

# X線結像光学ニューズレター

No.34 2011年9月発行

## ゾーンプレートを用いたX線干渉顕微鏡の開発

筑波大学大学院数理物質科学研究科 渡辺紀生

X線顕微鏡は、比較的厚い試料の内部構造を非破壊かつ高分解能で観察できるという特徴を持つ。生物試料の高分解能観察では、従来からウォーターウインドウと呼ばれる酸素と炭素のK吸収端の間の波長2.3~4.4 nmの軟X線が主に用いられてきた。このエネルギー領域は、水中での炭素含有試料が高いコントラストで観察できることから非常に重要であるが、軟X線の吸収が大きいため試料の厚みは約10 μmまでに限られる。より厚い試料を観察する場合にはより高いエネルギーのX線を用いる必要があるが、そうすると吸収によるコントラストがほとんど付かなくなってしまう。

生物試料等の軽元素から成る試料の場合、エネルギー数keV以上のX線に対しては吸収よりも透過X線の位相変化で観察した方が約3桁高い感度を持つ。そのため、Zernike型位相差顕微鏡など様々な位相コントラスト結像系が開発されてきた。その中でも、硬X線干渉計は定量的な位相変化を求めることが出来るため、3次元CTへの応用等が容易に行えるといった特徴を持つ。硬X線干渉計としては、古くからSi結晶のLaue-caseビームスプリッターを用いたBonse-Hart型干渉計が知られているが、結晶反射の角度許容幅が小さく試料で回折されたX線が取り込めないため、顕微鏡として用いることが出来なかった。我々は、2枚のゾーンプレートを用いてそれぞれの1次光と-1次光を干渉させることにより、X線領域で

初めて物体光と参照光を同軸で干渉させるタイプの干渉縞の生じないX線干渉顕微鏡を作成することに成功した[1]。また、フリンジスキャンによる位相再構成像を投影像とした位相CT再構成にも成功した[2]。

図1に光学系の原理を示す。同じスペックを持つゾーンプレートを2枚、焦点距離の2倍離して光軸上にセットし、ゾーンプレートの中心に対して対称な位置に2本の平行光束を入射させる。ゾーンプレートのパターン断面が矩形の場合、その1次光と-1次光は同じ強度を持つ。また、ただ単に透過する0次光が存在する。下側の光束で試料を照明し、1枚目ゾーンプレート(ZP1)の1次光で検出器面上に試料の像を作る。上側の光束の場合、ゾーンプレート1枚目の0次光と2枚目(ZP2)の-1次光は、図のように試料を結像している光と同じ経路を通して検出器に到達することになる。つまり、どちらの光束も2つのゾーンプレートの中間の点Cから出たような光となる。このことは、試料が無い場合に像面での干渉縞を完全に消すことが可能であることを意味する。また、上側の参照光の位相を適当に変化させることによって、像の明暗をコントロールすることが可能となる。実際の光学系では、結像に寄与しない次数のゾーンプレート回折光が像にかぶってこないように、図1に示すようなビームストップが必要となる。

なお、図1の点Cに参照光が集光するようにす

るには、ここで示した方法以外に ZP2 を用いないで ZP1 より光源側に ZP1 より直径の大きなゾーンプレートを置いてその 1 次光を参照光として用いることもできる。この方法も実験がなされており、分解能 60 nm が報告されている [3]。

2 枚のゾーンプレートには直径 330  $\mu\text{m}$ 、最外輪帯幅 50 nm ( NTT アドバンステクノロジー ) のものを用いた。この光学系では、物体光と参照光の間で、光軸に対して近い側同士、遠い側同士が干渉する。そのため、必要とされる空間コヒーレンスはゾーンプレートの直径に対応する。このコヒーレンス領域を得るために、実験は SPring-8 の中尺ビームラインである BL20XU で 8 keV X 線を用いて行った。X 線像は 62 倍に拡大して検出器 ( P43 蛍光板 + CCD カメラ、浜松ホトニクス ビームモニター ) 上に結像した。また、図 1 のように位相シフターとして石英板 ( 70  $\mu\text{m}$  ) を使い、これを回転させることによって参照光の位相を変化させた。厚さ 0.5  $\mu\text{m}$  のタンタル製テストパターンを用いた分解能評価では、線幅 100 ~ 200 nm まで分解結像できた。これはゾーンプレートの最外輪帯幅で決まる理論分解能 60 nm と比較すると悪いが、試料面に換算した検出器ピクセルサイズ ( 48 nm )、平行照明を用いていることや光学系の安定性が影響しているものと思われる。

