

顕微・分析グループ

1. ビームラインおよび実験ステーションの現状

BL20XUにおいては、二結晶分光器の全面的な改造が行われ、8～113keVのエネルギー領域で自由にエネルギーを選択できるようになった。

従来、BL20XUの分光器では他のSPring-8アンジュレータビームラインと同様にSi 111二結晶配置の光学系を採用していた。37.7keV以上の高エネルギー領域を利用する場合には、第一結晶だけを511方位の結晶に交換してSi 511-333の二結晶配置として113keVまでの高エネルギー領域の利用が出来るようにしていた。この方法により高エネルギー領域を利用した実験が既に行われている^[1,2]。

しかしながら、これまでの結晶交換は第一結晶のホルダから全体を取り替えるために、分光器チェンバーの真空開放が必要であった。しかも分光結晶冷却が液体窒素冷却であり、大気開放前の昇温、真空再立ち上げ後の冷却プロセスも含まれるために、結晶交換に5日程度を要するという問題があった。

これを結晶交換による時間損失を短縮するため、真空開放せず液体窒素冷却を続けたままin-situで結晶交換が出来るように分光器を改造した^[3]。改造内容は図1に示す2個の結晶を並列に配置した第一結晶部分である。第一結晶の並進ステージ（ストローク10mm）により、この二つの結晶を切り替える。結晶の支持は従来と同じサイド押しであり、インジウムシート（0.1mm）で熱接触を行っている。二つの結晶の間も同様にインジウムシートが挟んであり、

液体窒素冷却ホルダの銅ブロックと一体に組み付けられている。これによって、結晶面切り替えが10分程度で可能になった。結晶面歪み、振動等についても現段階では問題ない。

BL20XUの実験ステーションに関しては、第一ハッチで高分解能CTの実験を可能とするため、高精度回転ステージを導入した。分解能1ミクロンレベルの高分解能CTに関してはBL47XUで既に共同利用が行われている。それと比較して実験ステーションまでの距離が長い（80m）ために広い視野（～2mm）が得られる。また、511面結晶に切り替えることで113keVまでの高エネルギー領域が利用できるという利点がある。この実験装置は今後BL47XUと相補的に運用していく計画である。図2に装置全景を示す。また、図3にCT像の測定例を示す。試料は分解能評価用に作成した同心円型積層膜である^[4]。

BL20B2の実験ステーションではX線イメージング用の機器として、浜松ホトニクス社製のフラットパネル検出器C7942CA-02^[5]を導入した。これは、蛍光体と二次元フォトダイオードアレイを組み合わせた二次元検出器である。蛍光体はCsI柱状結晶、検出面は120mm x 120mm、画素サイズは50 μ mであり、実効的な空間分解能でも100 μ m程度が得られている。この検出器ではリアルタイムでX線像の観察が可能である。検出面の大きさに比較して非常にコンパクトな検出器であり、既存の実験装置における従来の検出器に代えて設置することが可能である。蛍光体の背後にフ

