

X線高速/高分解能イメージングのためのキャピラリコンデンサの開発(3) Development of capillary condenser for illumination system of high-speed / high-spatial-resolution x-ray imaging (3)

清原 確^a, 大澤 澄人^a, 二位 肇^a, 半田 克巳^a, 岸田 真由子^a, 青山 朋樹^a,
鈴木 芳生^b, 竹内 晃久^b, 上杉 健太郎^b, 寺田 靖子^b, 中澤 弘基^c
Katashi Kiyohara^a, Sumito Ohzawa^a, Hajime Nii^a, Katsumi Handa^a, Mayuko Kishida^a, Tomoki Aoyama^a,
Yoshio Suzuki^b, Akihisa Takeuchi^b, Kentaro Uesugi^b, Yasuko Terada^b, Hiromoto Nakazawa^c

^a(株)堀場製作所, ^b(財)高輝度光科学研究センター, ^c(独)物質・材料研究機構
^aHORIBA, Ltd., ^bJASRI, ^cNIMS

結像型 X 線顕微鏡は、生体器官や細胞などの生物試料や各種材料の微細構造分析、電子デバイスの故障解析など様々な分野で利用されている。しかし、CT 測定や高速イメージングへの応用においては光量不足が障害となっている。光量不足を解消するためには照明用全反射型キャピラリが有効であることが、課題番号 2010B1763 の実験において実証できたが、長時間照射によって像がぼけるという問題が見つかった。今回、キャピラリ周辺を He 置換し、その効果を評価した結果、通常 2, 3 時間で像がぼけるのに対し、He 置換することで 10 時間照射しても像がぼけないことが確認できた。本実験により耐久性面でもキャピラリの有効性を示すことができた。

キーワード： X 線顕微鏡, キャピラリ, X 線導管, 全反射, CT 測定

背景と研究目的：

X 線顕微鏡は微小領域を非破壊で迅速に測定でき、電子デバイスなどの故障解析や鑑識、生物試料などの分析において広く利用されている。(株)堀場製作所では X 線顕微鏡の集光素子として全反射型キャピラリコンデンサ (以下、キャピラリ) の開発に注力しており、キャピラリを組み込んだ卓上型 X 線顕微鏡装置を製品化している。しかし、キャピラリは放射光での利用実績がない。キャピラリは内径が ϕ 十~数百 μm のガラス管である。X 線を内面で全反射させて集光する素子であることから、X 線導管(X-ray Guide Tube:XGT)とも呼ぶ。卓上型 X 線顕微鏡の空間分解能は光源の大きさによって決まる。卓上型 X 線顕微鏡では光源として X 線管を用いているため、焦点サイズが ϕ 数十 μm ~数 mm と大きく、かつ発散光源なので空間分解能を 1 μm 以下にすることは難しい。一方、放射光を利用した結像型 X 線顕微鏡では空間分解能が対物レンズで決まる。対物レンズに FZP[1]を用いれば、50 nm 以下の空間分解能を得ることが可能である。しかし、光量が不足するため CT 測定や高速でのイメージングが困難であった。

結像型 X 線顕微鏡の照明にキャピラリのような全反射型の光学素子を用いて顕微鏡像を撮影し、その有効性の評価を進めている。前回の実験 (課題番号 2010B1763) では、従来使用していた FZP コンデンサプレートに比べ 22 倍の光量を得ることに成功した。これにより CT 測定を高速化し、マイクロ~ミリ秒での高速/高分解能イメージング実現へ大きく貢献した。しかし、キャピラリに長時間放射光を照射すると Far Field での集光像 (以下、Far Field 像) がぼけることが確認されており、焦点位置における焦点サイズの増大・輝度の低下が懸念されている。Far Field 像のぼけは、放射光によってチャージアップされた空気中の埃がキャピラリ内表面へ付着することが原因であると考えている。このため、キャピラリを密閉容器内(図 1)に設置し He 置換した状態で放射光を長時間照射してぼけが発生するか否かの評価を行った。

また、比較的アライメントが容易であるキャピラリは放射光用集光素子として大変魅力的であるが、集光素子としては焦点サイズが大きいという問題点がある。ワーキングディスタンス(以下、WD)300 mm で、焦点サイズが ϕ 10 μm (FWHM)以下であることが放射光用集光素子として望ましいが、前回の実験では焦点サイズが ϕ 20 μm ~40 μm (FWHM)であった。そこで今回、前回製作したキャピラリよりも理論上焦点サイズが小さいキャピラリを製作し、集光状態の評価を行った。



