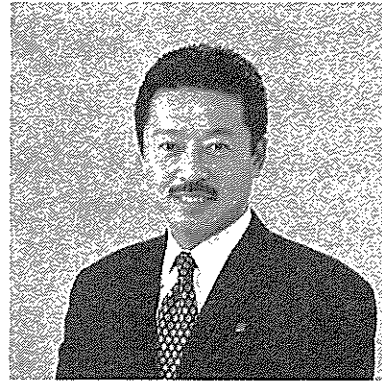


X線導管による走査型X線分析顕微鏡

研究者	中澤弘基	科学技術庁無機材質研究所 総合研究官
開発企業	堀場厚	株式会社堀場製作所 代表取締役社長
推薦者	木村茂行	科学技術庁無機材質研究所 所長)



中澤弘基氏



堀場厚氏

1. 技術の背景

X線を物質に照射すると、回折、蛍光、吸収、散乱現象が生じ、これらの現象から構造や組成に関する多くの情報が得られる。また、X線は、電子線に比べ、透過力が大きいために、真空雰囲気や薄片処理・導電性処理が不要であるなど試料にかかる負担が小さいといった特徴があり、X線分析は計測技術の中で重要な位置を占めている。しかし、X線は発生点と被照射体の距離の二乗に逆比例して急速に減衰し、さらに、X線を集光するレンズなどの光学素子が無いために、試料の照射強度が不十分となり、微小領域のX線分析及び顕微画像化法は、これまで要望はされていたが未解決のまま残されていた。

2. 技術の概要

本技術は、X線を回転放物面体のガラス細管内壁の全反射により集束し、試料に導き、その試料からの回折、蛍光、吸収、散乱の各X線強度を測定し、ステージを移動して走査することにより、それらの強度分布を画像として得る走査型X線分析顕微鏡に関するものである。

X線は極めて滑らかな表面を有する物質に対して臨界角（数ミリラジアン）以下で照射されるとき全反射を起こす。本研究者は、この全反射の現象に着目して、ガラス管壁に沿ってX線を集束させるX線導管（XGT：X-ray Guide Tube）の考案により、微小領域への高利得の照射強度を実現し、画期的なX線分析顕微鏡の実験機を試作した。さらに、本開発企業は実用化の上で困難であったX線導管（図1）の製造技術を確立し、ユーザー嗜好にあった卓上式の走査型X線分析顕微鏡の製品化に成功した（写真1）。その詳細は以下のとおりである。

① X線導管はガラスキャピラリ製で、熔融ガラスから線引きして作製する。熔融ガラスが冷却したときにできる非常に滑らかな表面を利用し、さらに、線引き条件を調整することにより、内面形状を回転放物面状に制御して集光能力の向上が可能となる（図2）

