

コンパクト Ge 分光器の開発と放射光イメージングへの応用

米山 明男¹、馬場 理香²、河本 正秀¹

¹九州シンクロトロン光研究センター、²(株)日立製作所研究開発グループ

当センターにおけるマイクロ CT の計測時間短縮を目的として、コンパクトな Ge 分光器を開発した。マイクロ CT 向けに小型の Ge 結晶 ($30 \times 35 \text{ mm}^2$) を平行二結晶配置とし、He 置換用にアクリル製筐体とすることで運搬可能なサイズ(全長 500 mm)と重量を実現した(図 1)。BL07 の光学ハッチで評価した結果、エネルギー 10 keV において従来比 10 倍の光子束密度 ($2 \times 10^9 \text{ ph/mm}^2/\text{s} @ 200 \text{ mA}$) が得られ、マイクロ CT の計測が 30 分で可能になった。さらに、エネルギースキャンと投影撮像と組み合わせることで、空間分解能 5 ミクロンのマイクロイメージング XAFS も新たに可能になった(図 2)。

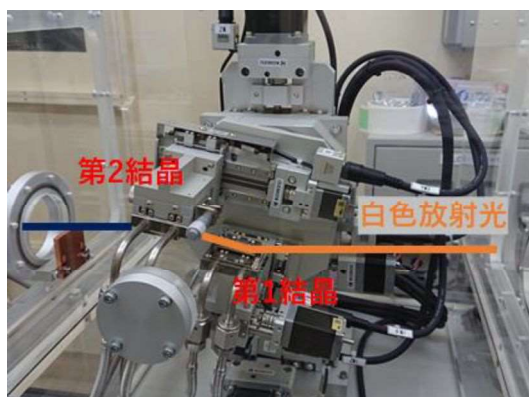


図 1 コンパクト Ge 分光器の写真

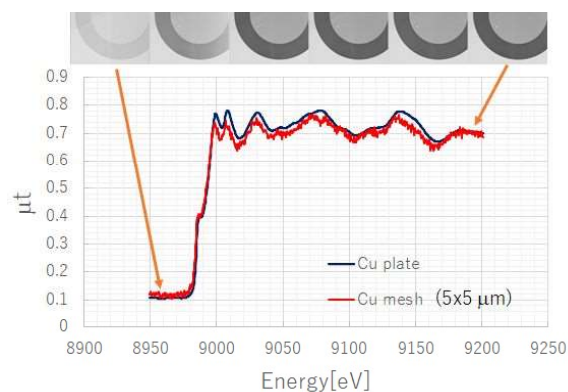


図 2 Cu メッシュのμイメージング XAFS

コンパクトGe分光器の開発と放射光イメージングへの応用

米山 明男¹、河本 正秀¹、馬場 理香²

¹九州シンクロトン光研究センター

²(株)日立製作所研究開発グループ



概要

九州シンクロトン光研究センターにおけるマイクロX線CTの計測時間短縮を目的として、コンパクトなGe分光器を開発した。マイクロCT向けに小型のGe結晶(30x35 mm²)を平行二結晶配置とし、従来の真空用金属筐体に替えてHe置換用アクリル製筐体とすることで運搬可能なサイズ(全長500 mm)と重量(<20 kg)を実現した。BL07の光学ハッチで評価した結果、エネルギー10 keVにおいて従来比15倍となる光子束密度(3x10⁹ ph/mm²/s @200 mA)が得られ、マイクロCTの計測が30分で可能になった。さらに、エネルギースキャンと投影撮像を組み合わせることで、空間分解能5ミクロンのマイクロイメージングXAFSも新たに可能になった。

1. 背景と設計コンセプト

当センターにおけるマイクロCTの計測時間は約3時間で、1日あたり3サンプルしか計測できず、ユーザーから時間短縮の強い要望が寄せられている。そこで、時間短縮(光子束密度の増強)を目的として以下の項目について検討し、新たに可搬型のコンパクトなGe分光器を開発した。

- 必要なビームサイズ: 最大2 mm角
->光源に近づけられる: **光学ハッチに設置**
- 光学ハッチの白色では放射線損傷が大きい
->単色or準単色利用が不可欠
- 多層膜ミラーは高額かつサイズが大きい
->できるだけ**明るい結晶分光器(Ge(111)利用)を採用**
- 従来の実験系を阻害しない
->利用時のみ設置可能な**可搬型**
- 低エネルギー(<7 keV)の利用はない
->真空でなく**He置換**(軽量化も同時に実現)
- ウィグラーの熱負荷に対応
->結晶に**水冷機構**を設ける
- 定位置出射の実現
->従来の分光器と同様な**平行配置構成**の機構
(主軸、第1Δθ、第2チルト、第2Y)

2. 分光器の基本構成と仕様

開発したGeコンパクト分光器の3D構成図と写真を図1に、主な仕様を表1に示す。基本的な構成は従来の平行配置二結晶分光器と同一であり、主軸となるθステージ上に、

(1) 第1結晶と位置決めステージ群(Z及びΔθ軸)(ピンク色)

(2) 第2結晶と位置決めステージ群(Y及びチルト軸)(緑色)

が搭載されている。回転中心は第1結晶上9 mmの位置にあり、第2結晶を光軸に沿って(Y軸)調整することで、定位置出射を実現している。主軸は大型のX及びZステージに搭載されており(水色)、光軸に対してリモートで入射位置を調整することができる。本体はBL07光学ハッチに常設された光学定盤上の光学レールに取り付ける構成となっており、レール上をスライドすることでY軸(光軸)方向に手動で位置を調整することができる。

