

# ピクセルサイズ $1.4 \times 1.4 \mu\text{m}^2$ の背面照射型軟 X 線撮像素子の開発

## Development of back-illuminated soft X-ray imaging device with a pixel size of $1.4 \times 1.4 \mu\text{m}^2$

江島丈雄\*、羽多野忠

多元物質科学研究所, 〒980-8577 仙台市青葉区片平 2-1-1

EJIMA, Takeo\* and HATANO, Tadashi

IMRAM, Tohoku University, 2-1-1 Katahira, Aoba-ku, Sendai, 980-8577, Japan

市販の科学教材用 PC ボード”Raspberry Pi”とそのカメラモジュールを用いて、従来の約 1/10 のピクセルサイズとなる  $1.4 \times 1.4 \mu\text{m}^2$  の軟 X 線撮像素子を作製し、軟 X 線に対する相対量子効率を求めた。

### 1 はじめに

軟 X 線は物質との相互作用が強いため、軟 X 線用 2 次元検出器にはフォトダイオード層が露出する「背面照射型」2 次元検出器が用いられてきた。しかし供給するメーカーが採用しているプロセスルールの制限により、これまで市販の軟 X 線用 2 次元検出器の多くがピクセルサイズ  $13 \times 13 \mu\text{m}^2$  のセンサーに限られてきた[1, 2]。

2009 年頃からスマートフォン等に搭載される 2 次元検出器に背面照射型 CMOS センサーが使われるようになり、市場に大量に供給されるようになった。同じ「背面照射型」という名前で呼ばれているが、可視用と軟 X 線用ではその構造が異なり、可視用の背面照射型センサーでは色分解のためのカラーフィルターがその表面に塗られている[3, 4]。可視用背面照射型センサーに軟 X 線を照射すると、このカラーフィルターにより軟 X 線が吸収される。従って可視用の背面照射型 CMOS センサーを軟 X 線領域で動作させるためには、表面側のカラーフィルター層を除去し、ダイオード層に直接軟 X 線が照射されるようにする必要がある。

可視用撮像素子表面に塗られているカラーフィルターはレジスト材に色素を混ぜて作られることが多い[3, 5]。また半導体プロセスにおいてレジスト剥離はよく使われる技術である。一方で可視用センサーからカラーフィルターを除去できたとしても、その評価を行うためには、評価用基板などの周辺機器やソフトウェアを作成する必要がある。以上の条件を満たす素子として、市販の科学教育用 PC ボードである Raspberry Pi とそのカメラモジュールである Pi Camera を利用することにした[6, 7]。利用する Raspberry Pi にはクアッドコアの ARM チップが搭載され、Unix の派生 OS である Raspbian が動作する[8]。Pi Camera には画素数  $2592 \times 1944$  ピクセル、画素サイズ  $1.4 \times 1.4 \mu\text{m}^2$  の可視用背面照射型 CMOS センサー (OV5647, OmniVision) が搭載されている[9]。この CMOS センサーは従来の軟 X 線撮像素子に比較して十分に小さなピクセルサイズを持ち、かつカメラモジュールと PC ボードが分離でき、さらに PC ボード上のプログラムによりカメラモジュールを駆動できる。また合わせて 1 万以下の低価格で入手可能である。本研究では、この撮像素子のカラー

フィルターを除去し軟 X 線領域に感度を持つかどうかを確かめることにした。

### 2 実験

撮像素子は、Raspberry Pi Camera module V1.3 の表面のカラーフィルター層を除去して用いた。カラーフィルター層の除去は、まず素子保護用ケースを力学的に除去した後、レジスト剥離剤(EP-10, 横浜油脂)20ml の中にカメラモジュールを入れ、2 時間超音波洗浄をした。次にイソプロピルアルコールで 15 分、蒸留水で 15 分それぞれ超音波洗浄を行った。図 1 にカラーフィルター除去前と除去後のカメラモジュールの様子を示す。

次にカラーフィルターを除去した CMOS センサーにペルチェ素子 (TES1-3102LT125, レーザークリエイト) を厚さ 2mm の銅板を介して接着し、センサーの温度は銅板に白金抵抗センサー(M222-100-A, Heraeus)を取り付けて計測した。ペルチェ素子のコントロールには市販のペルチェ素子コントローラー (PLC-24V10A, クラッグ電子) を用いた。ペルチェ素子の 2 次側には銅ブロックを接着し、フランジを介して放熱させた。以上により CMOS センサーは無動作時で 5 度、動作中で 10 度まで冷やす事が出来た。

