

# BL47XU

## R & D (1)

### 1. 序論

BL47XUはX線アンジュレータビームラインであり、X線アンジュレータ光の幅広い利用のために科学技術研究開発(R & D)を目的として最初に設置されたビームラインである。

本年はFresnel zone plateを用いた走査型X線顕微鏡及びX線マイクロCTの共用化を目指している。現時点での準備・開発状況を報告する。

### 2. 走査型X線顕微鏡

BL47XUではビームの空間コヒーレンスの高さを利用して、高空間分解能走査型X線顕微鏡の共用化を目指した開発を現在行っている。光学系は、図1のようになる。上流から、ビーム整形用の4象限スリット、マイクロビーム生成用集光素子として用いるフレネルゾーンプレート(FZP)、FZPの回折光のオーダーセレクトング用ピンホール(20ミクロン)、試料ステージ、検出器で構成される。透過モードの場合、検出器にはイオンチェンバーを、蛍光モードの場合はsolid state detector(SSD:純Ge半導体検出器)又はsilicon drift detector(SDD)を用いる。FZPは、X線の回折を利用した集光素子で、回折格子を同心円状にしたような形状をしている。格子パターンの最も外側の線幅がその素子の回折限界で決定される空間分解能とほぼ等しくなり、我々が所有する素子は、最外線幅0.25ミクロンである。NTT-AT社製、電子ビームリソグラフィ法によって製作されたもので、材質はTa、厚さ1ミクロンである。この素子の集光効率を図2に示す。比較的高い効率が得られる10keV前後のエネルギー領域で主に持たられる。焦点距離は160mm(8keV時)である。FZPパターンは、厚さ2ミクロンの窒化シリコン膜上に形成され、窒化シリコン膜は、厚さ1mmのシリコン基盤によって支持されている。同ビームラインで実際に得られる空間分解能(8keV時)は、垂直方向は実効的光源の大きさにより決定され、0.5ミクロンである。水平方向は、約10m上流に設置された幅10ミクロンの仮想光源により、回折限界とほぼ等しい0.3ミクロンの空間分解能が得られている。このときの集光スポットの総フラックスは、約 $10^{11}$  photons/s/100mA]である。仮想光源スリットをはずす事により、フロントエンドスリットの幅にもよるが、 $10^{10}$  [photon/s/100mA]程度までのフラックスが得られる。ただしこの場合、水平方向のスポットサイズは、数ミクロンまで広がってしまう。試料の走査は、2軸ステップモーター(神津精機)により行う。オープンループコントロールでも、10nmの精度で走査することができる。このシステムを用いて、K系の蛍

光X線分析ならばBr(K吸収13.5keV)やKr(14.3keV)あたりの元素まで調べることができる。これまでもサブミクロンオーダーでの生体試料中の金属の元素マッピングやXANESの計測等が試みられている。

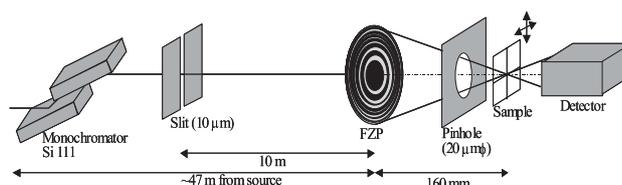


図1 走査型顕微鏡光学系

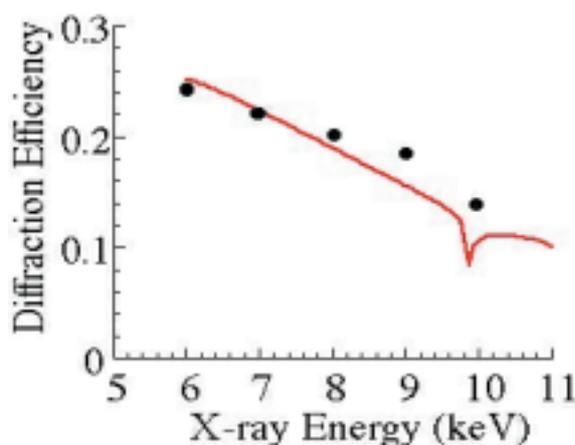


図2 FZPの集光効率  
(実線:理論値,プロット:実験値)

