を目指す。
XAFS測定でAgナノ粒子の生成反応を確認。

応用展開 ガラス表面に金属ペーストを塗布(印刷),焼成。
微細パターン(屈折率変化パターン)を形成<導波路,光学部品>

© Kyushu Synchrotron Light Research Center 2009/03/09 第3回研究成果報告会 19

地域産業への活用 : 主に県試験研究機関

有田焼の発色メカニズム解明(柿右衛門の赤, 青磁の青)
窯業技術センター

XAFS法による金属元素(Fe)の状態分析 焼成プロセスの検討

本シンポジウムにてポスター発表

工業材料(高分子, 金属, 半導体材料など)の評価
工業技術センター

農作物などの品質評価, 産地識別, 品種改良
農業試験研究センター
照射
果樹試験場
茶葉試験場
柑橘類の元素分析, 照射
緑茶の元素分析

本シンポジウムにて口頭発表

© Kyushu Synchrotron Light Research Center 2009/03/09 第3回研究成果報告会 20

まとめ

利用支援
先端分野(材料, エネルギー, 環境分野等)でのナノ分析
地域分野(農林水産分野等)での品質管理等
イノベーションに支えられた新事業のイキゴー・シヨウ

設備増強
光源加速器 挿入光源整備, 蓄積電流 300mA
ビームライン 増設BL 6本稼働と実験装置高度化

成果発信, 広報活動
研究成果報告会, 学術発表
利用者講習会, 講演会等

試験研究

人材の育成, 交流
サマースクール(大学院生, 他)
研修等(高校, 高専, 大学生)

大学 企業 公認試験機
指定管理者
**九州シンクロトロン
研究センター**
佐賀県立
SAGA Light Source

© Kyushu Synchrotron Light Research Center 2009/03/09 第3回研究成果報告会 21

ご清聴ありがとうございました

© Kyushu Synchrotron Light Research Center 2009/03/09 第3回研究成果報告会 22

超顕微解析支援について

九州大学工学研究院

松 村 晶

Present Status of the HVEM Laboratory at Kyushu University, Fukuoka



S. Matsumura, (Kyushu University, Fukuoka, Japan)

HVEM Laboratory, Kyushu University

Founded in 1975 with installation of HVEM

High Voltage Electron Microscope JEM-1000 (1976)

Conventional TEM, JEM-200CX (1976, 1987)

Analytical TEM with EELS and EDX, JEM-2000FX (1983)

Atomic resolution TEM, JEM-4000EX/T (1987)

Energy-filtering TEM, JEM-2010FEF (1995)

Total analytical TEM, TECNAI-G2-20 (2001)

Lorenz analytical TEM, TECNAI-G2-F20 (2002)

Energy-filtering tomography TEM JEM-3200FSK (2003)

Energy-filtering nano-probe HVEM JEM-1300NFE (2004-2008)

Specimen preparation devices, e.g. FIB

Image processors, e.g. Imaging Plate, and so on



Location of the HVEM Laboratory



Bird-eye view of Ito Campus, March 2007

Users

As of FY2007

- 60 subjects by 48 research groups in KU

Faculties of Engineering, Science, Agriculture, Medicine, and Institutes of Applied Mechanics, and Materials Chemistry, and so on

- 40 subjects by research groups of other universities, public institutes and industries

by the government supporting programs of the HVEM network station and the nanotechnology innovation network

- 13 training courses of basics for beginners
5 courses for advanced users

by the Forum of High Voltage Electron Microscopy organized by collaboration with OPACK (Organization for Promotion Academic City by Kyushu University)

High Voltage TEMs @Kyushu U



JEM-1000

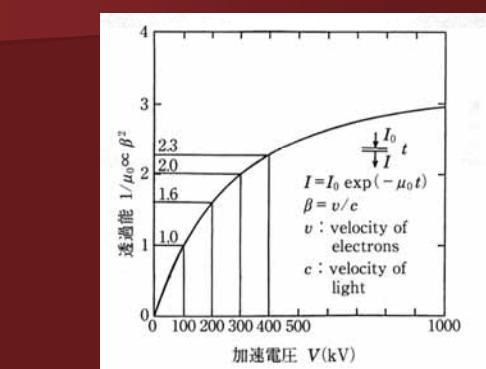


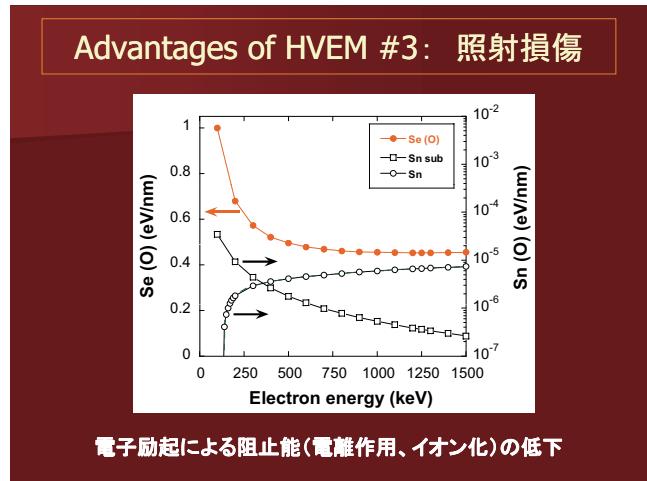
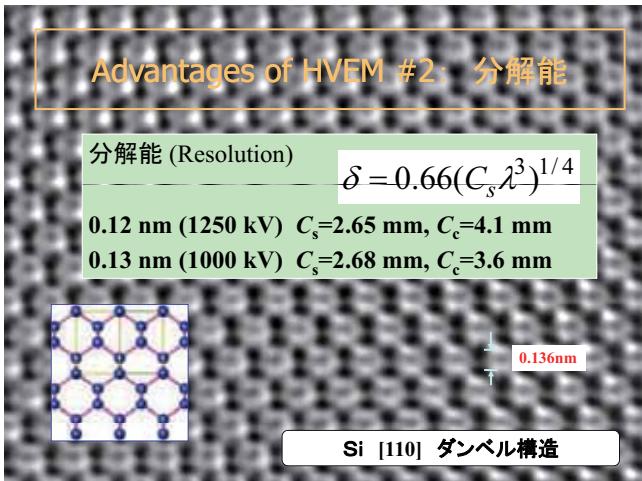
JEM-1300NFE

@ Hakozaki Campus

@ Ito Campus

Advantages of HVEM #1: 試料透過能





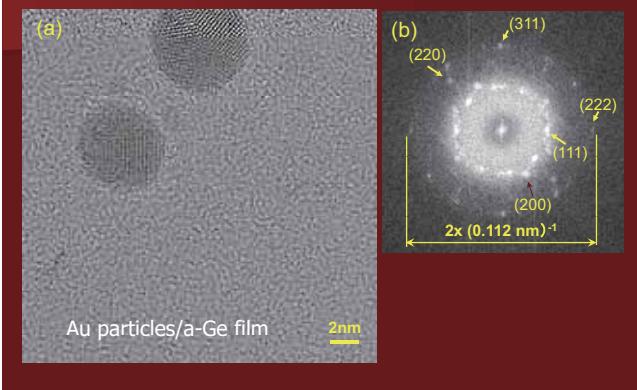
Principal Specifications and Functions

- Accelerating voltage maximum: 1.3 MV ($\Delta E < 1$ V)
- Emitter: LaB₆
- Point-to-point resolution:
 - 0.12 nm @1250 kV $C_s=2.65$ mm, $C_c=4.1$ mm
 - 0.13 nm @ 1000 kV $C_s=2.68$ mm, $C_c=3.6$ mm
- Minimum electron probe size: ~ 1 nm @ 1 MeV
c/o type objective lens and auxiliary mini-lens
- Omega-type in-column energy filter:
~ 1.2 μm/eV @ 1 MeV
- Tele-presence operation network
- Tomography operation
- Pulsed UV laser illumination

Time schedule of installation of the new HVEM at the Ito campus, KU

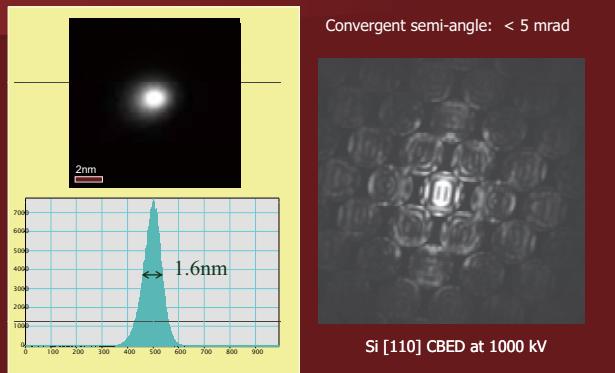
FY2004	Main body of HVEM JEM-1300NEF
2005	Omega-type Energy filter for HVEM
2006	Tele-presence operation system and specimen holders
2007	Pulsed laser illumination system and specimen holders
2008	X-ray detector and tomography operation systems
2009	Beam scanning device (STEM)

