

BL47XU 光電子分光・マイクロCT

1. アポダイゼーションFZPの導入による結像型CTの定量性向上

X線顕微CT（ナノCT）は、X線結像顕微鏡光学系を利用することで約100 nmの空間分解能で3Dイメージングを可能とするCT装置である。BL37XU, BL47XUでFresnel zone plate (FZP)を対物素子として用いたナノCTが様々な分野のユーザーに供されている。この装置のベースとなるX線結像顕微鏡光学系には、しかしながら未だフリッジノイズや疑似コントラストによりデータの定量性を著しく損ねやすいという問題が指摘されていた。原因はベッセル関数で通常表される対物素子のpoint-spread function (PSF)のメインピーク周囲に見られるリップルと呼ばれる複数のサイドピークである。このリップルの無いPSFを得るには、そのフーリエ面に相当する対物がガウシアンのような明確な境界を持たない開口をもてばよい。このように、リップルを抑えるためにフーリエ面に適当なフィルタを乗ずることをアポダイゼーションとよぶ。この事を利用して、X線結像顕微鏡のフリッジノイズの除

去を目的としたApodization FZP (A-FZP)が開発された^[1,2]。この素子は、周辺部にいくにつれてゾーンが浅く、それにつれ回折効率も低下し、ガウシアンのような開口関数を持つ。このA-FZPを対物素子として用いたナノCTの測定例を図1下に、比較として、通常のFZPを対物とした場合の測定例を図1上に示す。通常のFZPの測定例では、CT像に試料境界のエッジ強調、ストリーク、像コントラストのムラなどが確認できる。一方、A-FZPによる測定例では、そういった偽像が効果的に抑えられていることがわかる。それぞれのCT値のヒストグラムを比較すると、FZPの場合はブロードなシングルピークしか確認できないが、A-FZPではこれが2つのピークに分離されており、密度分解能が向上していることが分かる。このように、A-FZPを導入することによって、効果的にナノCTの定量性を向上させることに成功した。

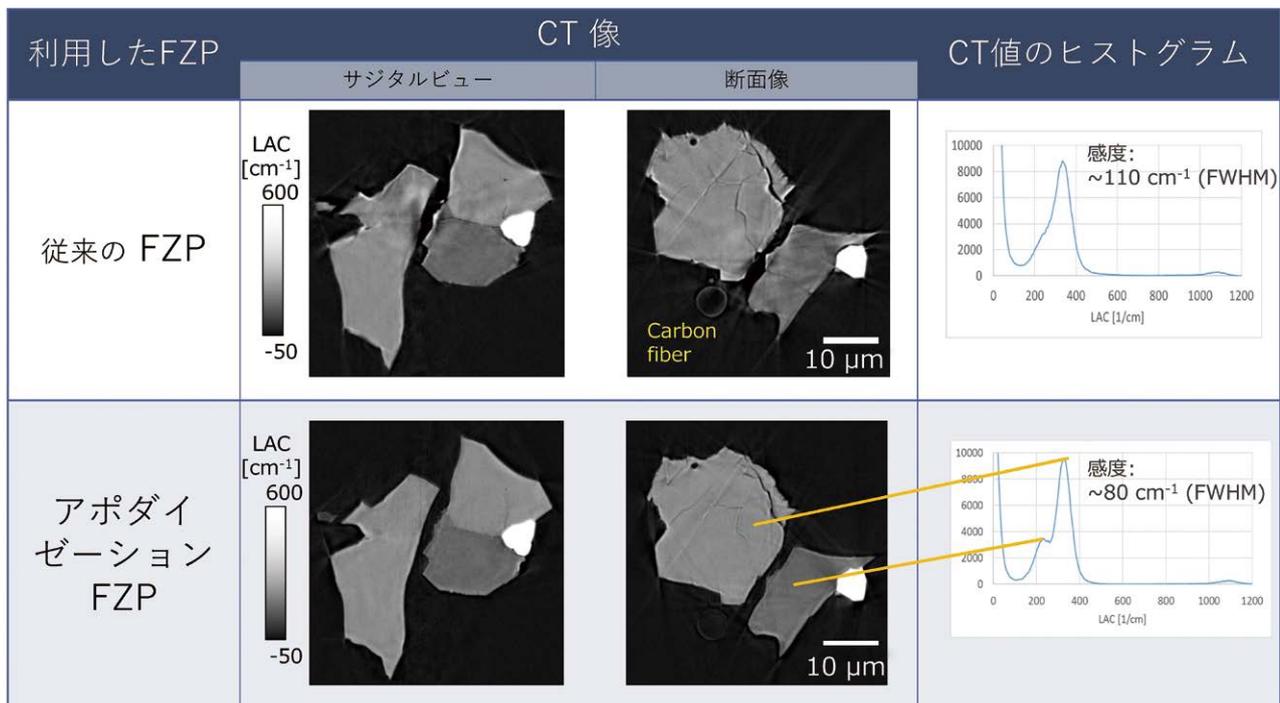


図1 X線結像CT測定例(上:通常のFZPを対物素子として利用、下:A-FZPを利用)。資料はKilabo隕石。左から、CT像のサジタルビュー、断面像、CT値のヒストグラム。X線エネルギー8 keV。1800投影、測定時間30分。

