

パラメトリック X 線放射を用いた画像取得における X 線トポグラフの影響

INFLUENCE OF X-RAY TOPOGRAPH FOR IMAGE ACQUISITION USING PARAMETRIC X-RAY RADIATION

稲垣 学^{#,A)}, 野上 杏子^{A)}, 早川 恭史^{A)}, 早川 建^{A)}, 田中 俊成^{A)}, 境 武志^{A)}, 中尾 圭佐^{A)}, 佐藤 勇^{B)}
 Manabu Inagaki^{#,A)}, Kyoko Nogami^{A)}, Yasushi Hayakawa^{A)}, Ken Hayakawa^{A)}, Toshinari Tanaka^{A)}, Takeshi Sakai^{A)},
 Keisuke Nakao^{A)}, Isamu Sato^{B)}

^{A)} Laboratory for Electron Beam Research and Application, Nihon University

^{B)} Advanced Research Institute for the Sciences and Humanities, Nihon University

Abstract

The X-ray beam from the parametric X-ray radiation (PXR) generator composed of a double-crystal system at the Laboratory for Electron Beam Research and Application (LEBRA) in Nihon University has been applied to the wavelength dispersive X-ray absorption fine structure (DXAFS) measurement. The diffraction pattern (topograph image) occurred when the Si(220) target crystal which had a partly wedge-shaped cross-section with symmetric plane on one side and asymmetric plane on the other was used. The dependence of X-ray topograph by the angle and the position of the incident electron beam on the target crystal and by the angle of the second crystal, additionally the influence of X-ray topograph in XAFS measurement were investigated. As the results, although the topograph image was dependent on the angle and the position of the incident electron beam on the target crystal, it was not dependent on the angle of the second crystal. Moreover there was no influence of the topograph image in the XAFS measurement.

1. はじめに

日本大学電子線利用研究施設(LEBRA)においては、125 MeV 電子線形加速器を使用して新しい X 線源であるパラメトリック X 線放射(PXR)を運用している^[1]。LEBRA-PXR システムは 2 枚の結晶を使用してエネルギー可変な単色 X 線ビームを発生させており、第一結晶は X 線の放射源であるターゲット、第二結晶は X 線輸送の役割を果たしている。PXR からの X 線ビームは、Bragg の回折条件をほぼ満たして発生する。つまり、入射電子ビームに対してターゲット結晶を回転させれば X 線エネルギーを自在に操れる。この X 線ビームはコヒーレンスが良く、水平方向に一次関数的なエネルギー(波長)分散をもっている。この特性を利用して、波長分散型 X 線吸収微細構造(DXAFS)測定や回折強調型位相コントラストイメージング(DEI)などの研究に応用されている^[2-5]。LEBRA-PXR システムの主なパラメータを表 1 に示す。

LEBRA-PXR システムの結晶は、主に Si(111)および Si(220)を使用している。また、PXR の特性を調べるために、結晶の形状も多種多様なものを試している。ここで、楔形の Si(220)結晶を用いた場合に回折像(トポグラフ)と思われる模様が X 線ビームに現れた。PXR から発生した X 線ビームを用いた画像取得は、試料を透過した X 線を検出器で測定する手法である。このため、トポグラフ像の影響は試料の構造を解析するにあたり厄介な存在となる。したがって、ターゲット結晶に入射する電子ビームの角度(X 線エネルギー)および位置、第二結晶の角度

Table 1: Specifications of the LEBRA-PXR system

<u>Linac</u>	
Electron energy	100 MeV
Acceleration frequency	2856 MHz
Macropulse beam current	120 - 135 mA
Macropulse duration	4 - 10 μ s
Macropulse repetition rate	2 - 5 pps
<u>PXR generator</u>	
First (target) crystal	Si(111)、Si(220)
Second (reflector) crystal	Si(111)、Si(220)
X-ray energy region	
Si(111)	4.0 - 21 keV
Si(220)	7.0 - 34 keV
<u>X-ray exit port</u>	
Window material	125 μ m thickness polyimide film
Aperture diameter	100 mm
Distance from source point	\sim 7.34 m
Total X-ray photon rate	$10^6 - 10^8$ /s