High-resolution image and its FFT pattern

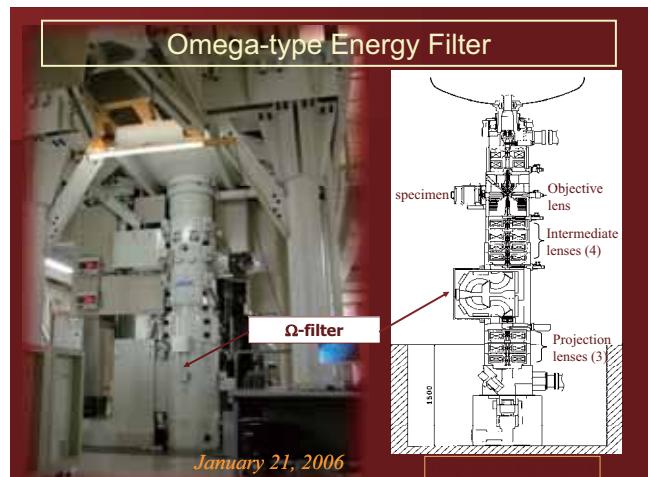


Nano-probing at 1250 kV

C/O type objective lens and Condenser mini-lens (as an auxiliary lens)

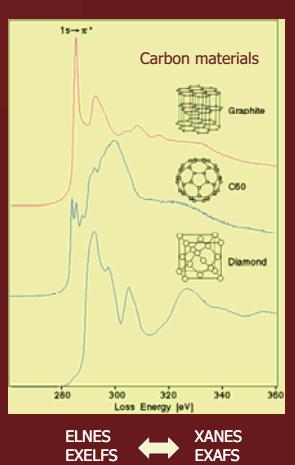
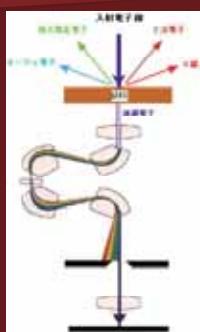


Omega-type Energy Filter

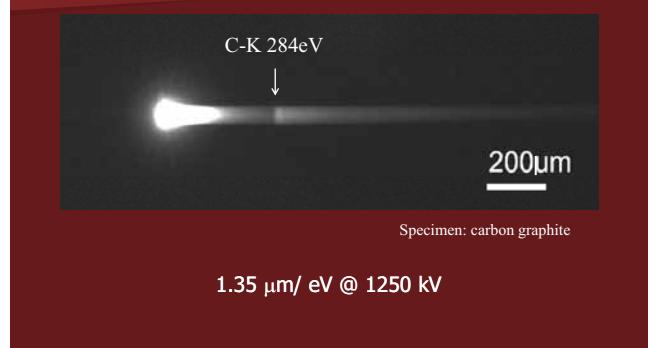


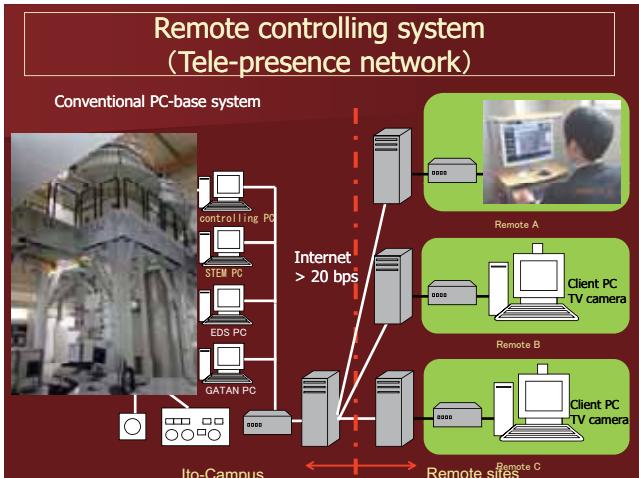
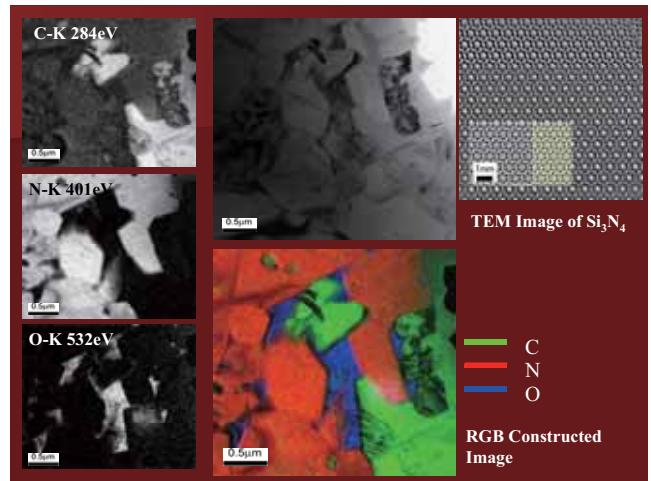
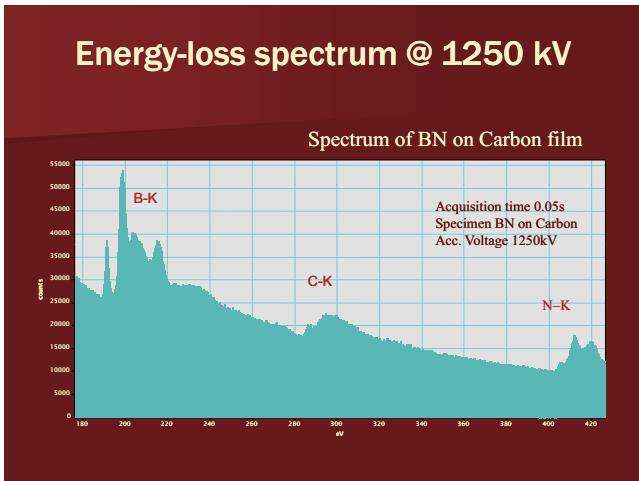
Electron Energy Loss Spectroscopy (EELS)

measurement of energy (velocity) of transmitted beam



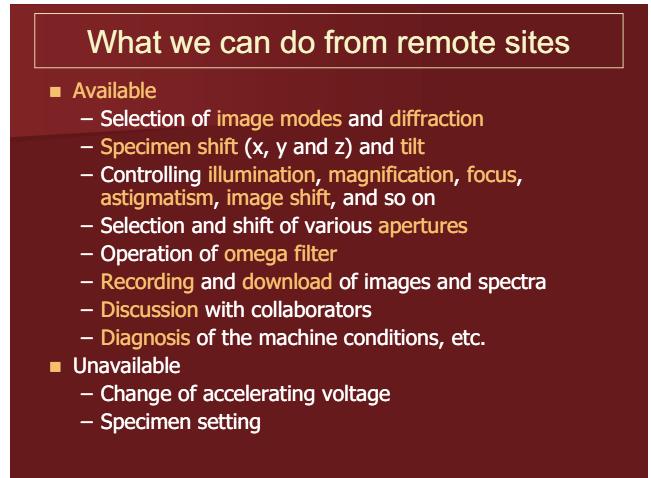
Energy dispersion of omega filter





Remote controlling system (Tele-presence network)