これにより、内壁の粗さ約1 nm程度に成形でき、10 μm以下の高輝度微細束X線ビーム径を実現するX線導管の作製手法を確立した。

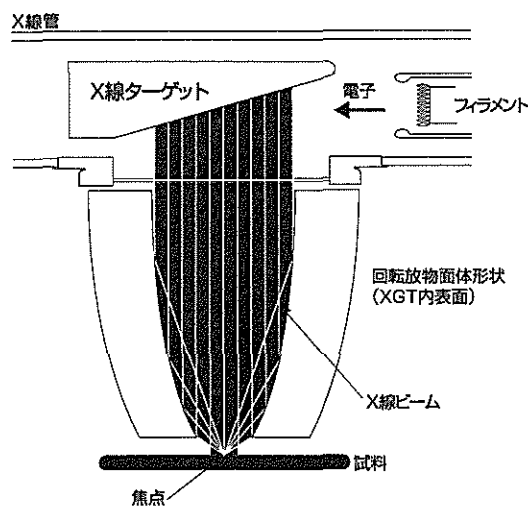


図1 X線導管によるX線集束の原理

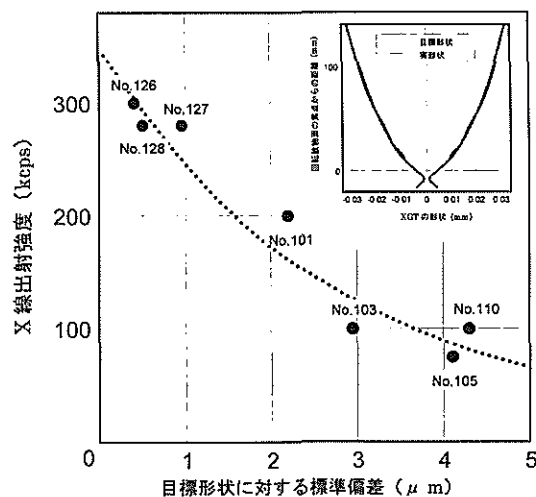


図2 X線導管のX線出射強度と目的形状に対する標準偏差との関係

- ② 検出器は、微細束ビームの照射により生じる2次X線が微弱なため高い検出感度が要求される。蛍光X線の検出器には電極を改良したSi半導体検出器を用いて優れたエネルギー分解能で計測し、かつ高速で信号処理させることにより蛍光X線画像の生成時間を短縮した。また、透過X線の検出器にはNaIシンチレーション検出器を用いて測定の高効率化がなされ、このために透過X線による画像は高画質のものが得られた。蛍光X線及び透過X線の画像は操作信号と各検出器信号をもとにコンピュータで復像することにより、同時に計測、表示ならびにデータ処理を行う。
- ③ X線導管、蛍光X線検出器及び試料のX線照射位置を確認するための光学顕微鏡を分析プローブとして一体で収納している。さらに、X線発生部（X線管と駆動用の高圧電源回路）をユニット化することにより、操作性の向上と装置全体の小型化が可能になった（図3）。

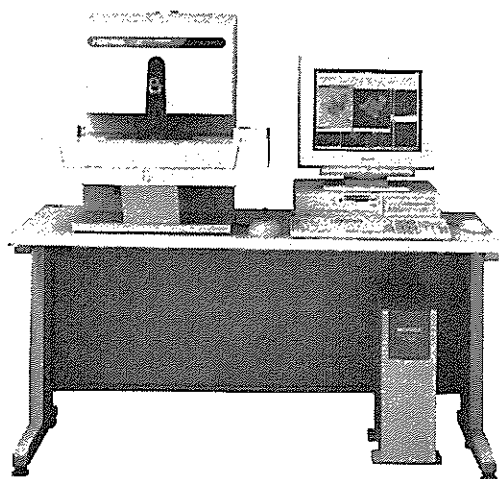


写真1 走査型X線分析顕微鏡の概観

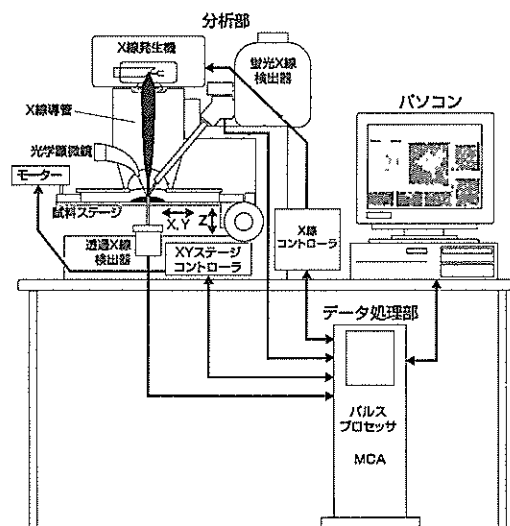


図3 X線分析顕微鏡のシステム概念図

3. 効果

本装置は、X線の分析機能と顕微鏡機能を備えた世界初の製品である。本装置は、卓上式でありながら、 $10\mu\text{m}$ 以下の二次元分解能を有する。電源は商用AC100ボルトのコンセントを使用し、X線管は小型小電力のため空冷式であり、Si検出器の冷却には使用時のみ液体窒素を補給すればよく、保守性に優れ稼働費用も少なく済む。測定時間は80秒程度から、あるいは、分析元素の濃度が低い場合などのように、分析要求の内容によっては数時間から数日の連続での測定も可能であり、試料の観察も元素の分析も一台で簡便に行うことができる。