軟 X 線に対する相対量子効率測定は、Photon

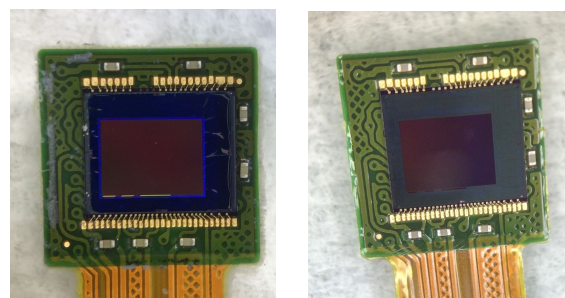


図 1 : カラーフィルター除去前(左)と除去後(右)の CMOS センサーの様子。青色に見えるカラーフィルター層がなくなっている事が分かる。

Factory BL-11D 光学素子評価ビームラインを用いて行った。BL-11D は、2つの回折格子 (G1: 2400 grooves/mm, R=55.2m, G3: 2400 grooves/mm, R=22.9m) でそれぞれ軟 X 線領域と極端紫外線領域をカバーする。最近、分光器駆動ソフトウェアの改善により、G1 回折格子を用いて 1300eV までの高エネルギー光の利用が可能となったため[10]、本研究では G1 回折格子を利用した。つぎに BL-11D の反射率計内に量子効率の明らかな軟 X 線用フォトダイオード (AXUV100Al, Optodiode) を設置し、光源からの軟 X 線強度を測定した。

口径 5.5mm の穴をあけた 10 mm 角の遮光箱で CMOS センサーを覆い、遮光箱表面から 62mm 光源側に口径 7mm の円形開口を設けて軟 X 線を導入した。軟 X 線撮像素子は、円形開口の上流に T 字管を接続し粗排気セットを用いて差動排気を行った。

計測制御は、Raspberry Pi 上で動作する Raspbian に各種ソフトウェアを導入し、PC 側から SSH 接続して行った。動画測定は Raspbian に mjpg-streamer を導入し[10]、PC 側から RaspiView を用いて計測した[11]。静止画測定には Raspbian 標準コマンドを用いた[12]。

計測は、CMOS センサーの遮光部分により暗電流計測を行い、測定値から差し引いた値を光強度とした。CMOS センサー内には 10bit の AD 変換素子が内蔵され、AD 変換後の値を露光部分のピクセル数、露光時間、軟 X 線用フォトダイオードの値で規格化して用いた。

### 3 結果および考察

まず初めに分光器からの光強度を求めた。G1 回折格子を用いて 250eV から 1300eV まで 2eV 間隔で測定し、得られた光強度分布を図 3 に示す。リングカレントの変動幅より分光器からの光強度変動の方が大きいため、リングカレントの補正は行わなかった。図 3 中 590eV 前後に観測される構造は、M0 ミラーの Au コーティングの下地に由来する Cr-L 吸収端と考えられる。

得られた光強度分布曲線に基づいて、得られる CMOS 素子からの信号強度が一定になるように露光時間を調整して得られた軟 X 線画像を図 4 に示す。像は分光器の状態を反映して横方向に伸び、高エネルギー側になるにつれ縦方向にも伸びた。図 4 でははっきりしないがよく観察すると、直径数  $\mu\text{m}$  程度の粒上の構造が存在し、照射する光エネルギーが高くなるにつれて (>500eV)、その構造のコントラストが低下した。炭素と窒素の吸収端を超えたところでコントラストが低下したことから、粒上の構造は有機物であると推測した[7]。作製プロセスから剥離したカラーフィルターの残材がまだ表面に残っているものと考えられる。

光エネルギーと露光時間を変えながら図 4 と同様の測定を行って求めた CMOS センサーの相対量子

効率曲線を図 5 に示す。相対量子効率は、露光時間と照射された光の面積 (ピクセル数) および光強度で規格化し、軟 X 線フォトダイオードの量子効率曲線と比較した。光エネルギー間隔が粗いためにはっきりとしないが 300eV 付近と 450eV 付近の量子効率の値がその他の光エネルギーに比べて低い。これ