図 1. He 置換用密閉容器

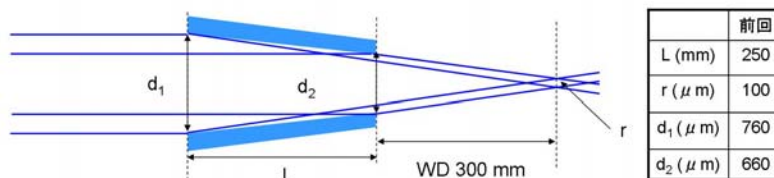


図 2. キャピラリ設計形状（前回実験 2010B1763）

実験及び結果：

1. キャピラリ耐久性評価

前回の実験に際し製作したキャピラリを使用し、キャピラリに長時間放射光を照射し耐久性を評価した。キャピラリの形状は図 2 のような線形テーパである。

長時間照射による影響をわかりやすくするため、図 3 のように Far Field（キャピラリの出射端から 800 mm 離れた位置）での X 線強度分布を CCD カメラ（C4742-98, 浜松ホトニクス）にて測定した。X 線のエネルギーは 8 keV、ビームの発散角は 5×10^{-6} rad であり、キャピラリに入射する X 線はディフューザーを通すことで光量のバラツキを小さくした。

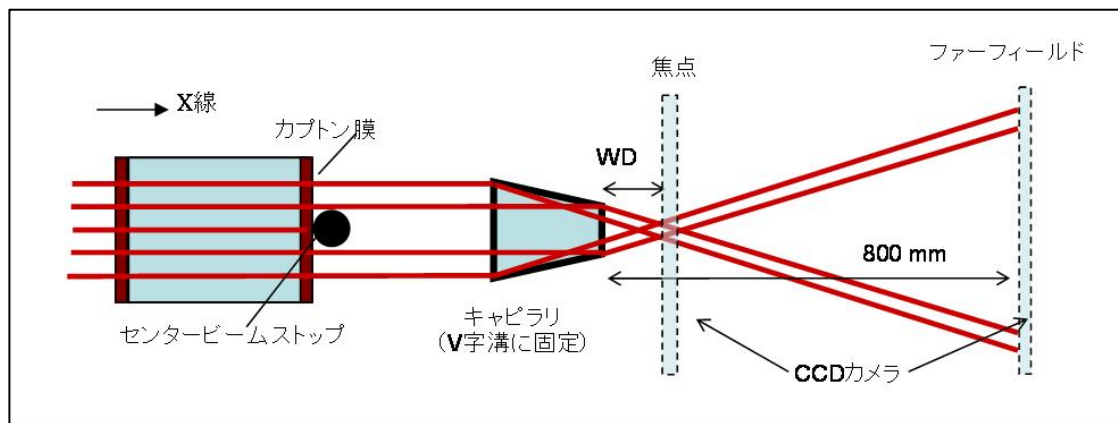


図 3. キャピラリ集光状態評価体系

まず、開放型での影響を確認するため空気中で長時間放射光を照射し、経過時間と Far Field 像のぼけを確認した(図 4)。図 4 で示した Far Field 像上に現れている円状の像（以下、リング）は、キャピラリの各断面で全反射した X 線が、一旦焦点に集光した後広がった状態の像である。図 4 では、これらのリングがキャピラリの曲がりによって分離している。通常はキャピラリを矯正して Far Field 像上のリングを中心に集めるが、今回は像の微細構造の比較を行うため矯正を行わず、意図的にリングを分離させた。空気中では 4 時間の放射光照射によって Far Field 像のぼけが発生することがわかった。次にキャピラリを取り外し、内面をエタノールで洗浄して乾燥させた後、図 1 の容器内にキャピラリを設置し、He で置換しながら長時間放射光を照射し、Far Field 像のぼけを確認した。He 置換下では 4 時間照射しても Far Field 像はぼけず、さらに 10 時間照射しても Far Field 像にほぼ変化がないことがわかった(図 5)。He 置換によって、放射光長時間照射に対してキャピラリが耐久性を保持できることを実証できた。

2. 微小焦点サイズキャピラリの評価

より微小な焦点サイズを目指し、2 種類の線形テーパ形状(図 6 の①②)のキャピラリを製作した。キャピラリの集光状態を評価するため、まず図 3 のように Far Field での X 線強度分布を前述の CCD カメラにて測定し、キャピラリを矯正して Far Field 像上に現れる複数のリングを中心に付近に集めた。次に、WD を 200 mm ~ 400 mm の間で変え、X 線強度分布を同じ CCD カメラで測定し、強度が最も高い WD を特定した。

キャピラリの集光状態（集光強度・焦点サイズ）測定結果を表 1 に示す。表 1 で示した通り、目標としていた焦点サイズ（ $\phi 10 \mu\text{m}$ 以下）を有したキャピラリはなく、前回製作したキャピラリと同程度の焦点サイズであった。