こうした特徴により、金属、セラミックス及び複合材料等の新材料の研究開発、半導体工学における不純物元素の分析、高分子等の構造解析研究、医学・生物学の研究などに広く利用されているほか、地質分析、文化財等の希少品の非破壊鑑定、科学捜査や鑑識による防犯検査など多用途に波及の広がりを見せはじめている（図4、図5参照）。

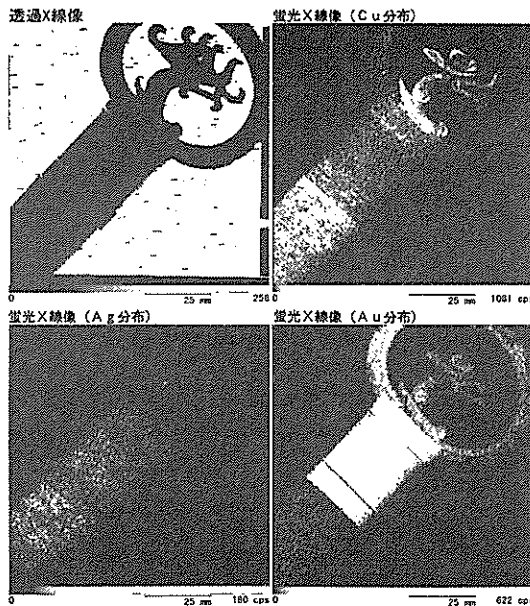


図4 環頭太刀(古墳出土品)の分析像

6世紀中葉又は後半、古墳時代の遺物で岡山県山陽町で発掘された「岩田第14号墳出土環頭太刀」です。銅地に金が張られ、楕円形の環頭中央に側方に向けた龍頭首が配置され、外観に龍身が表現されています。貴重なサンプルも前処理せずにそのまま分析できます。

(分析領域: $100 \times 100 \mu\text{m}$)

試料ご提供: 山陽町郷土資料館・元興寺文化財研究所

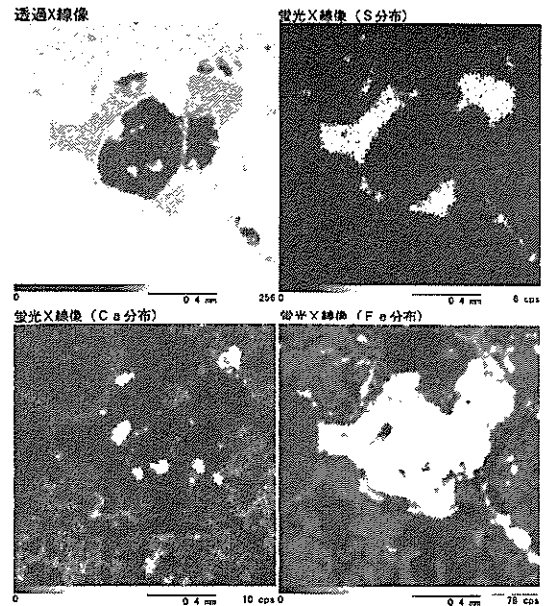


図5 コンドライト隕石(原始的隕石)の分析像

オーストラリアのムラビー地方に1965年に落下した隕石を分析。硫化物(FeS)と金属合金中の主要元素や微量に含まれる元素の量や分布を調べることで、これらの組織の形成環境(温度・圧力等)を推測できます。

(分析領域: $1.5 \times 1.5 \text{mm}$)

試料ご提供: 大阪大学大学院 理学研究科宇宙地球科学専攻 土山 明先生