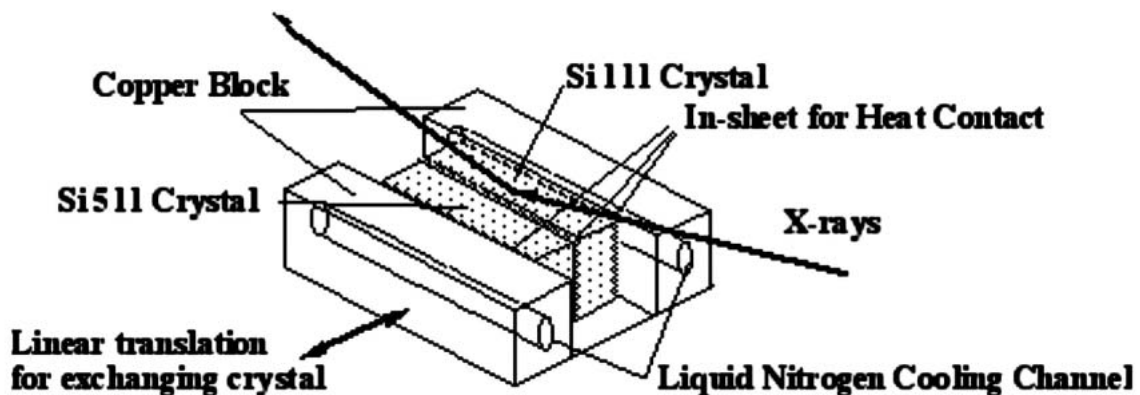


図1 BL20XU二結晶分光器第一結晶の配置図



図2 BL20XU第一ハッチに設置されたマイクロCT装置



図3 BL20XU第一ハッチに設置されたマイクロCTによるテスト試料のCT像測定例。
Cu-Al 同心円多層膜 線幅 2 μ m、X線エネルギー20keV、
投影画像素サイズ0.52 μ m/pixel、投影数750 projections/180deg.

オトダイオードを配置した構造のため、強いX線を照射した場合は放射線損傷を起こす可能性があるが、偏向電磁石光源のビームラインであるBL20B2の最下流であれば、ダイレクトビームを照射してもすぐに破壊される事はないので、試料の位置合わせなどに効果を発揮する。ただし、蛍光面の前にAl 1mmの保護フィルターがあるため、15keV以下では感度が非常に低くなるという問題があり、今後の改良が望まれる。

この検出器は積分型の検出器であるため、トポグラフィー実験などにおける反射探しにも非常に有用である。これによって、現在多くのビームラインで位置合わせ等のために使用されているリナグラフやポラロイドはもはや不要となって来ている。さらに空間分解能100 μ m程度で定性的なデータを取得する目的であれば、フィルムやイメージングプレート替わる二次元検出器として利用可能である。実際に、BL20B2での多くの実験で、工業用X線フィルムやイメージングプレートに替わるリアルタイム検出器として使われている。図4にトポグラフィー実験装置における一例を示す。

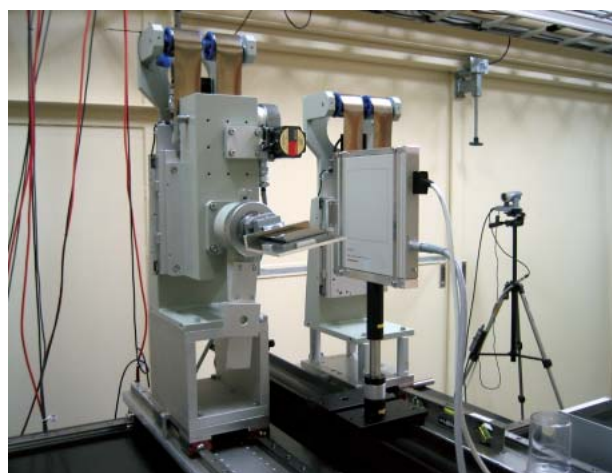


図4 BL20B2におけるフラットパネル検出器を用いた回折トポグラフィー実験装置の一例。
ビームラインの二結晶分光器に用いる分光結晶のオフライン評価のためのセットアップ。右側にある白い箱が、フラットパネル検出器。電源用ケーブルと信号用ケーブルが出ている。黒い線で囲われている部分が検出面。

フラットパネル検出器の仕様

検出エリア	120mm × 120mm
ピクセルサイズ	50 μ m × 50 μ m
ピクセル数	2240 × 2344
ADC bits	12bit
frame speed	2Hz
Read out noise	1100 electrons
蛍光体	針状結晶CsI 150 μ m

BL37XUは2002年度のコミッションングから1年を迎えたことで、光学・輸送チャンネル系が安定な状態となり、ユーザー実験をスムーズに遂行することができた。本年度新たに導入された案件として、高エネルギーブランチにおけるマイクロビームシステム、Aブランチでの使用を想定した高エネルギー全反射ミラー光学系の導入準備、BL10XUからの高輝度XAFSステーションの受け入れが挙げられる。

標準型2結晶モノクロメータが設置されているAブラン

チは、新型ピンポスト結晶の使用とあいまり、順調な経過をたどったが、2003年12月に±15%程度の強度変動が現れる事態となった。これは、実験ハッチに導入されるX線全体の強度についての値であり、マイクロビームユーザーはもとより、スリットのみを用いるユーザーにおいても実験の遂行が困難な状態であった。冬期シャットダウン前後において強度変動を測定したが、冬期シャットダウン後において、強度変動が再現されなかったためこの原因については不明なままである。特定位置からのビーム位置の変化、