### 3. 超高分解能X線CT装置

2002B期から本ビームラインで供用開始される予定の同装置のスペックを簡単に紹介する。しかし、この装置はまだまだ開発中であり今後スペックが変わることがある事をご承知願う。装置本体は実験ハッチ2の上流側に位置している。この定盤は可動式になっていて、下流側の定盤で実験をするときには退避できるようになっている。装置の構成は次のとおり(光源と分光器は省略)。試料ステージ・検出器(ステージ)・試料位置調整用長焦点顕微鏡。共同利用の時は試料をステージ上にセットした後、長焦点顕微鏡を使って位置あわせを行えば、ほぼアライメントは完了できるようにしている。試料ステージは、主に精密回転ステージと並進ステージからなる。精密回転ステージは、軸ブレ精度 $\pm 0.1\mu\text{m}$ 以下の空気軸受けタイプと軸ブレ精度 $\pm 0.5\mu\text{m}$ 以下のボールベアリングタイプのものが準備されている。通常は安定性の観点から空気軸受けのものを用いることにしており、ベアリングタイプはそのバックアップ用

である。検出器は浜松ホトニクス社製のビームモニター AA50（通称ビームモニター3）をもちいている。これは単結晶蛍光体（ $\text{Lu}_2\text{SiO}_5:\text{Ce}$ 、厚さ約 $10\mu\text{m}$ ）と顕微鏡用レンズで構成される可視光変換ユニットである。これに冷却 CCD カメラ（ $1000\times 1018$ ピクセル）を組み合わせ、検出器全体の性能として、空間分解能約  $1\mu\text{m}$  を達成している。（ここで、実効的なピクセルサイズは  $0.5\mu\text{m} \times 0.5\mu\text{m}$  である）実際の撮影は 1 投影の露光時間を 1.5 秒にするようにエネルギーとアンジュレーターギャップを調整している。フルフレームを取り込む場合の撮影時間は 750 投影で 2 時間ほどでデータ量は約 2 GB になる。画像再構成はオリジナルソフトで行っており、フルフレーム分再構成を行うと、3 時間程度かかる。空間分解能は約  $1\mu\text{m}$  を達成しており、実際の測定試料としては南極微隕石や石英岩、複合セラミックスなどがあげられ組織の 3 次元構造を解析している。

#### 4. X線 CT 実験用試料準備ブース

BL47XU 付近はリング棟の空調による空気の流れが強く微小サンプルの取り扱いが非常に困難であった。時には微小試料が風に飛ばされて紛失してしまい、大きな損失をこうむった事もある。これを鑑み、空調の影響から試料を守る目的でアズワン社製のクリーンブース（EG-900）を導入した。占有面積は畳一畳分程度で、中にはステンレス製の机とニコン製の実体顕微鏡を備えている。また、試料調整に用いるためのツールとしてピンセット・筆（ラファエルの 6/0 番）などを用意しており、X 線 CT や走査型 X 線

顕微鏡の試料調整を行う際に用いることが出来る。専用の消耗品は、手袋・ベンコットリントフリー・グリコールフタレートが用意されている。また、利用する際は試料の汚染を最小限にするために、クリーンブース用白衣・靴・帽子・手袋の着用を義務付けている。これまでに調整（試料ホルダーにマウント）された試料は、南極微隕石や微小石英岩などで最小のものは直径 5 ミクロン程度の calcite であった。このクリーンブースから実験ハッチに試料を運搬する際には運搬ボックスを用いているが、現状では X 線 CT 装置用の試料ホルダーを想定したボックスしか準備されていない。走査型顕微鏡用の運搬ボックスは 2002 年中に製作予定である。

（淡路晃弘・竹内晃久・上杉健太郎・鈴木芳生）

利用研究促進部門  
顕微・分析グループ・顕微チーム  
淡路 晃弘



クリーンブース（EG-900）