によるトポグラフ像の依存性、さらに XAFS 測定における影響も調べた。

2. 実験方法

ターゲットには楔形の Si(220)結晶を使用した。楔形ターゲット結晶の場合、電子ビームに対して垂直方向にターゲット結晶を移動させることにより、電子ビームの入射位置をターゲット結晶の対称面および非対称面に変更することができる。入射電子ビームに対するターゲット結晶の角度を変化させ、X 線エネルギーにおけるトポグラフ像の振る舞いを

[#] inagaki@lebra.nihon-u.ac.jp

調べた。LEBRA-PXR システムはターゲット結晶から X 線取り出しポートまでの距離 L が 7.34 m あり、PXR ビームは X 線取り出しポートから大気中に出る。検出器にはイメージングプレート(IP)を用い、X 線取り出しポートの直後に設置した。実験のセットアップ概略図を図 1 に示した。

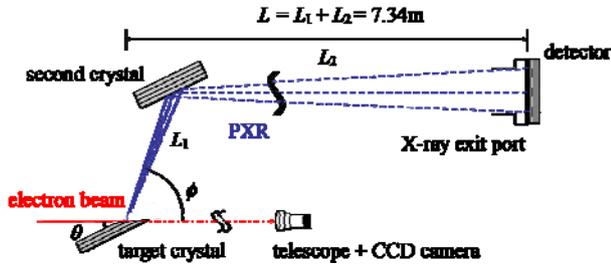


Figure 1: Schematic setup for the measurement of the topograph image and the electron beam position on the target crystal.

3. 実験結果

3.1 X 線エネルギーとトポグラフ像

PXR の X 線エネルギーを 7.0、8.0、10.0、12.0、14.0、16.0、18.0、20.0、22.0、24.0、26.0、28.0、30.0、32.0、34.0 keV と変更して、トポグラフ像の変化を調べた。電子ビームの入射位置はターゲット結晶の非対称面にした。明度に関しては対数化したネガ像として表した。またトポグラフ像が明確になるようにコントラストを調整している。撮像時間は X 線エネルギーによって異なるが 5 - 10 分である

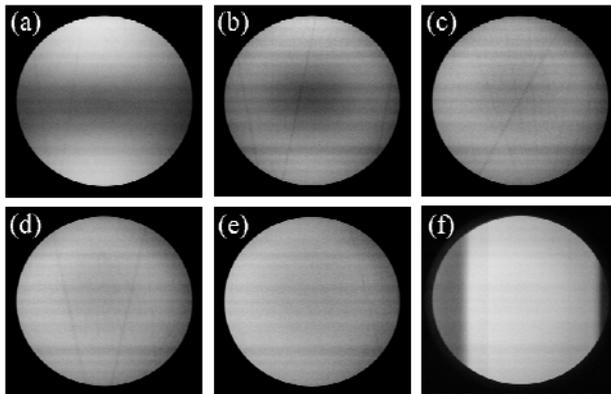


Figure 2: The topograph images at each PXR energy. (a) 7.0 keV, (b) 12.0 keV, (c) 18.0 keV, (d) 22.0 keV, (e) 28.0 keV, (f) 34.0 keV.

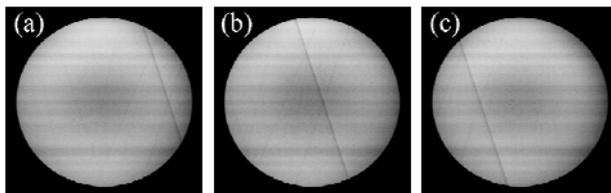


Figure 3: The topograph images; the PXR energy is (a) 14.0 keV, (b) 14.25 keV, (c) 14.5 keV.