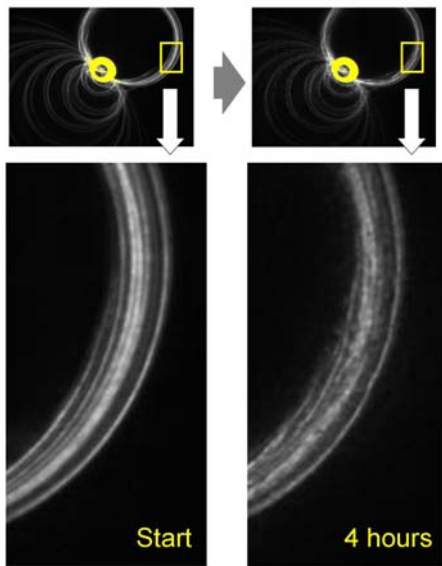


図 4. Far Field 像 (空气中照射)

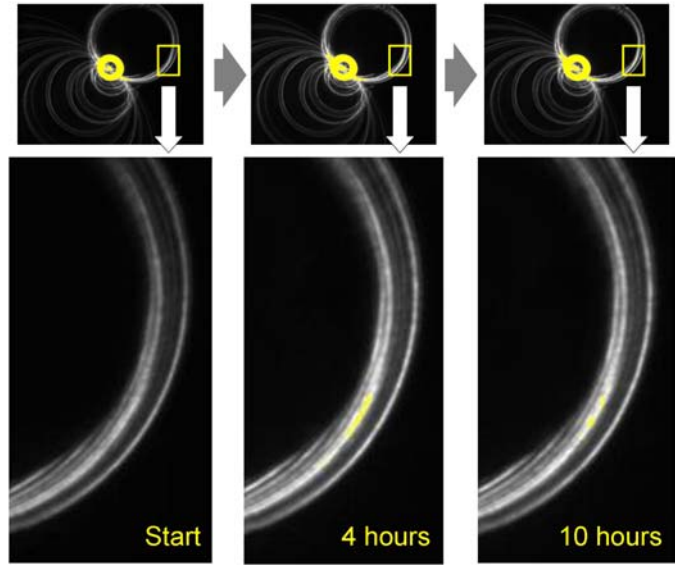
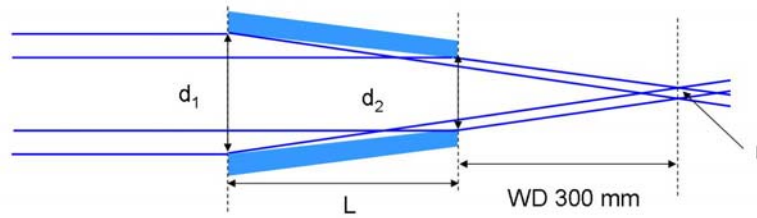


図 5. Far Field 像 (He 置換下照射)



	①	②
L (mm)	200	200
r (μm)	75	50
d ₁ (μm)	675	450
d ₂ (μm)	525	350

図 6. キャピラリ設計形状

表 1. 集光状態評価結果

素子No.	形状	WD (mm)	強度 (対直接光比)	FWHM (μm)
012	①	400	14.3	39.1
014	①	300	13.4	45.9
018	①	150	10.6	48.1
030	①	300	13.3	37.6
031	①	300	13.1	47.1
013	②	250	9.2	31.5
025	②	200	10.5	33.1
027	②	250	9.8	30.8
029	②	200	9.5	31.4
032	②	200	15.4	40.2

※最も高い強度の得られたWDでの測定結果を示している

考察及び今後の展望：

1. キャピラリ耐久性評価

今回実験に用いたビームライン(BL20XU)は、単色性は高いが強度は一般的なビームラインより低い
ため、他のビームラインでも同様の耐久性があるかどうかは未知である。今後、高強度ビームでの耐
久性評価を行う必要がある。

2. 微小焦点サイズキャピラリの評価

キャピラリ①②ともに理論上、前回製作したキャピラリより焦点サイズの小さい形状で製作した。
しかし、結果として焦点サイズは前回製作したキャピラリと同程度であった。その原因として、キャ
ピラリ内表面の表面粗さおよび内面形状のうねりによって焦点サイズが増大し、 $\phi 20 \mu\text{m}$ 以下に集
光できていないことが考えられる。

キャピラリ製作時に表面粗さ及びうねりを軽減すべく、製作装置の開発を継続して行う。そして、
 $\phi 10 \mu\text{m}$ 以下に放射光を集光し、かつ安定した十分な集光強度が得られるキャピラリ製作を目指し、
引き続き評価を行っていく予定である。

参考文献：

- [1] Yoshio Suzuki, Takeuchi Akihisa, Hidekazu Takano, and Hisataka Takenaka, Japanese Journal of Applied
Physics, Vol.44, No.4A, 2005, 1994-1998