

## BL47XU 光電子分光・マイクロCT

### 1. 走査結像型X線CT装置の安定化および高速化

走査結像型X線CT装置 (Scanning-Imaging X-ray tomographic Microscope, 以下SIXM) は空間分解能約200 nmを達成し、試料によるX線の位相シフト量と吸収量を同時に定量計測できる3次元X線顕微鏡である<sup>[12]</sup>。8 keV前後の硬X線を利用したSIXMがSPring-8 BL47XUで現在稼働中である。

本手法は走査と結像という2通りの撮像法を組み合わせた手法であり、純粋な結像光学系と比べて、走査型特有の長所である複数モード同時測定 (ここでは位相と吸収)、高空間分解能、および高濃度 (コントラスト) 分解能という特長を持つ反面、計測時間が長いという短所も有する。典型的な測定例 (視野50  $\mu\text{m}$ 、スキャンピッチ100 nm、750投影) では1測定に約3時間必要であった。結像型CTでは同程度の計測が約10分で完了することと比較すると約10倍の開きがある。このため、条件によっては長時間測定によるドリフトの影響が無視できない場合もある。BL47XUの結像光学系では、約10時間で400 nm程度と空間分解能を超えるドリフトが発生することが分かっている。

これらの影響を軽減するため、2017年度は測定系の高剛性化と高速化、即ち実験定盤の更新と試料走査軸の更新を行った。定盤はBL47XUに既設のものよりもキャリア用搬送レールを増やすことで高剛性化を図った。これにより、計測系の上下動の抑制が期待でき、実際にドリフト量は10時間あたり上下左右とも200 nm程度にまで減少した。また、走査軸にはこれまではステッピング

モーター駆動のものを用いていたのに対して、約200  $\mu\text{m}$ のストロークを持つピエゾ駆動型ステージを新たに導入した (神津精機製B16-080。図1参照)。測定時間に関して、後者は前者と比べて、バックラッシュ補正駆動が必要ない、応答が早いといった利点を持つ。積算時間での制約はあるものの、同じような計測条件では2時間程度まで計測時間の短縮が可能になった。さらに、これにより1日あたりに計測できる試料数が増えるといった副次的効果も得られた。図2に計測例を示す。視野60  $\mu\text{m}$ 、スキャンピッチ111 nm、750投影で計測時間は約1.5時間である。

SIXMでは測定生データを処理することで初めてX線



図1 走査結像型X線CT装置の試料部

従来のモーター使用の並進ステージと回転ステージの間にピエゾステージ (神津精機製B16-080) を設置した。

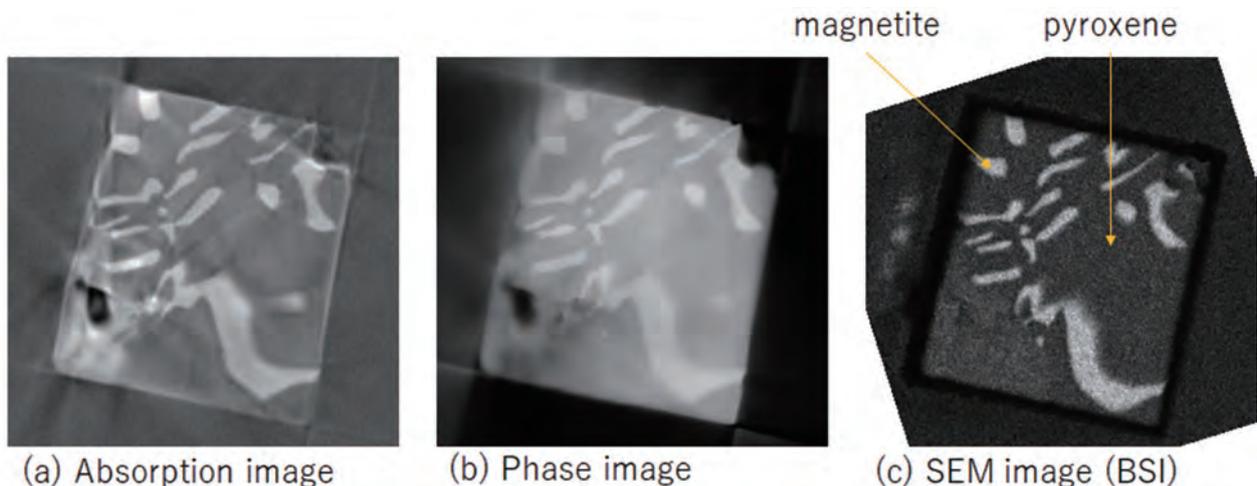


図2 走査結像型X線CTの計測例。輝石中に磁鉄鉱が分布している岩石を切り出した物。試料の一边は約20ミクロン。比較のため電子顕微鏡像も (c) として示した。

イメージデータが得られる。生データの量は1回の測定あたり50 GB-200 GB程度となり、一枚の画像を得るにも計算処理に多大な時間を要していた。これを高速に処理し画像再構成までの時間を短縮するためのソフトウェア開発を行った。すべての積層方向のデータを一度に処理することで従来は数時間要した画像処理時間が約20分程度にまで短縮された。これにより実験時間中の確認や計測へのフィードバックが可能となり、システムとしてよりユーザーフレンドリー化が進んだ。

## 参考文献

- [1] A. Takeuchi, et. al., *J. Phys. Conf. Series* 83 (2012) 083701.  
 [2] A. Takeuchi et. al., *J. Synchrotron Rad.* 20 (2013) 793.