という意味では低周波数領域での振動が見られるため、今後、対策を行っていききたい。

BL37XU実験ステーションでは、高エネルギーブランチに本年度新たに集光光学系を導入した。光学素子は、スパッタスライス法により作成したフレネルゾーンプレートを選択した。その光学系を図5に示す。X線エネルギー75.5keVでスポットサイズ評価を行ったところ、図6に示すように、縦3μm、横5μmという結果が得られた。焦点距離は1350mmであり、アンジュレータの10次光を使用し

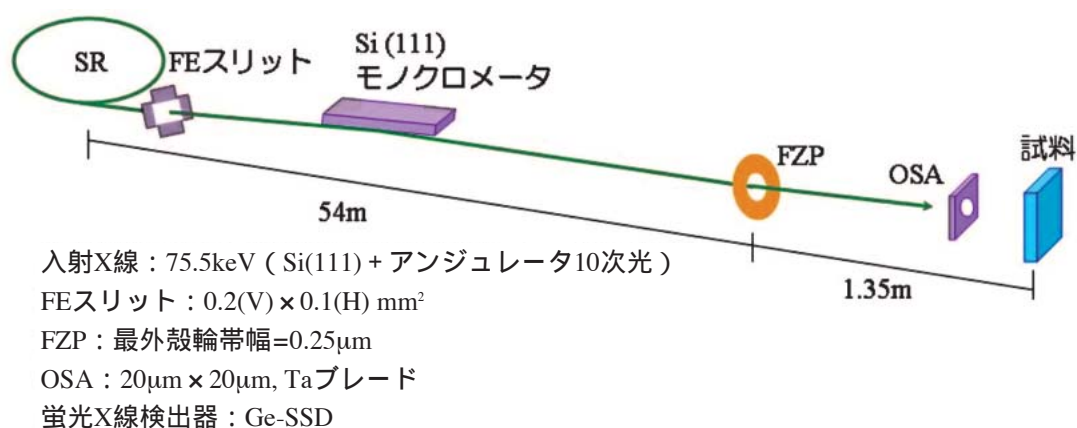


図5 BL37XU Bブランチ (高エネルギーブランチ) におけるマイクロビーム光学系

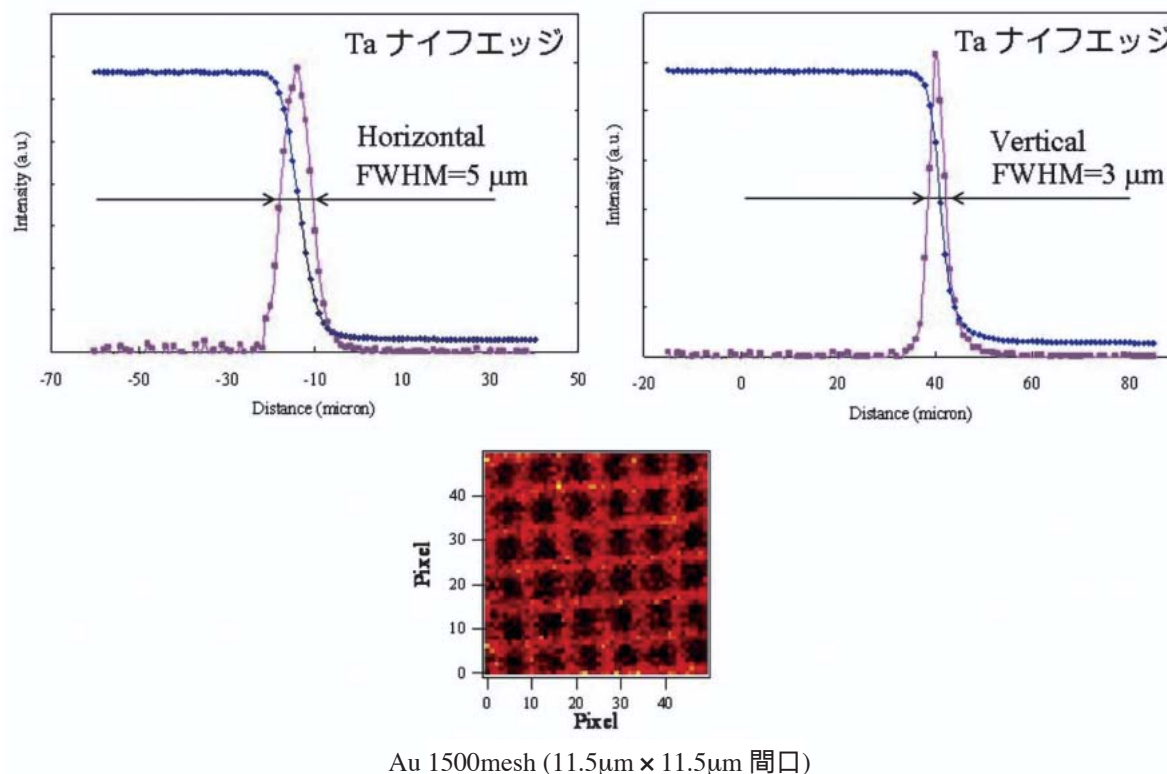


図6 BL37XU 高エネルギーブランチにおけるマイクロビーム実験結果

た場合で 10^9 photons/sec程度のフラックスとなっている。

さらに、従来BL10XUで行われていた高輝度XAFSに関する共同利用課題がBL37XUに移設されることになり、BL10XUからの関連測定機器の移動を2004年1月に行った。これに伴い、モノクロメータの piezo 駆動軸の制御用として、A/D - D/Aシステムを新たに導入した。制御PCとの通信はTCP/IPで行うため、PCに依存せずXAFS測定が行えるようになっている。XAFS測定に関するユーザーインターフェースはBL10XUで使用していたものとほぼ同じであるので、BL10XUからのユーザーでも違和感なく使用できることが期待される。2004年3月に最初の共同利用実験が行われ、順調にXAFS測定が行えることが確認できた。