図 2 に直径 30  $\mu\text{m}$  程度の大きさのヒカゲノカズラ胞子 ( 石松子 ) を観察した例を示す。図 2 ( a ) ~ ( d ) は位相シフターを回転して参照光との位相差をそれぞれ 0,  $\pi/2$ ,  $\pi$ ,  $3\pi/2$  と変化させたときの像である。また、これら 4 枚の像を用いたフリンジスキャンによる位相再構成結果が図 2 ( e ) である。この顕微鏡の特徴として、フリンジスキャンを行わなくても図 2 ( a ) ~ ( d ) に示すように試料の位相像が得られるが、定量的な位相像を得るにはフリンジスキャンによる必要がある。このフリンジスキャンによる位相感度をバックグラウンドノイズの標準偏差の 3 倍として見積ると  $\lambda/60$  であった。

試料による位相変化量は屈折率の実部の経路

積分値となるため、定量的な位相像が得られると通常の吸収 CT のアルゴリズムを用いて位相 CT 再構成を行うことができる。図 2 ( f ) は図 2 ( e ) と同様の位相像を等間隔に試料を回転させながら 90 投影 / 180 度にわたって記録し再構成した結果である。このように干渉顕微鏡を用いることにより、生物試料の表面だけでなく内部まで非破壊で観察することが可能となった。

より大きな生物組織を生体に近い状態で観察できれば、より応用範囲が広がると考えられる。そこで、ウシのヒザ軟骨のウェットな状態での観察を試みた。試料は先端を 100  $\mu\text{m}$  程度に細く切り出して回転ステージにセットし、試料のほぼ真上から冷却窒素ガスを吹き付けておよそ 150 K に冷却して凍結固定した。この試料のフリンジスキャンによる位相像を 180 投影 / 180 度記録して位相 CT 再構成した断面像を図 3 に示す。ストリーク状のアーティファクトは位相アンラッピングが失敗している箇所を示す。実際に生物学への応用を考えた場合には、このアンラッピングの問題や氷の結晶粒の生成等の問題を解決しなければならないが、このような凍結試料の場合でも位相 CT での観察が可能となってきた。

本研究は、筑波大学大学院数理物質科学研究科の青木貞雄名誉教授、星野真人氏 ( 現 SPring-8 ) ほか多数の大学院生、SPring-8/JASRI の竹内晃久博士、鈴木芳生博士との共同研究による。

#### 参考文献

- 1) N. Watanabe, M. Hoshino, M. Sato, Y. Takeda, T. Namiki, S. Aoki, A. Takeuchi and Y. Suzuki, Proc. 8th Int. Conf. X-ray Microscopy, IPAP Conf. Series 7 p. 372 (2006).
- 2) N. Watanabe, M. Hoshino, K. Yamamoto, S. Aoki, A. Takeuchi and Y. Suzuki, Journal of Physics: Conference Series 186, 012021 (2009).
- 3) T. Koyama, T. Tsuji, K. Yoshida, H. Takano, Y. Tsusaka and Y. Kagoshima, Jpn. J. Appl. Phys. 45, L1159 (2006).