結晶のサイズは32 x 30 mm²で、それぞれ板バネにより銅製の水冷ブロックに固定されている。主軸の可動範囲は6度~18.5度であり、Ge(111)の回折を利用した場合、エネルギー範囲は6~20 keVとなる。また、10 keVにおける設計上の観察視野はH20 x V5 mm²であり、マイクロCTには十分なサイズとなっている。

Ge結晶の放射線損傷回避と低エネルギーX線の透過率を確保するために、分光器全体を金属製の真空容器に封入するのではなく、He置換用アクリル製筐体で全体を覆う構成とし、運搬可能なサイズL500 x H500 x W600 mm³、及び総重量20 kg以下を実現している。

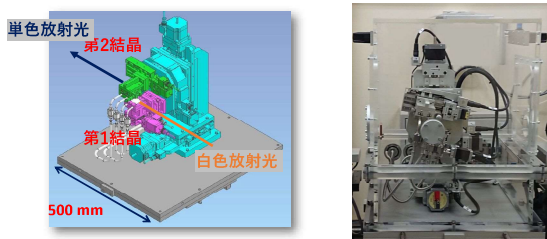


図1 Geコンパクト分光器の構成(左)と写真(右)。He置換とすることにより運搬可能な小型かつ軽量な分光器を実現した。

表1 コンパクトGe分光器の主な仕様

| 分光結晶 | Ge(111) |
|--------|--------------------------------|
| 主軸可動範囲 | 5~18.5度(6~20 keV) |
| 結晶サイズ | 30 x 35 mm ² |
| ビームサイズ | 最大20 x 5 mm ² (HxV) |

3. 光子束密度の評価結果

コンパクトGe分光器利用時の光学ハッチにおける光子束密度I_{opt}と、標準シリコン分光器利用時の実験ハッチ上流(イメージング定盤)及び下流(XAFS定盤)における光子束密度(I_{exp1}及びI_{exp2})を、イオンチャンバーの起電流から評価した結果を図2に示す。いずれの値も蓄積電流200 mA時に補正してある。この結果から、I_{opt}は10 keVにおいてI_{exp1}の15倍となる3x10⁹ cps/mm²となっており、KEK PF BL14 C並の強度に向上したことがわかる。

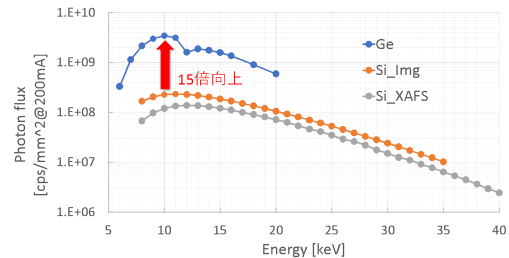


図2 光学ハッチ及び実験ハッチにおける光子束密度。コンパクトGe分光器により、10 keVにおいて15倍まで向上した。

4. マイクロCT及びマイクロイメージングXAFSの結果

光学ハッチにマイクロCT撮像系を設置し、コンパクトGe分光器による単色放射光を利用して、マイクロCT及びマイクロイメージングXAFSの試用実験を行った。図3にエネルギー9 keVによりトルコキキョウの種(県農業試験研究センター御提供)を観察した結果を示す。計測時間が従来の1/6となる30分であるにも関わらず、高精細な3次元像の取得に成功した。

図4(上)にAu及びCuメッシュ(1500 LS/inch)を対象として、X線のエネルギーをステップスキャンしながら透過像を計測した結果を示す。スキャン範囲は8950~9200 eV、送りは0.37 eV、各露光時間は2秒である。CuのK吸収前後でCuメッシュの透過率が大きく変動している。図4(下)に同データのCuメッシュ基部(10 x 10画素~15 μm角)とメッシュ領域(4x4画素~6 μm角)の強度変化(XAFSスペクトル)を示す。吸収端のブリエッジが明瞭であり、且つ9200 eVを超えてもXAFSによる強度変動を捉えることができている。ミクロンオーダーの空間分解能で化学状態を解析可能なことが判る。



図3 トルコキキョウ種の3次元像

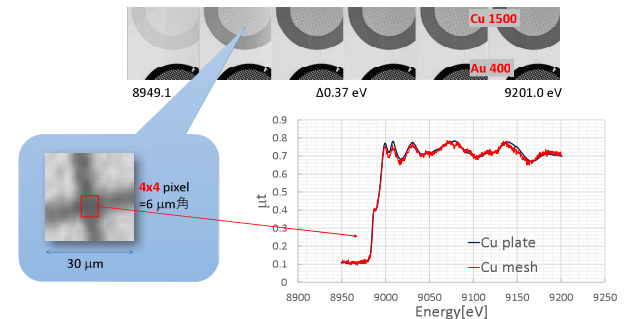


図4 Au及びCuメッシュの投影像(上)と、同XAFSスペクトル(下)

5. まとめ

当センターにおけるマイクロX線CTの計測時間短縮を目的として、コンパクトなGe分光器を開発した。光子束密度を従来の15倍に向上でき、高精細なマイクロCT計測が30分で可能になった。また、マイクロイメージングXAFSも新たに可能になった。今後は定位置出射の自動制御追加等の整備を行い、ユーザーの一般利用に供する予定である。