新たなビームライン高度化として、BL37XUのAブランチにおいて20keV以上の高エネルギー領域での使用に特化した全反射ミラーの導入を進めている。コンパクトな設計のミラーステージも導入された。現在ミラーのパラメータ評価を行っている段階であるが、来年度からビームラインに導入し、37keV前後でのマイクロビーム実験に使用される予定である。なお、本件はナノテクノロジー総合支援の一環として実施されており、微量重金属元素のキャラクタリゼーションなどへの応用が期待される。

BL47XUではビーム安定性向上を目的として二結晶分光器の改良を行った。このビームラインの分光器は液体窒素冷却型を採用しているが、液体窒素循環に原因する分光結晶振動のために出射ビームの空間コヒーレンス劣化やスタビリティ低下が起こっており、場合によっては分光器出射光のフラックス損失を招く大きな要因ともなっていた。これは本ビームラインで実施されている共同利用課題である高分解能CT、X線走査型顕微鏡（マイクロビーム）、光学素子R&Dなどの実験において、空間分解能の低下、像質の劣化を招き問題となっていた。その対策として、分光器内の不要な並進および回転ステージを撤去すると同時に、必要最低限の傾斜機構をより剛性の高いステージへ交換す

ることにより、分光器結晶微調整機構の機械的剛性を向上させた。また、液体窒素配管も、乱流の起こりやすいベローズ配管部分を極力短くし、また、ベローズ自身も共振の少ない金属メッシュ付きのものに変更、さらに配管を固定することによって、液体窒素配管の振動を抑制させた。これらの改良を行ったことにより、図7に示すように、それまで約0.5arcsec程度あったビームの振動が半値幅約0.1secまで抑えられるようになった。

この結果、たとえば走査型X線顕微鏡では空間分解能が $0.5\mu\text{m}$ から $0.3\mu\text{m}$ に向上した。図8は、それぞれ分光器改造前（左）と改造後（右）にX線走査型顕微鏡で得られたテストパターンの透過顕微鏡像である。画像分解能、コントラスト、画像ノイズのいずれについても顕著な改善がみられている。