Conventional PC-base system



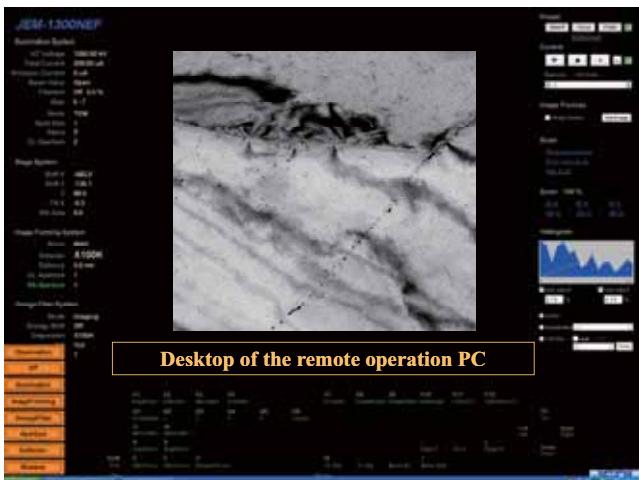
What we can do from remote sites

■ Available

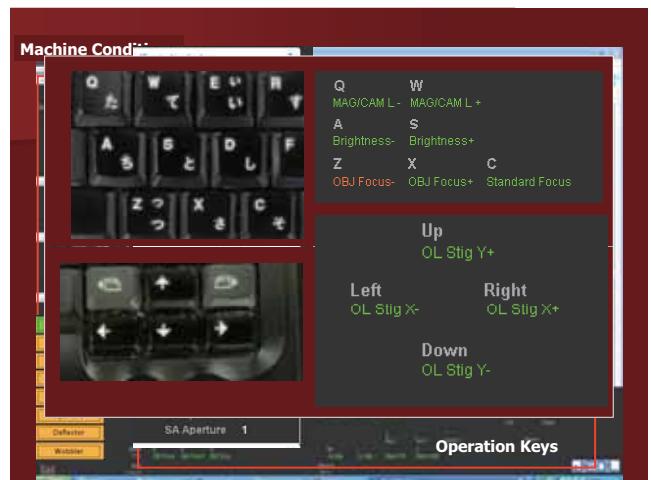
- Selection of image modes and diffraction
 - Specimen shift (x, y and z) and tilt
 - Controlling illumination, magnification, focus, astigmatism, image shift, and so on
 - Selection and shift of various apertures
 - Operation of omega filter
 - Recording and download of images and spectra
 - Discussion with collaborators
 - Diagnosis of the machine conditions, etc.

■ Unavailable

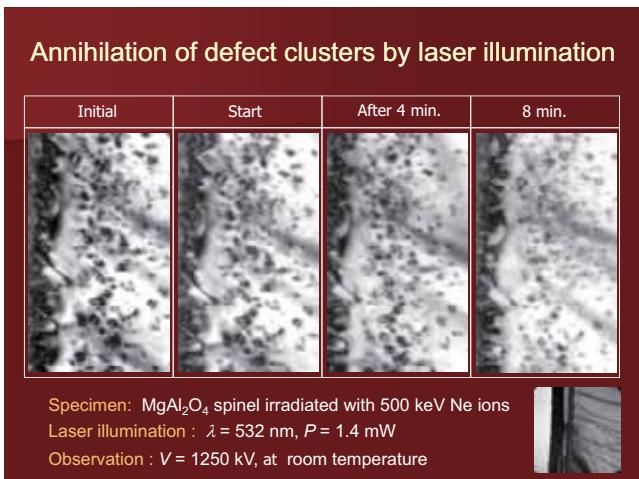
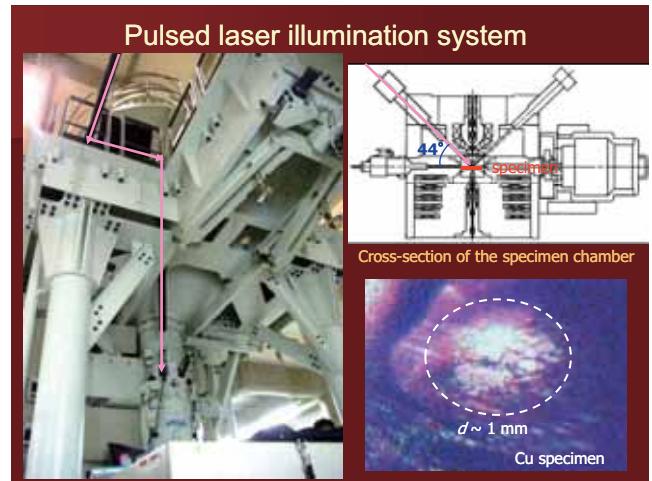
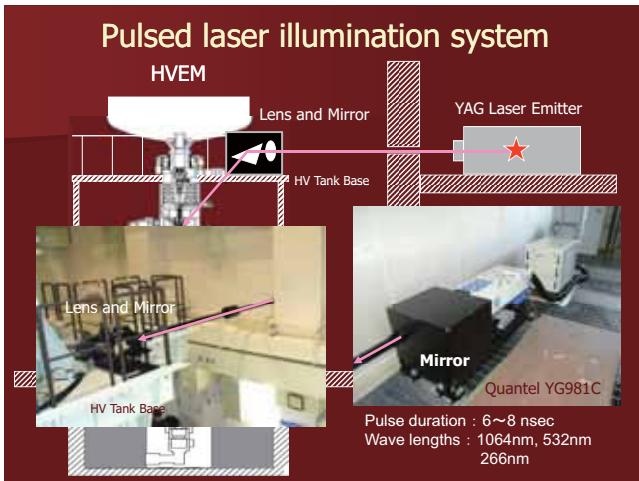
- Change of accelerating voltage
 - Specimen setting



Desktop of the remote operation PC

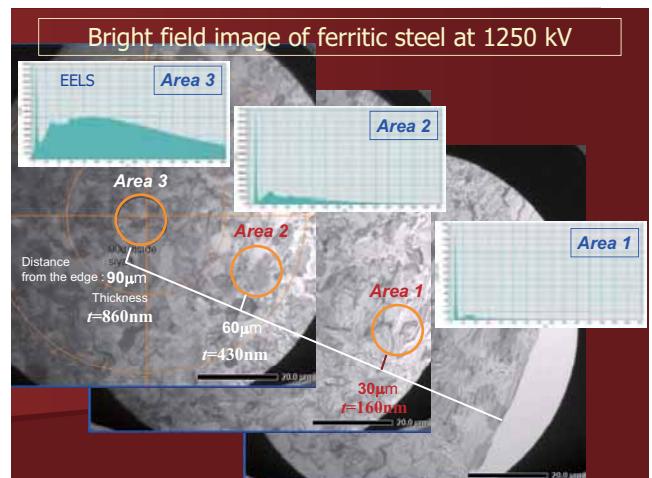
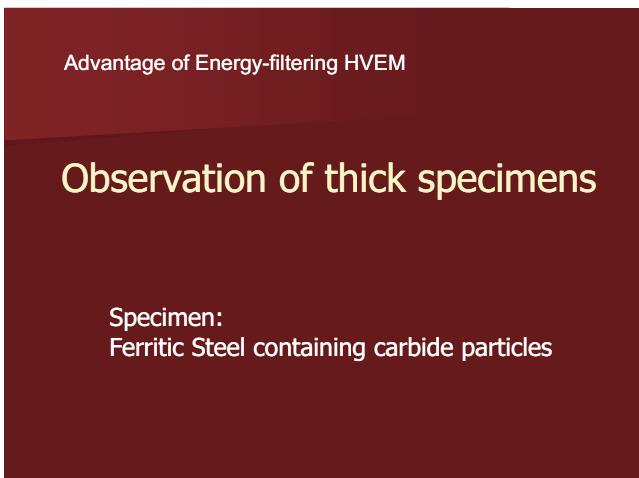