(図 2)。次に、トポグラフ像が明瞭に現れた X 線エネルギー 14.0 keV に着目した。撮像時間は 10 分である(図 3)。14.0、14.25、15.0 keV に X 線エネルギーを変化させると、トポグラフ像もそれに応じてシフトしていることが確認できた。これらの結果から、トポグラフ像は X 線エネルギーに依存して変化していることがわかった。

3.2 ターゲット結晶面とトポグラフ像

ターゲット結晶上の電子ビーム入射位置の違いにおけるトポグラフ像の変化を調べた。ターゲット結晶は厚さ 0.2 mm の対称平板結晶のエッジ部分を楔状にして、その傾斜面が非対称面になるようにしたもので、楔の傾斜角は 6.5 deg. である(図 4 左)。PXR の X 線エネルギーは 14.25 keV である。明度に関しては対数化したネガ像、またトポグラフ像が明確になるようにコントラストを調整している。撮像時間は電子ビームの入射位置によって異なるが 10 - 15 分である(図 4 右)。

電子ビームを非対称面に入射させた場合はトポグラフ像(図 4(a)(b))に変化はなかった。しかし、対称面と非対称面の境界(図 4(c))および対称面(図 4(d))に入射させた場合は、非対称面に入射させた時に比べてトポグラフ像が低エネルギー側(左方向)にシフトしていた。ここで図 4(a)と(d)において、トポグラフ像のシフトは約 5 mm であった。つまり、同じ X 線

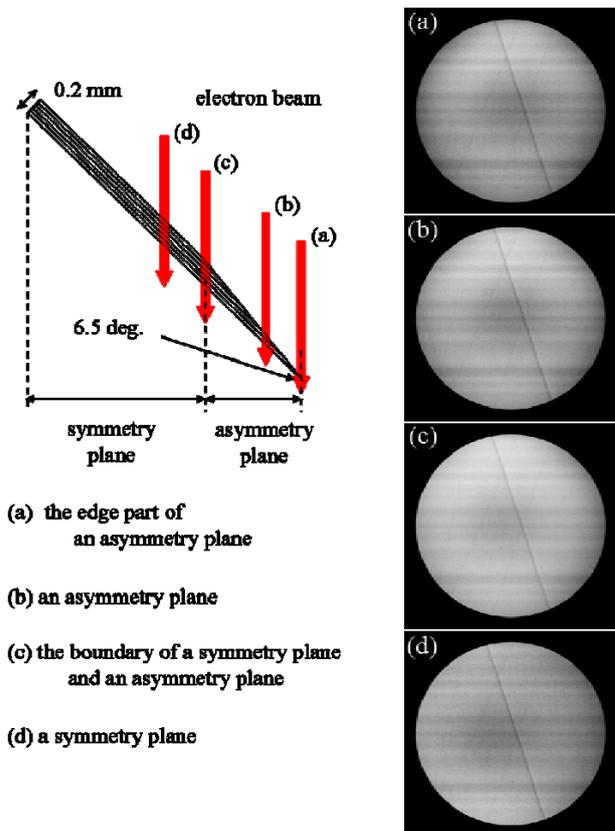


Figure 4: The position of the incident electron beam on the target crystal (left), and the topograph images at each position (right). The PXR energy is 14.25 keV.

エネルギーでも、ターゲット結晶面の違いによってトポグラフ像の出現する位置が多少ずれることがわかった。この結果は楔の傾斜角 6.5 deg.に関する現象、あるいは電子ビームが対称面に入射した場合に PXR が対称面および非対称面の両面から発生するために生じる現象だと考えられる。

3.3 第二結晶の角度とトポグラフ像

ターゲット結晶に入射する電子ビームの位置は非対称面に固定して、第二結晶の角度におけるトポグラフ像の変化を調べた。PXR の X 線エネルギーは 14.25 keV である。図 5 上段には第二結晶における規格化された回折曲線、下段には X 線強度の最大(図 5(b))および半値角(図 5(a),(c))において撮像したトポグラフ像を示した。撮像時間は 15 分であり、明度に関しては対数化したネガ像として表した。また、トポグラフ像が明確になるようにコントラストを調整している。

図 5 の結果から、X 線輸送の役割を果たしている第二結晶の角度を変化させてもトポグラフ像に違いは生じなかった。つまり、トポグラフ像はターゲット結晶から発生していることを示唆している。

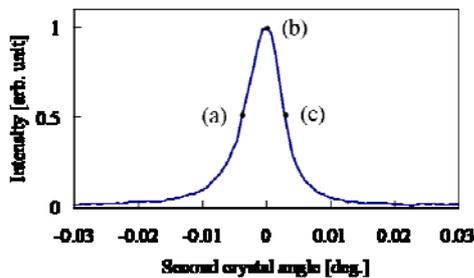


Figure 5: The normalized diffraction curve of the second crystal (upper), and the topograph images at each crystal angle (lower); (a) the half-value angle at a low angle side, (b) the peak of a diffraction curve, (c) the half-value angle at a high angle side. The PXR energy is 14.25 keV.