(上杉 健太郎、竹内 晃久)

## 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、バルク感度を活かし、広角対物レンズを用いた角度分解深さ分析や、Kirkpatrick-Baez (K-B) ミラーによる $\phi 1 \mu\text{m}$ 集光ビームを用いた、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<sup>[3]</sup>。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なビームラインはSpring-8のBL47XUのみである。また、上記の特徴を活かして、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、2017年度のHAXPES実験ステーションの整備・高度化として、ビーム同軸から測定試料を拡大観察できる試料位置決め用長焦点光学顕微鏡システム

の整備について紹介する。

### 試料位置決め用長焦点光学顕微鏡システム

光電子分光では、アナライザ焦点に試料位置を合わせることで、光電子検出強度が最大となるため、3次的に最適位置を決定する必要があるが、BL47XUのHAXPES計測では、その試料位置決めが難しくなっていた。これまで、ビーム入射方向斜め $45^\circ$ 方向と、光電子アナライザ背面のビューポートの2か所からの試料観察用カメラを用いて、試料位置決めを行っていた。しかしながら、特に、K-Bミラーを用いた $1 \mu\text{m}$ 集光時には、K-Bミラー集光光学系との物理的干渉のため、ビーム入射方向のカメラに拡大レンズを取り付けることができず、その視野は300 mm程度と不十分であった。一方、光電子アナライザ側は広角対物レンズの電場補正用メッシュを通して観察するため、非常に視認性が低かった。K-Bミラーを用いた実験が年々増加しており、試料の視認性の向上が強く求められていた。

そのため、ビーム入射同軸から試料を観察することができる光学顕微鏡システムの導入・整備を行った。そのシステムを図3に示す。ビーム入射軸に対して $45^\circ$ 傾斜させた穴あきミラーを配置し、そのミラーを通してビーム入射と垂直方向のカメラより試料を観察するものである。試料観察チャンバーを経由するため、試料から300 mm以上離れた場所から観察する必要があり、長焦点光学顕微鏡システムを採用した。顕微鏡の観察倍率は可変であり、実視野 $\phi 21.6 \sim \phi 1.8 \text{ mm}$ の範囲で連続的にズームすることが可能である。上記の溶液・ガス環境セルの実験においては数十 $\mu\text{m}$ 程度の微小な「窓」を通して光電子を取り出すため、試料位置決めで数時間程度を要していたが、本システムの導入により、30分程度に大幅に短縮できた。測定位置の信頼性が増すだけでなく、これまで、試料位置決めにかかっていた時間を測定に利用できることから、データの質の向上に繋がるな

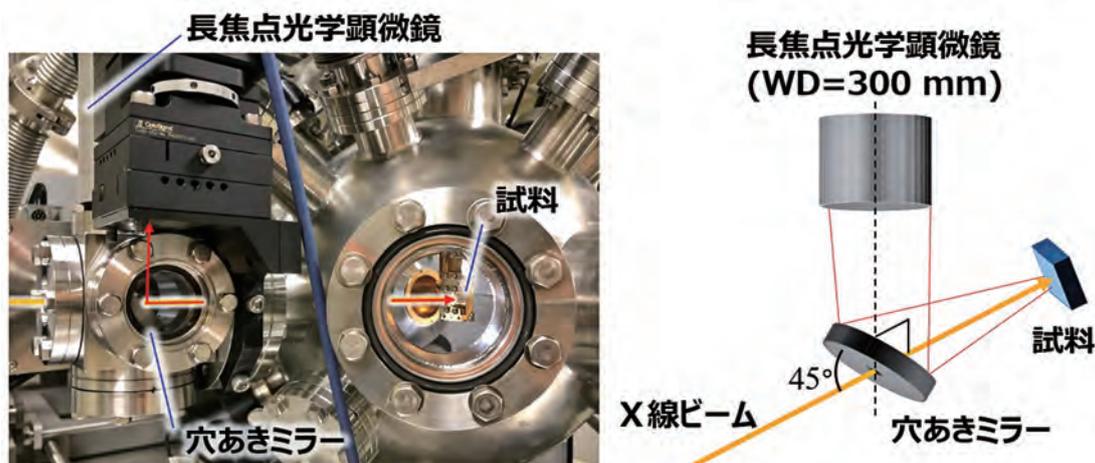


図3 試料位置決め用長焦点光学顕微鏡システムの写真と概念図

ど、ユーザビリティが飛躍的に向上した。

参考文献

[3]E. Ikenaga *et al.*: *J. Electron Spectrosc. and Relat. Phenom.* **190**, 180-187 (2013).

(保井 晃、高木 康多)

JASRI 利用研究促進部門  
イメージンググループ

上杉 健太郎、竹内 晃久

分光解析IIグループ

保井 晃、高木 康多