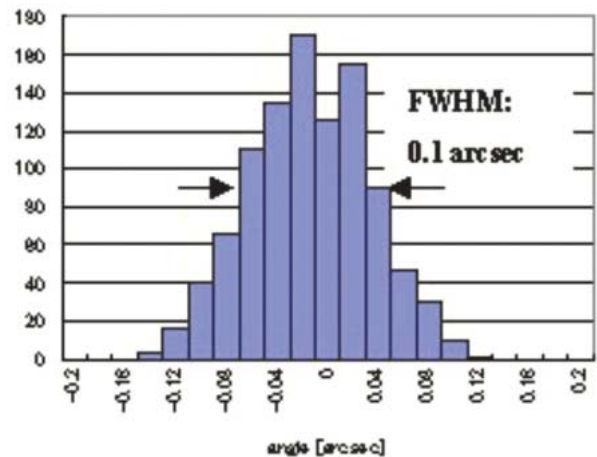


図7 BL47XU結晶分光器の振動評価実験結果。ビーム振動分布のヒストグラム。分光器ロッキングカーブ曲線の強度最大値から半分の位置における強度時間変動を測定。X線エネルギー18keV。

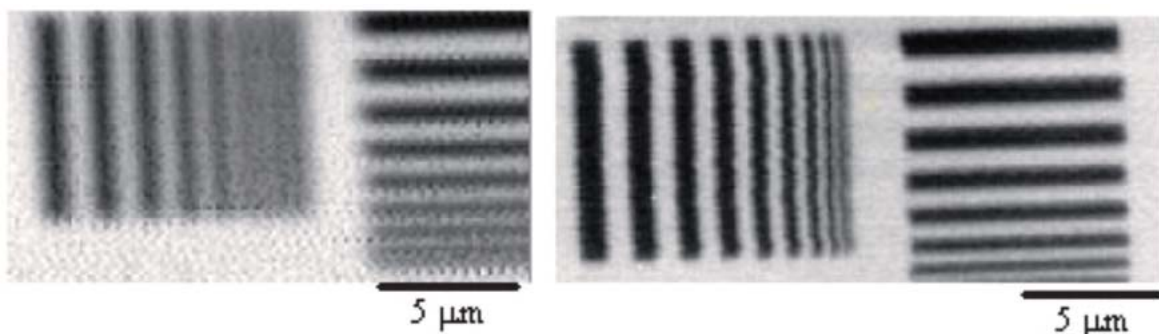


図8 BL47XUにおける分光器改良前後の走査型顕微鏡像
走査型X線顕微鏡で得られたTaテストパターンの透過率分布像。左：分光器改造前（露光0.1秒、スキャンピッチ0.15 μm 、エネルギー10keV）右分光器改造後（露光0.05秒、スキャンピッチ0.125 μm 、X線エネルギー9.8keV）

2. 開発研究

2-1 フレネルゾーンプレートの耐放射線性の向上

我々のグループでは、走査型X線顕微鏡の集光素子や結像顕微鏡の対物レンズとして電子ビームリソグラフィの手法で作成したタンタル製のフレネルゾーンプレート (FZP) を用いている。また、マイクロCTの更なる高分解能化を目的として、この素子に対物レンズとする結像型マイクロCTの開発を進めている。このゾーンプレートを用いることによって硬X線領域でサブミクロンの空間分解能を容易に得ることが出来るため、多くのビームラインで使われている。しかしながら、ゾーンプレートへの単位面積あたりの積分照射量が 1×10^{13} photons/ μm^2 に達した場合、ゾーンプレート自身が破壊されるという問題が生じていた。この積分照射量はおおよそBL47XUやBL37XUにおける最大強度での2日間の連続照射に相当するものである。現実的な使用条件でも、一週間程度のユーザー実験で破損した例があり、共同利用実験に供する場合の大きな問題であった。

この放射線損傷の問題を解決するために製作プロセスや照射条件を変えて実験を繰り返した結果、FZPを真空中又はHe雰囲気中に置くことにより寿命を大きく延ばすことが出来るようになった。図9に、FZPを大気中、真空中においたときのそれぞれのX線照射量に対するFZPのfar-field像の変化を示す。FZPへの単位面積あたりの積分X線照射量が 1×10^{13} photons/ μm^2 に達したとき、大気中に置かれたFZPは照射ダメージによりFar-field像が大きく変化したのに対し、真空中のFZPはその4倍の積分照射量に対しても全く変化がなかった。