3.4 XAFS スペクトルへのトポグラフ像の影響

XAFS 測定をおこなうにあたり、トポグラフ像が微細構造にどの程度の影響を及ぼすか調べた。LEBRA には透過型の画像検出器が無いので、XAFS 測定をするには試料の有る状態(透過 X 線)および無い状態(入射 X 線)を別々に測定しなければならない。試料にはチタン酸ストロンチウム(SrTiO₃)、検出器にはフラットパネルを用いた。PXR の X 線エネルギーは 16.1 keV とし、撮像時間は 5 分である。その結果を図 6 に示した。明度に関しては対数化したネガ像(a)(c)および線形なネガ像(b)として表した。ま

た、トポグラフ像が明確になるようにコントラストを調整している。図 6(a)は入射 X 線、(b)は透過 X 線、(c)は入射 X 線から透過 X 線を差し引いた画像である。(d)は(c)の画像から解析した XAFS スペクトルである。(c)(d)の結果からトポグラフ像が完全に消去されていることがわかる。つまり、トポグラフ像が現れても XAFS 測定には影響が生じないことが示唆された。

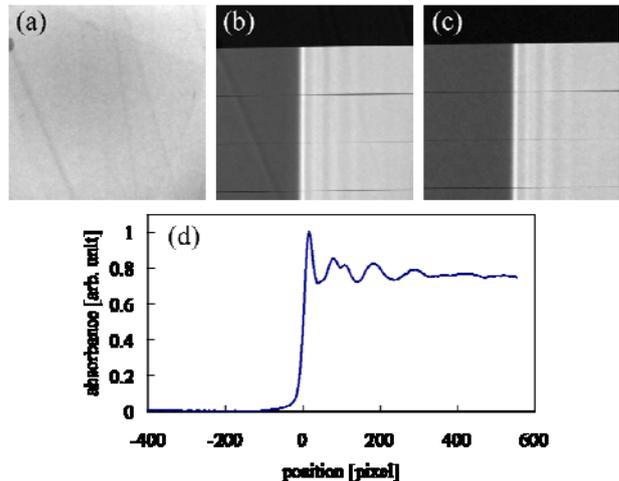


Figure 6: X-ray absorption images (upper) and XAFS spectrum (lower) of SrTiO₃; (a) incident X-ray image, (b) transmission X-ray image, (c) the image which deduced the transmission X-ray image from the incident X-ray image. The PXR energy is 16.1 keV.

4. まとめ

PXR のターゲットに楔型の Si(220)結晶を用いた場合、取得画像にトポグラフ像が生じた。このトポグラフ像の特性を調べるために、ターゲット結晶に入射する電子ビームの角度(X 線エネルギー)および位置(対称面および非対称面)、また第二結晶の角度による関連性を調べた。トポグラフ像は X 線エネルギーに依存して変化し、対称面と非対称面の違いによっても出現する位置が多少ずれた。しかし第二結晶の角度を変化させた場合、トポグラフ像に違いは生じなかった。したがって、トポグラフ像はターゲット結晶に由来していることがわかった。次に XAFS 測定におけるトポグラフ像の影響を調べた。入射 X 線画像から透過 X 線画像を差し引くことによりトポグラフ像が消去されるので、XAFS 測定に影響がないことがわかった。

参考文献

- [1] Y.Hayakawa et al., NIM. B 227 (2005) 32-40.
- [2] Y.Hayakawa et al., IL NUOVO CIMENTO 34 C, N.4 (2011) 253-259.
- [3] Y.Hayakawa et al., Proceedings of the 9th Annual Meeting of Particle Accelerator Society of Japan (2012) 1055-1058.
- [4] M.Inagaki et al., Jpn. J. Appl. Phys. 47 (2008) 8081-8086.
- [5] M.Inagaki et al., Proceedings of the 9th Annual Meeting of Particle Accelerator Society of Japan (2012) 1315-1317.