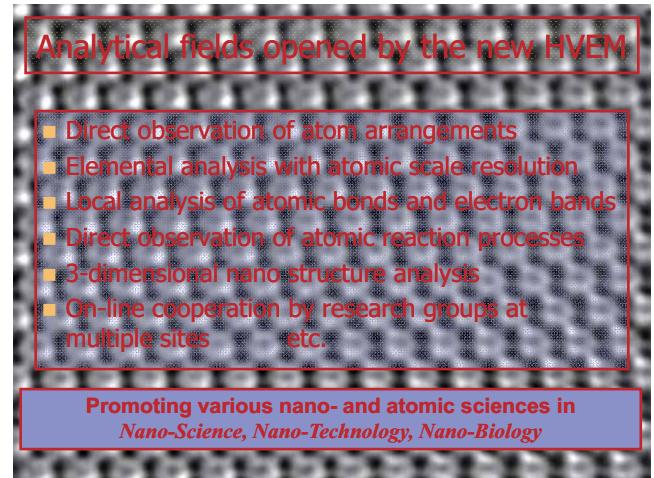
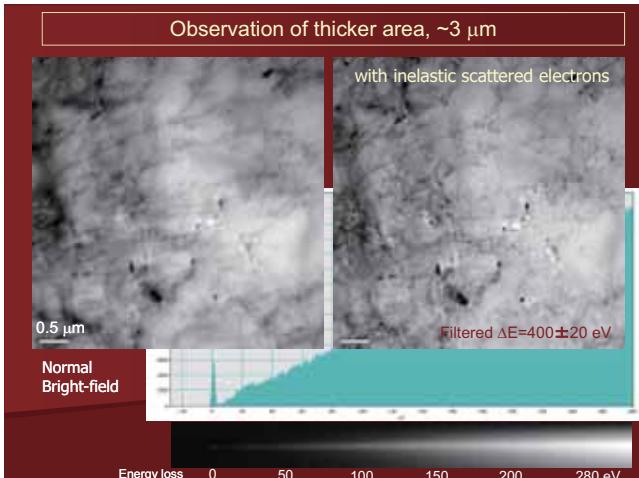
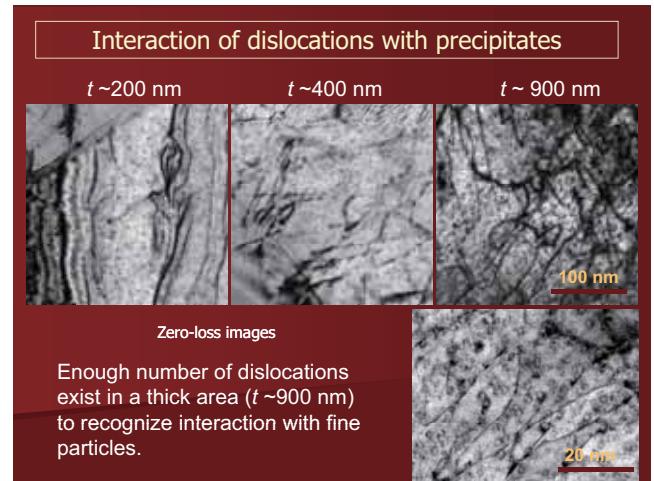
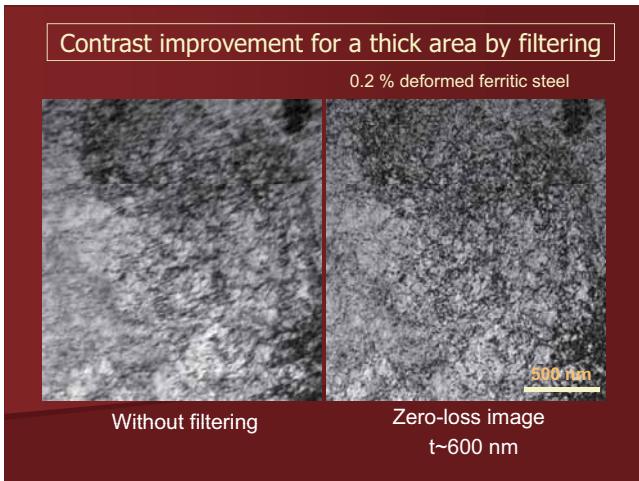
Operation Keys



Time schedule of installation of the new HVEM at the Ito campus, KU

FY2004	Main body of HVEM JEM-1300NEF
2005	Omega-type Energy filter for HVEM
2006	Tele-presence operation system and specimen holders
2007	Pulsed laser illumination system and specimen holders
2008	X-ray detector and tomography operation systems
2009	Beam scanning device (STEM)





State-of-the-Art X-ray Tomography Imaging Systems with Nanometer Scale Resolution

Wenbing Yun

President, CTO, Founder, Xradia, Inc.
5052 Commercial Circle, Concord, CA 94520, USA
URL: www.xradia.com

ABSTRACT

X-ray computed tomography (XCT) offers powerful non-destructive three dimensional imaging capabilities with nanometer scale resolution thanks to recent advance in x-ray optics. The powerful imaging capability result from many intrinsic and desirable properties of x-rays: short wavelength for high-resolution imaging, high penetration power for imaging interior structures of large and optically opaque objects, and substantial higher intrinsic phase image contrast over absorption image contrast. With an energy tunable source such as synchrotron source, elemental specific imaging and spectroscopic imaging can be performed at nanometer scale resolution. Key advances in x-ray optics and selected important applications will be presented.

High Resolution X-ray Tomography

Dr. Wenbing Yun
President, CTO, Founder

Kyushu University, March 9, 2009

xradia insight in 3D

X-ray Imaging Advantages

Sample size (mm)

Image resolution (μm)

- High penetration
- High resolution
- Rich image contrast mechanism
- Element specific
- No charging effect

2 Xradia Confidential xradia insight in 3D

About Xradia Inc.

- Founded in 2000 by Wenbing Yun, Ph.D.
- Located in Concord, CA, USA, >60 employees.
- Profitable, grown rapidly (50% per year over the last five years)
- Company Focus:**
 - innovative x-ray imaging concepts and system design
 - leader in commercial high resolution x-ray optics fabrication
 - CT imaging and reconstruction algorithms, software
- Main Products**
 - nanoXCT™ x-ray CT system with 30 nm resolution (Laboratory + Synchrotron)
 - MicroXCT™ x-ray CT system with 1 μm resolution (Laboratory)
 - nanoPi™ Scanning x-ray microscope 30 nm resolution (Synchrotron)
- Applications:** Basic and applied research, Semiconductors, Materials Science, Bio-medical, MEMS, nanotechnology

1 Xradia Confidential xradia insight in 3D

Multi-Length Scale Capabilities : Bone Research

Rat Bone

Rat knee joint

Phase contrast M2

20 μm 1 μm 150 nm 50 nm

MicroXCT Applications:
• Osteoporosis
• Drug development
• Bone resorption

nanoXCT Applications:
• Bone cell imaging
• Inter-cell network
• Bone resorption and remodelling

3 Xradia Confidential xradia insight in 3D

Competitive Analysis: Other Imaging Tools

	X ray	Optical	SEM	(S)TEM
Spatial resolution	30 nm	200-300 nm	1-10 nm	0.1 nm
Contrast Mechanism	Absorption, Phase Contrast	Transmission, Reflectivity, Refractive Index, Labels	Secondary El., Backscattered El., EDS/WED	Electron Density
Probing depth	~100-1000 μm	Optically transparent only	< 10 nm typical	<200 nm
Sample preparation	Minimal	Minimal	Medium	Extensive
3D imaging	Yes	Yes	No, needs FIB or other preparation	Yes Very small vol.
3D image volume	10-60 μm	> 50 μm	No, needs FIB or other preparation	< 0.5 μm
Material class	All	Optically Transparent	Conductive path required > Charging	Conductive path required > Charging
Vacuum requirement	No	No	Yes	Yes

Comparison of nanoXCT and TEM for Biological Imaging Apps.

Sample size (μm)

Image resolution (nm)

Sub-Cellulous Structures

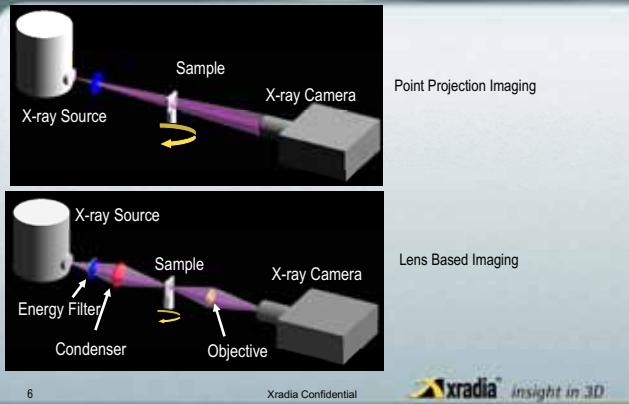
Bio. Molecules

Cell

- TEM is well suited to study small biomolecules with nm resolution but difficult for imaging large biological specimens due to limited penetration
- X-ray nanoXCT can be used to image large range of biological specimens with sub-cellulous and molecular resolution in their native states
- Both microscopy techniques are complementary

5 Xradia Confidential xradia insight in 3D

Full Field X-ray Imaging Methods



6

Xradia Confidential

Xradia insight in 3D

Scaling of Exposure Time T with Resolution δ

- $T \sim 1/\delta^4$ for imaging without a lens objective
1/8² due to the reduction of pixel area
1/8² due to the reduction of thickness and thus contrast
- $T \sim 1/\delta^2$ for imaging with a lens objective
An improvement of δ^2 due to an increase of illumination beam convergence

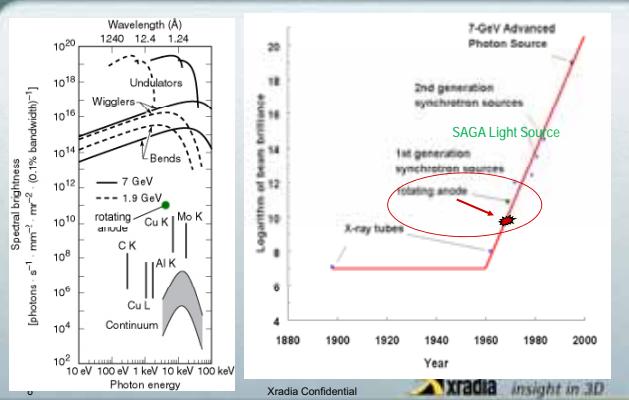
Resolution (nm)	600	60	6
Scaling factor without an objective	1	10^4	10^8
Scaling factor with a lens objective	1	10^2	10^4