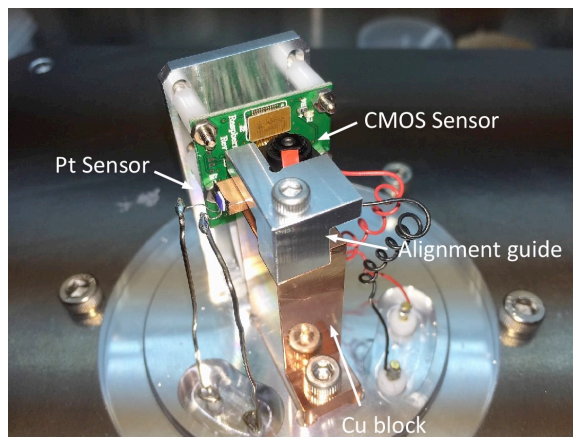


図 2 : 作製した軟 X 線撮像素子。ペルチェ素子の放熱のために銅ブロックを介してフランジ面から放熱を行った。

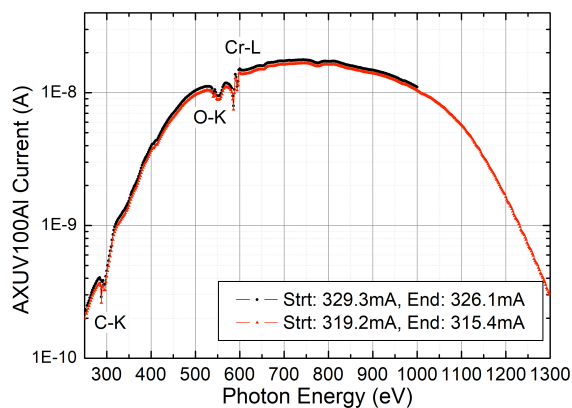


図 3 : BL-11D の光強度分布曲線。

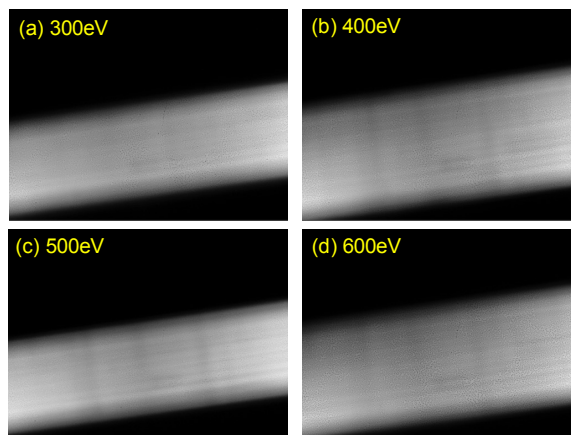


図 4 : (a) 300eV, 露光時間 3.5 秒、(b) 400eV, 露光時間 0.26 秒、(c) 500eV, 露光時間 0.2 秒、(d) 600eV, 露光時間 0.04 秒。

は、図 4 と同様にカラーフィルターの残材成分による構造の可能性がある。

#### 4 まとめ

可視用背面照射型 CMOS センサーに対して簡単な追加加工を行うことによりカラーフィルターを除去し、軟 X 線領域の感度を持つことを明らかにした。作製した軟 X 線撮像素子は、科学教材用のコンピュータボードとその拡張機材であるカメラ素子を用いたため、従来市販品に比べて極めてローコストであった。今後、作製した軟 X 線撮像素子のより詳細な評価を行いたい。

#### 謝辞

東北大学多元物質科学研究所技術室の布川雄二氏に撮像素子の設計に関して、山木賢一氏に製作に関して特にお世話になりました。また測定の際には、間瀬先生に色々と便宜を図っていただきました。合わせて感謝いたします。

#### 参考文献

- [1] CCD47-10 AIMO Back Illuminated Compact Pack High Performance CCD Sensor, A1A-100029(5), e2v technologies (uk) limited, (2006).
- [2] T. Ejima, S. Ogasawara, T. Hatano, M. Yanagihara, and M. Yamamoto, AIP CP **1234**, (2010) pp. 811-814.
- [3] K. Yonemoto, "Principles and Applications of CCD/CMOS image sensors", (CQ publishers Co. Ltd., Japan, 2003) Chap. 3 (in Japanese).
- [4] V. Venezia, H-C. Tai, D. Mao, H. E. Rhodes, US 2011/0089311 (Apr. 21, 2011).
- [5] A. Soyano, Nippon Gomu Kyokaishi **85**, (2012), pp. 33-39, (in Japanese).
- [6] Products of Raspberry Pi Foundation, Available at <https://www.raspberrypi.org/> [Accessed 22, Jun. 2017].
- [7] R. J. Kinch, "Raspberry Pi: Information and Products for Custom Applications and Engineering", Available at: <http://www.truetex.com/raspberrypi> [Accessed 19, Oct. 2015].
- [8] <http://ftp.jaist.ac.jp/pub/raspberrypi/raspbian/images/raspbian-2015-05-07/2015-05-05-raspbian-wheezy.zip> [Accessed 22, Jun. 2017].
- [9] OV5647, 5 megapixel product brief, ver. 1.2, OmniVision, (2010). Available at: <http://www.ovt.com/uploads/parts/OV5647.pdf> [Accessed 8 Jun. 2015].
- [10] T. Hatano and T. Harada, J Electron Spectrosc. Relat. Phenom. **196**, (2014), pp. 156-158.
- [11] <https://github.com/jacksonliam/mjpg-streamer> [Accessed 22, Jun. 2017].
- [12] <http://visimetrica.com/raspiview.html> [Accessed 22, Jun. 2017].

- [13] <https://www.raspberrypi.org/documentation/raspbian/applications/camera.md> [Accessed 22, Jun. 2017].

\* ejima@tagen.tohoku.ac.jp

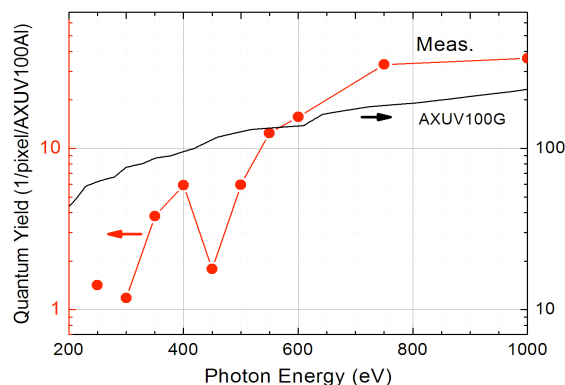


図 5 : CMOS センサーの相対量子効率 (図中赤) と AXUV100G の量子効率 (図中黒)。