現時点では、放射線損傷過程の詳細は未だに解明されていないが、実用上は十分な耐久性が達成されたと考えている。

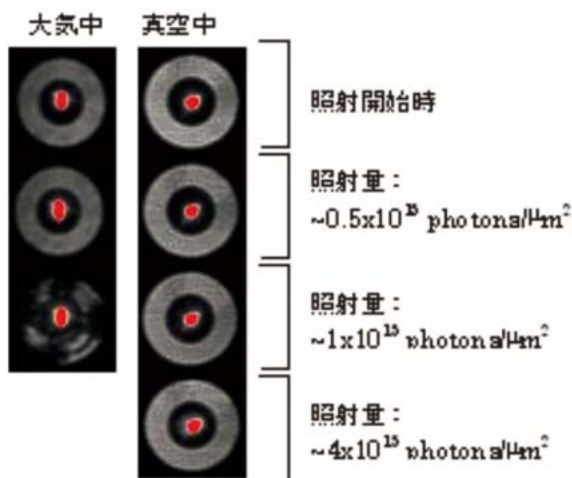


図9 FZP far-field像のX線照射量に対する時間変化。照射X線の平均フラックス密度： $\sim 5 \times 10^7$ photons/s/ μm^2 。エネルギー $\sim 10\text{keV}$

2-2 X線拡散板の開発

BL47XU並びにBL20XUでは投影型マイクロCTが共同利用に公開されており、既に多くのユーザー実験が行われている。現状の空間分解能は $1\mu\text{m}$ 程度であるが、この条件であっても、真空窓や分光結晶の欠陥に起因すると思われるスペckルノイズが画像計測の障碍になることがある。結像型X線顕微鏡においては既に光学素子に起因するスペckルを低減する目的でX線用拡散板が用いられているが^[6]、最近投影型CTにおいてもノイズを抑制する目的で拡散板の応用が試みられている。現状では $100\mu\text{rad}$ 程度の拡散角であるが、より広い拡散角で100%近い効率が得られれば、投影顕微鏡やCTにおける視野拡大等への応用も考えられる。この目的でより高効率の拡散板の開発を試みている。図10にその一例として、拡散板を構成する微粒子の粒径と発散角の関係を示す。

この拡散板に関しては粒径 $2\mu\text{m}$ 程度で角度発散が最大値を示していることが分かった。

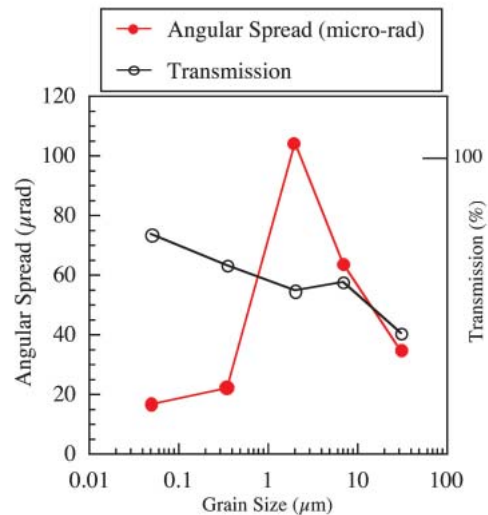


図10 酸化アルミニウム粉末を用いたX線拡散板におけるビーム角度広がり。平均粒径0.05、0.35、2、7、および $31\mu\text{m}$ の酸化アルミニウム微粒子からなる厚さ4mmの拡散板における粒径と角度発散の関係、X線エネルギー 30keV 、横軸は平均粒径、縦軸は半値幅で示したビームの角度発散角および透過率。

参考文献

[1] M. Awaji, et al.: Rev. Sci. Instrum. **74** (2003) 4948.
 [2] N. Kamijo, et al.: Rev. Sci. Instrum. **74** (2003) 5101.
 [3] Y. Suzuki, et al.: AIP Conference Proceedings **705** (2004) 344.
 [4] S. Tamura, et al.: Vacuum **74** (2004) 741.
 [5] N. Yagi, et al.: J. Synchrotron Rad. **11** (2004) 347.
 [6] M. Awaji, et. al.: Nucl. Instrum. and Meth. **A 467-468** (2001) 845-848.

利用研究促進部門 顕微・分析グループ
 淡路 晃弘、上杉 健太郎、鈴木 芳生
 竹内 晃久、寺田 靖子