7

Xradia Confidential

Xradia insight in 3D

X-ray Source: Laboratory vs Synchrotron



8

Xradia Microscope Performance

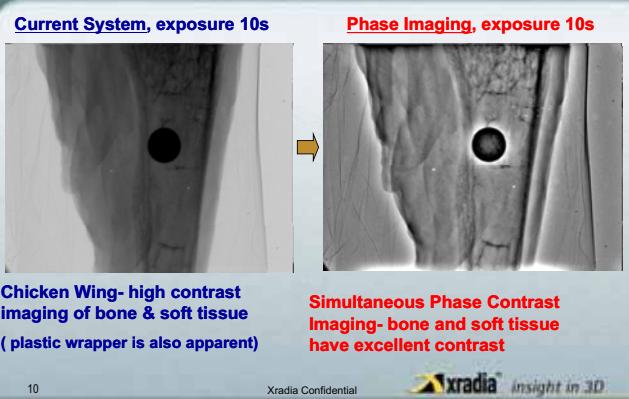


9

Xradia Confidential

Xradia insight in 3D

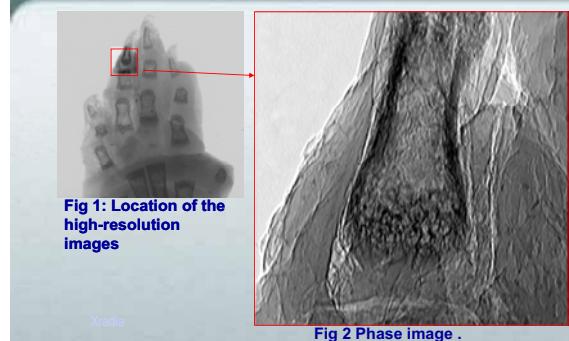
Enhanced Phase Contrast Option



10

Xradia Confidential

Enhanced Phase Contrast Mouse Paw Example

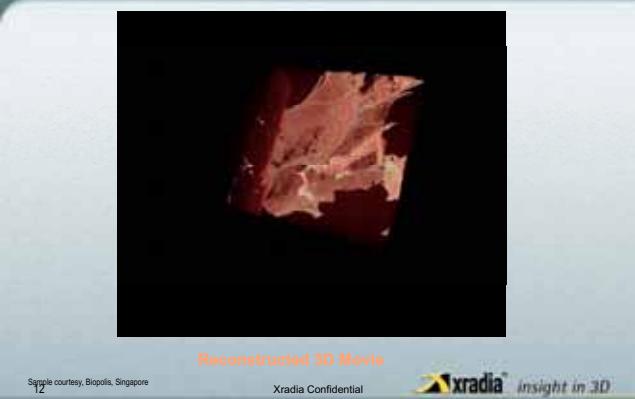


11

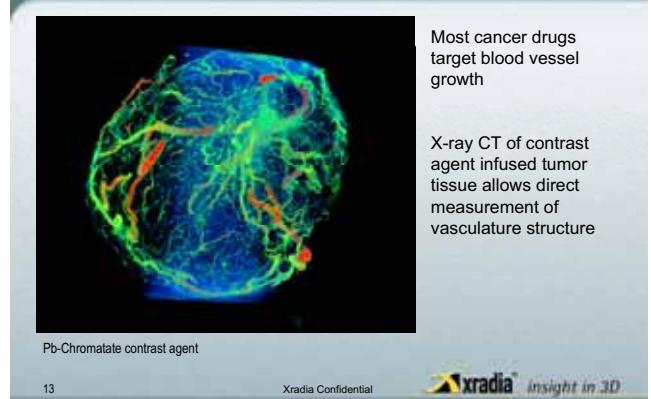
Xradia Confidential

Xradia insight in 3D

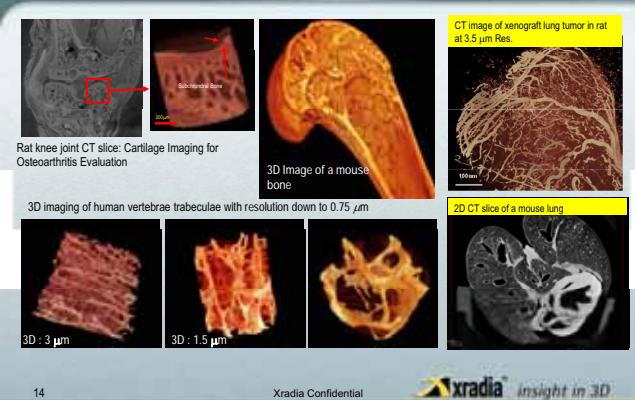
Tissue Engineering on Polymer Scaffold



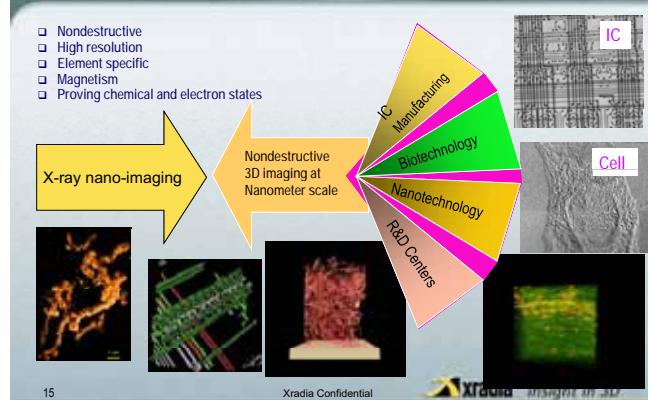
Application: Cancer Drug Development, Sample: Tumor Vasculature



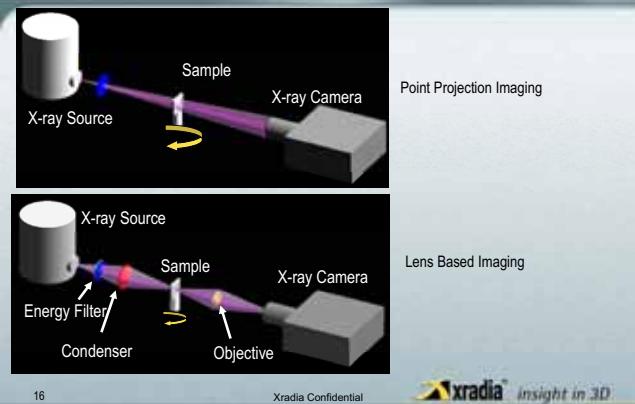
High Res. & Contrast 3D Imaging for Biomedical and Life Science



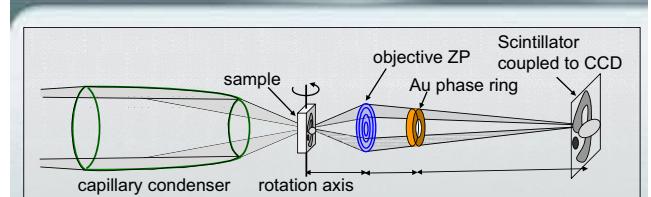
Nanoscience needs nanoimaging (Seeing is believing): The X-ray imaging advantages



Full Field Imaging Modes



Xradia nanoXCT™ system



Key components:

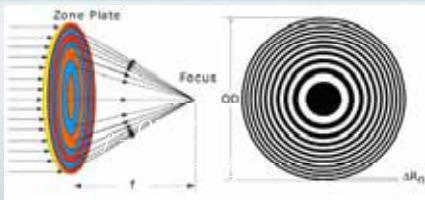
- High efficiency, reflective ellipsoidal capillary condenser
- High-resolution objective zone plate
- Zernike phase contrast phase plate
- High-efficiency, high resolution x-ray detector
- Precision tomography stages

17

Xradia Confidential

Xradia insight in 3D

Highest Resolution X-ray Optics: Zone Plate Lenses



- Zone plates are diffractive x-ray lenses with high resolution (<30nm)
- Circular grating with radially varying pitch focuses x-rays to a point
- Focal length with strong wavelength dependence:

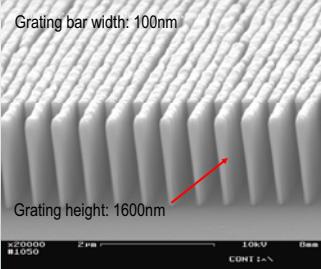
- Zone plates enable wavelength specific imaging

18

Xradia Confidential

xradia insight in 3D

Scanning Electron Micrographs of Gold Zone Plates



- Zone plates are fabricated out of high-Z (typically gold) material using electron beam lithography, reactive ion etching and electroplating
- Focusing efficiencies 10-30% currently achievable