2. 硬X線光電子分光

BL47XU の硬 X 線光電子分光 (Hard X-ray Photoelectron Spectroscopy: HAXPES) では、バルク感性を生かし、広角対物レンズを用いた角度分解深さ分析法や Kirkpatrick-Baez (K-B) ミラーによる $\phi 1 \mu\text{m}$ 集光ビームを用いて、埋もれた界面における微小領域化学結合状態のイメージング計測技術が、利用研究に供されている^[3]。現在、HAXPES が利用できるビームラインは世界の大型放射光施設で数多く存在するが、本微小領域イメージング法と組み合わせた広角度分解深さ分析が可能でビームラインは SPring-8 の BL47XU のみである。また、上記の特徴を活かして、試料雰囲気 (溶液や湿潤ガス) 環境の試料を対象とした、“その場” HAXPES 計測を推進している。本稿では、2015 年度の 2 端子電圧印加機構をさらに高度化した 4 端子電圧印加計測機構と、大気非暴露計測のためのトランスファーベッセル機構の開発について報告する。

2-1 4 端子電圧印加計測機構

最近、様々なモット絶縁体物質において、電界効果で絶縁体から金属に相転移が起きることが発見され、新規

トランジスタや抵抗変化メモリ等の応用が期待されている。電界誘起金属-絶縁体転移を示す物質の HAXPES 計測時には、実際に試料が転移したことを確認するために、4 端子法を用いた電流-電圧計測を同時に行うことが望ましい。このような系の計測需要の高まりを受け、4 端子電圧印加計測機構を開発した (図2)。試料ホルダーは、汎用試料ホルダーを4つに分割し、それぞれがアルミナや空隙により絶縁された機構になっている。汎用試料ホルダーとサイズが同じであるため、真空内に常設のトランスファー機構や試料バンクを利用できる。すなわち、事前に大気圧下でセットした電圧印加試料を導入できる。また、本機構はクライオマニピュレータに搭載されているため、最低温度 20 K までの温度誘起相転移を示す物質に対しても適用可能である。

2-2 トランスファーベッセル機構

これまで、試料を大気暴露することなく、計測チャンバーに導入する必要があるリチウムイオン電池材料などの大気活性試料や、潮解性試料を対象とした研究にも HAXPES 計測の適用が望まれてきた。広範な研究分野に利用促進させるため、大気非暴露でロードロックチャンバーに接続可能であり、利便性を向上させたトランスファーベッセル機構を新たに開発した (図2)。Oリングで



図2 (a) 4端子電圧印加計測機構。試料ホルダーは汎用試料ホルダーと同じサイズである。(b) トランスファーベッセル機構。最大5試料格納可能である。

のシールを用いており、最大5試料まで格納可能である。電池材料をはじめとする活性物質の測定だけでなく、軟X線ビームラインなど、他の真空環境下で測定した試料をそのまま、HAXPES装置に持ち込んで測定するなど、さまざまな利用用途が見込まれる。

上記した2つの開発のほか、既存ユーザーや潜在的なユーザーに向け、BL47XU HAXPES装置をより理解していただくことを目的とし、HAXPESの紹介と、BL47XUのHAXPES装置を用いた実験の概要、および、実験結果の紹介を盛り込んだ紹介ビデオを製作した。SPring-8Channel (URL : <https://www.youtube.com/user/spring8channel>) にて紹介中である。

参考文献

- [1] A. Takeuchi *et al.*: *J. Synchrotron Rad.* **24** (2017) 586.
- [2] A. Takeuchi, *et al.*: *J. Phys. Conf. Series* **849** (2017) 012055.
- [3] E. Ikenaga *et al.*: *J. Electron Spectrosc. and Relat. Phenom.* **190** (2013) 180-187.

利用研究促進部門

バイオ・ソフトマテリアルグループ

上杉 健太郎、竹内 晃久

分光物性IIグループ

保井 晃、池永 英司