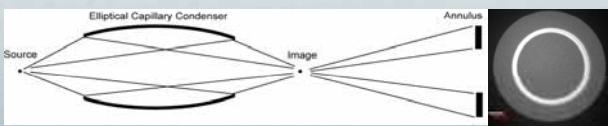
19

Xradia Confidential



Elliptically Shaped Mono-Capillary Focusing Optics

- <3um focusing achieved (using full aperture)
- Axially symmetric optic with high reflection efficiency (>90% for most energies), limited by critical angle
- Specific designs to match the numerical aperture (illumination angles) for zone plate objectives in full-field x-ray microscope

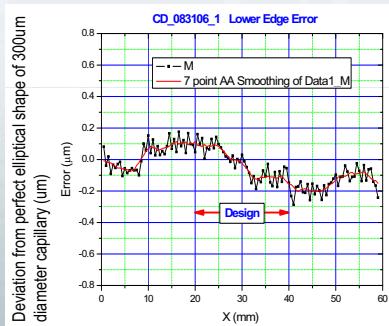


20

Xradia Confidential

xradia insight in 3D

Mono-capillaries Quality Measurements

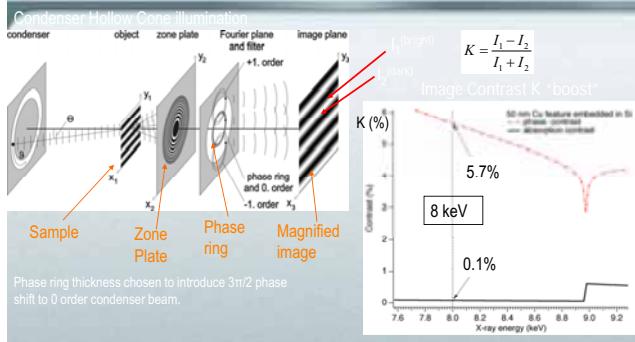


21

Xradia Confidential

xradia insight in 3D

Zernike Phase Contrast boost in nanoXCT at 8 keV



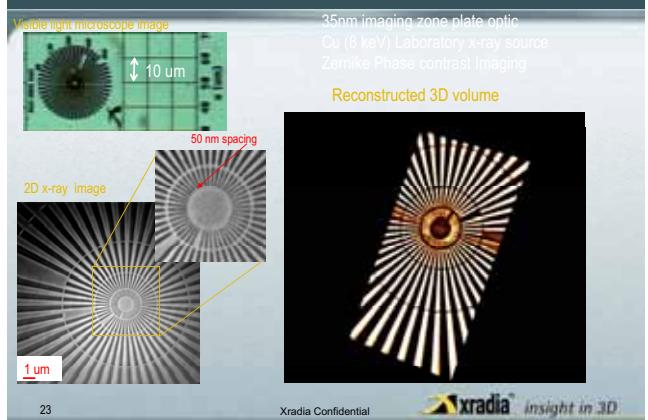
Phase ring thickness chosen to introduce $3\pi/2$ phase shift to 0 order condenser beam.

22

Xradia Confidential

xradia insight in 3D

Image of Xradia's 50 nm calibration target (Au 650 nm tall structure)

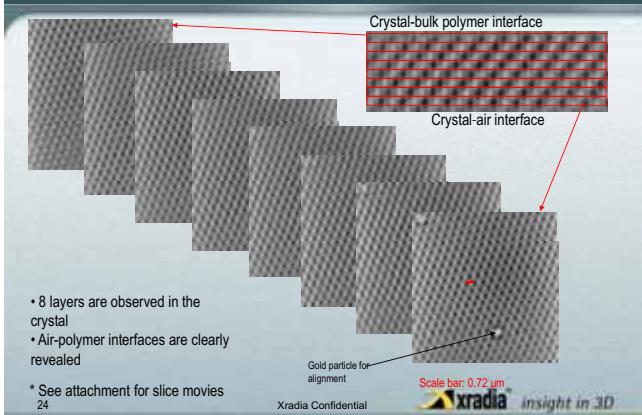


23

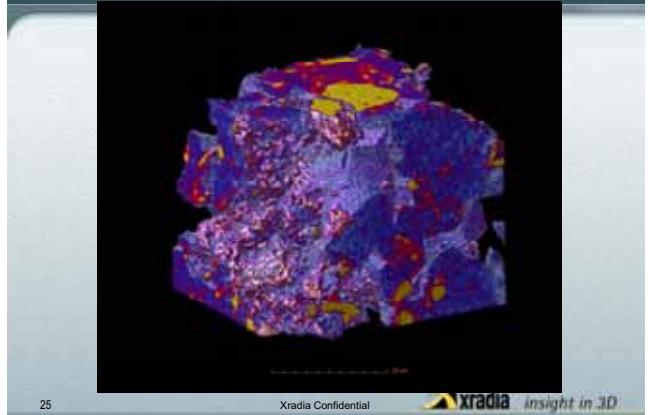
Xradia Confidential

xradia insight in 3D

X-ray Tomography of Polymer Photonic Crystal 2D Slices



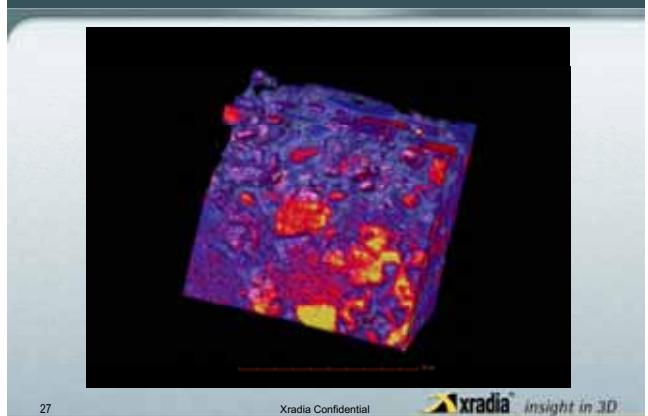
X-ray Tomography of an Alumina Particle



X-ray Tomography of Paper



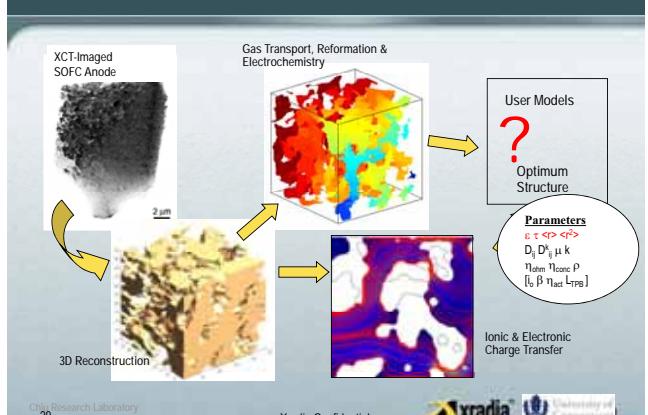
X-ray Tomography of Shale Rock



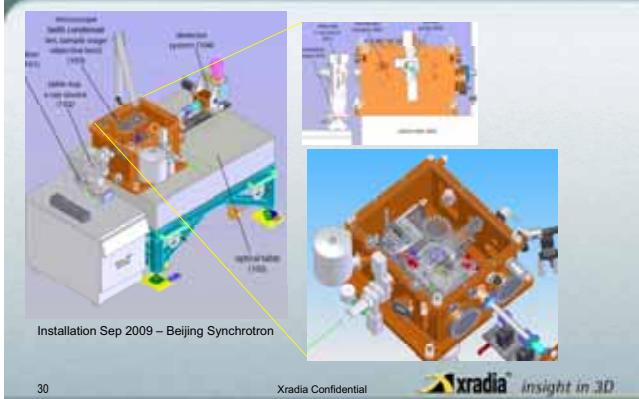
Volume Rendering of a 90nm Technology Node IC



Putting It All Together

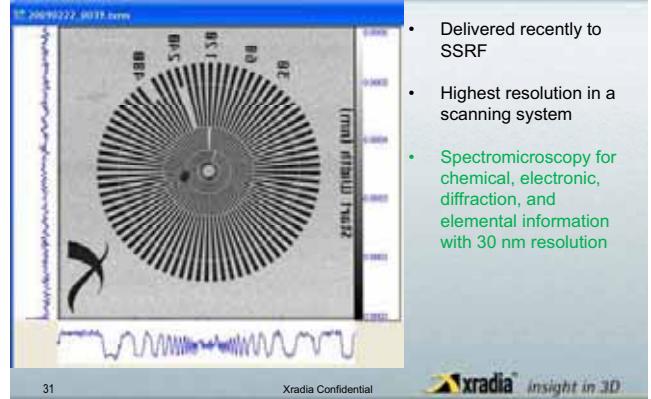


nanoXCT-S200 for Synchrotrons Next Generation Full Field X-ray Microscope



30

Xradia's New Scanning X-ray Microscope with 30nm Resolution



- Delivered recently to SSRF
- Highest resolution in a scanning system
- Spectromicroscopy for chemical, electronic, diffraction, and elemental information with 30 nm resolution

nanoXCT Microscope at Synchrotron Facilities



32

Conclusions

- X-ray imaging offers nondestructive 3D imaging capability with 30nm resolution for a broad range of applications
- Xradia x-ray microscope offers the highest performance in the world
- Xradia x-ray microscope is well suited for synchrotron x-ray sources, such as the SAGA light source

33

Xradia Confidential

xradia insight in 3D

Thank you for your attention

34

Xradia Confidential

xradia insight in 3D

SAGA-LS 光源加速器の現状と今後の計画

江田茂 九州シンクロトロン光研究センター (SAGA-LS)

SAGA-LS では定常的なユーザー運転を行いつつ、継続的に加速器の性能向上を行ってきた。またこれと平行しアンジュレータ等新規挿入光源開発を進めている。本報告では加速器のこれまでの性能向上、現状の光源性能及び新規光源開発について報告する。

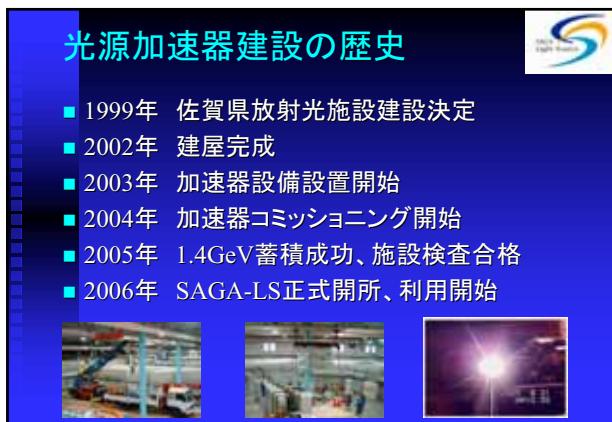
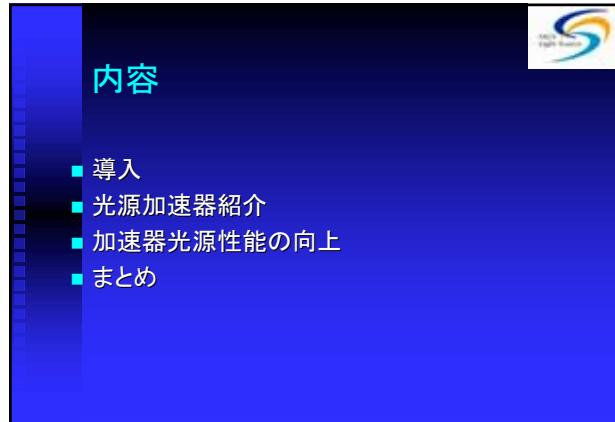
SAGA-LS 加速器は入射用リニアック(255MeV)と蓄積リング(1.4GeV)から成る。リニアックで加速された電子ビームは、蓄積リングへ入射後、さらに 1.4GeV に加速され蓄積状態となり、ユーザーに放射光を提供する。偏向電磁石からの放射光の臨界エネルギーは 1.9keV で、真空紫外から 20keV 程度のハード X 線領域まで利用が可能である。現在 10 時間/日(2 回入射)、5 日/週（うちスタディ 1 日）のサイクルで定常的に運転を行っている。

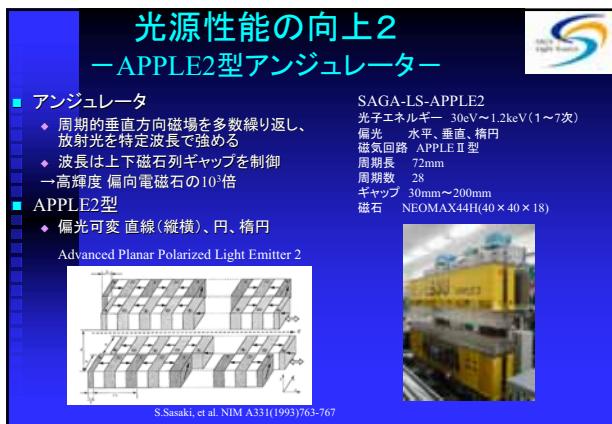
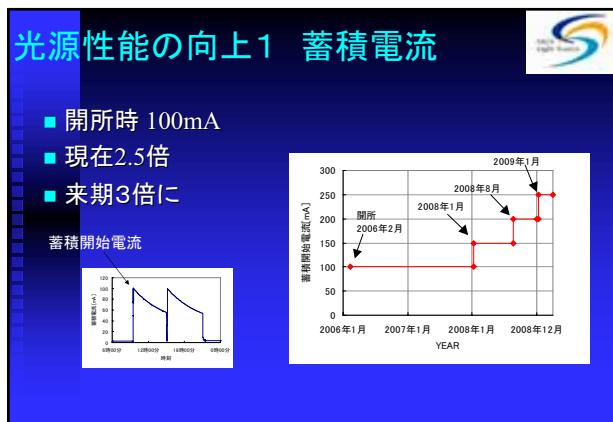
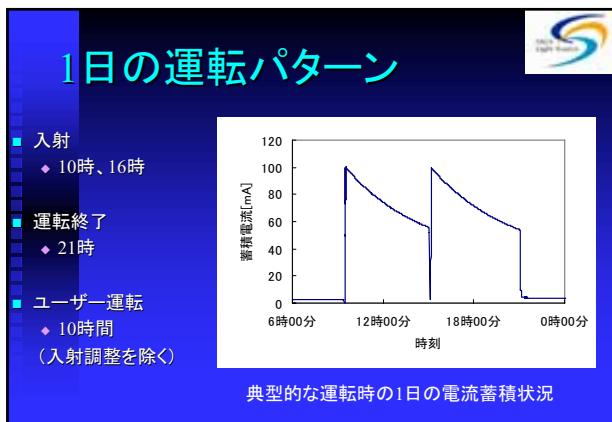
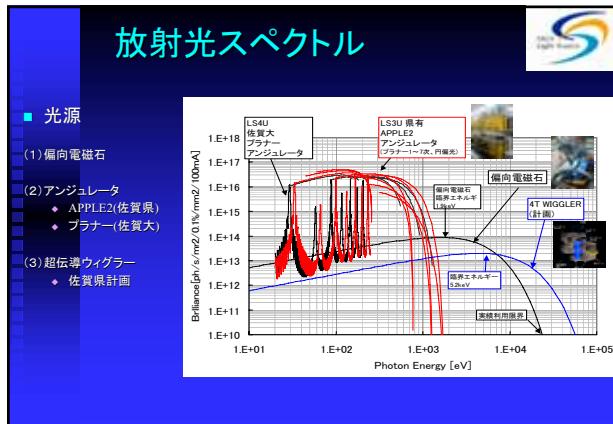
2006 年に蓄積電流 100mA でユーザー利用を開始し、蓄積電流増大のスタディを進め、ビームラインの光からし等立ち上げ作業と歩調をあわせつつ、2008 年 1 月に蓄積電流 150mA に引き上げた。その後も蓄積電流増強スタディは進み、ビームラインへの熱負荷増大の影響調査を行い段階的にユーザー運転の蓄積電流を 2008 年 8 月に 200mA、2009 年 1 月に 250mA へと増大させた。

また加速器の性能向上と並行して、高輝度可変偏光挿入光源である APPLE II 型アンジュレータの開発も進めてきた。設置場所である蓄積リング長直線部 LS3 の空間及び搬入上の制約が大きく、機械設計上は磁場精度を保持しつつコンパクトかつ軽量である点が重要となつた。これまでに LS3 への設置を完了し、電子ビームを用いて LS3 部真空ダクト及び下流ビームライン BL10 基幹部の光からしを終了した。現在アンジュレータ磁場の蓄積ビームへの影響測定とその補償最適化スタディが進行中である。またこれと平行し BL10 に対し光からし、光軸出し等立ち上げ調整のためにアンジュレータ光の提供を開始した。アンジュレータの定格運用が開始されれば、SAGA-LS の VUV-SX 領域の輝度は 1000 倍以上改善され、偏光可変であることも加え非常に有用な光源となる。

今後の光源加速器の性能向上としては、現加速器の性能向上に加え新規挿入光源開発を計画している。現加速器性能向上に関しては蓄積電流増大、APPLE II 運用の高度化をすすめる。蓄積電流については 300mA 蓄積スタディが終了しており、ビームラインの熱負荷増大の影響調査を待つて 2009 年中に 300mA でのユーザー運転を開始する予定である。さらに 300mA 以上の蓄積についても検討を進めている。APPLE II については、最終的にユーザーによる偏光と波長のフリーチューニングが可能となるよう研究を進める。

また新規の挿入光源としては超伝導ウィグラーの設計を進めており、2010 年春設置を目指している。2009 年夏以降製作が本格化する予定である。ウィグラーは 3 極構成でメインポールに 4T 級の超伝導磁石を採用する。これにより、放射光の臨界エネルギーは、偏向電磁石に比べ 2.5 倍程度改善され、国内では SPring-8、KEK に次ぐハード X 線光源となる。



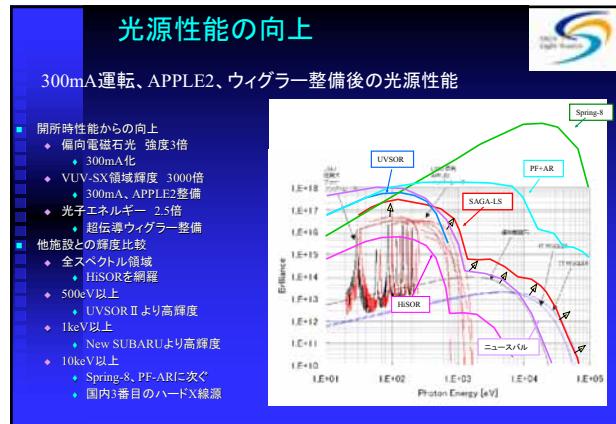


光源性能の向上3 －超伝導ウィグラー計画－

目的 より高エネルギーX線ニーズに応える
→20keV以上かつ偏向電磁石光との連続性

概要 長直線部LS2に4T超伝導磁石(メインポール)及びメインポールによる轨道偏向を補償する常伝導磁石(サイドポール)から成る
超伝導ウィグラーを設置する

光子エネルギー20~50keV



まとめ

- SAGA-LSは、これまで
 - 開所以来安定に放射光の提供を行いつつ、
 - 蓄積電流増大による高フラックス化を行ってきた。
- 現在、
 - 可変偏光アンジュレータによるVUV-SX領域の高輝度光化が進行中である。
- 今後、
 - 超伝導ウィグラーによるハードX線領域の高強度化を進める。

SAGA-LSにおける九州大学ビームラインの概要

九州大学大学院工学研究院 原 一広

九州シンクロトロン光研究センター（SAGA-LS）は、2006年2月より供用が開始されている九州ではじめての放射光施設であるが、供用が開始されて以来、企業を含めた多くの外部ユーザーの利用が行われている。しかし、SAGA-LSの主な目的は地域振興の為の産業利用である為、純粋に学術研究を目的として専ら大学等の教育研究者が利用する事は本来の目的ではない。また、既にSPring-8やPhoton Factory等の大規模施設が建設されているが、これらの施設は九州からは遠隔地にある為に、使用経験がない研究者にとっては敷居が高く、九州地区研究者のシンクロトロン光利用研究数は未だ他の地域に比べ多いとは言えない状況にある。

この様な状況下において九州大学ではシンクロトロン光の学術利用推進を図る為に、SAGA-LS内に学術研究専用のビームラインを建設する事を主旨とする概算要求を行った。その結果、平成20年度 国立大学法人施設整備補助金（大型特別機械整備費）「高輝度放射光利用実験装置」が承認されると伴に学内支援としてスタートアップ経費も決定し、ビームライン建設に供される事になった。これらの状況によりビームライン建設が現実的なものとなった為に、学内の複数の部局の教員により組織された九州大学ビームライン運営委員会が設置され、仕様策定の後、平成20年度に運営委員会傘下のビームライン建設チームによりビームライン建設が行われている。また、付帯設備としてクリーン実験ステーションも整備中である。ビームライン建設については平成20年度でほぼ終了予定である。平成21年度において調整等の作業と試用を進めて行き条件が整い次第、学内共同利用に供する予定でとなっているが、その間に学術研究・教育への利活用を推進するとともに更なる整備を進め、状況が整った段階で全国共同利用化を視野に入れた運営を行うこともその使命として考えられている。

九州大学ビームラインで行われる研究テーマについては種々のものが考えられるが、限られた予算を効率的に活用する為に、九州大学内の教育研究者の研究分野の分布、産業等他機関との連携の可能性、SAGA-LS内の他のビームライン構成等を考慮して概算要求案策定の段階において、研究テーマとして、触媒機能・金属ナノ粒子、生体・高分子の高次構造、合金・超臨界流体等々、主にバイオや環境等の研究分野を想定した。これらの研究テーマにおける分析手法としては、物質や生体を構成する原子の同定やその配列状態の解析等が最も多いと考えられる。これらの条件から、広い波長範囲を持つシンクロトロン光のうちの短波長成分（2keV-15keV）である硬X線を取り出してビームラインにおける光源として利用する事とした。また、エンドステーションにおける測定装置としては、上記想定される研究分野を考慮して、小角X線散乱装置（SAXS）とX線吸収分光測定装置（XAFS）の設置を予定しており現在整備中である。

SAGA-LSにおける 九州大学ビームラインの概要

九州大学ビームライン運営委員会
原 一広
(九州大学大学院工学研究院)

1

概 要

- 学術研究・教育での利用を主目的
- 平成20年度 国立大学法人施設整備補助金
(大型特別機械整備費)
「高輝度放射光利用実験装置」として予算承認
(総額約3億円)
- 九州大学よりのスタートアップ経費(約1億4千万円)
の支援により、BL: XAFS、SAXS測定装置を整備
- 平成20年度にビームライン・装置整備を行い
平成21年度より試用開始予定
- 暫時学内共同利用後、全国共同利用を目標とする

2

整備体制

- H14.7 シンクロトロン光応用研究リサーチコア 発足
(7部局15名) H17.5 組織更新(7部局16名)
- H19.5 部局の枠を超えて、かつ、他機関との連携し
特別教育研究経費(連携融合事業)申請
研究計画策定、当初目的達成により継続辞退
- H19.12 大型特別機械整備費として内示
- H20.2 放射光利用リサーチコア 発足
(6部局24名)
- H20.2 九州大学ビームライン運営委員会 設置
- H20.6 硬X線ビームライン建設チーム 設置

九州大学ビームライン整備運営組織表

九州大学ビームライン整備運営委員会	
委員長	原 一広
委員	柿本浩一
委員	神田大輔
委員	副島雄児
委員	高木節雄
委員	高原 淳
委員	武田信一
委員	寺岡靖剛
委員	柳原 浩
委員	中嶋直敏
委員	原田 明
委員	増田正孝
委員	松村 晶
委員	本岡輝昭

硬X線ビームライン建設チーム	
リーダー	副島雄児
連絡調整担当	吉岡 聰
メンバー	原田 明
メンバー	石岡寿雄
メンバー	岡部弘高
メンバー	原 一広

クリーン実験ステーション担当	
本岡輝昭	工学研究院
生駒嘉史	工学研究院

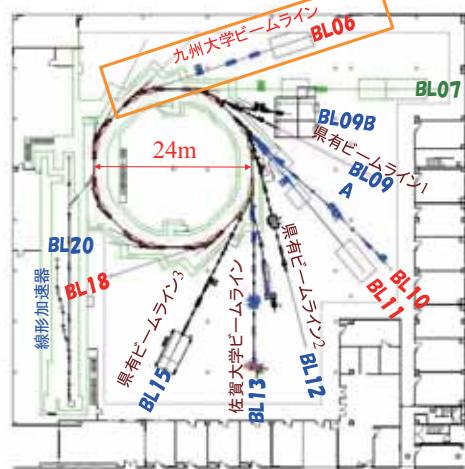
4

九州大学ビームライン整備概要



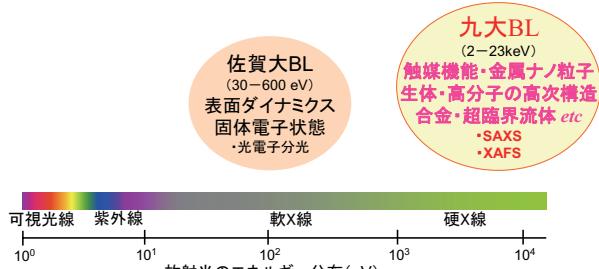
5

九州大学ビームラインの配置位置



SAGA-LS各ビームラインの特色と比較

学
術
研
究
用



産
業
利
用



7