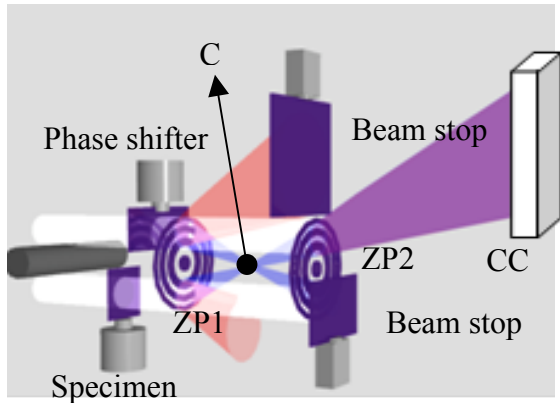


図1 X線干渉顕微鏡光学系。2枚のゾーンプレート(ZP1, ZP2)は、焦点距離の2倍の距離をおいて設置する。試料はZP1の1次光でCCDカメラ上に結像される。参照光はZP2の-1次光を用いる。ZP2の下流側では、両者はZP1とZP2の中間の点Cを起点とする発散光となる。

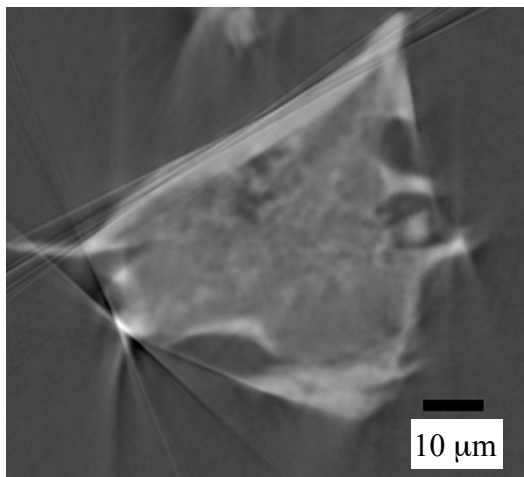


図3 ウシヒザ自然軟骨のクライオ位相CT断面像。180投影/180度からの再構成位相像。

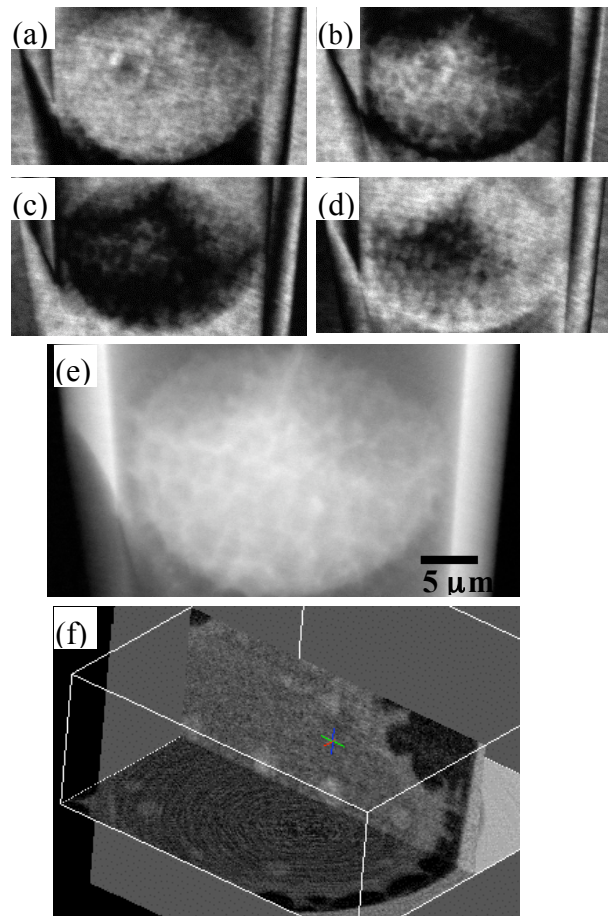


図2 石松子(ヒカゲノカズラの胞子)の干渉顕微鏡像。(a)~(d)は参照光の位相を $\pi/2$ ずつ変化させて撮影。(e)はこれら4枚の像を用いたフリンジスキャンによる位相再構成像。(f)は90投影/180度で試料を回転させながら記録した位相再構成像からの3次元位相再構成結果。

---

## 第 11 回 X 線結像光学シンポジウムのお知らせ

実行委員長 東北大学多元物質科学研究所 柳原美廣

---

開催日時：2011 年 11 月 4 日（金）午後 1 時～5 日（土）午後 5 時

開催場所：東北大学片平さくらホール（仙台市青葉区片平 2-1-1）

主催：X 線結像光学研究会

共催： ・東北大学多元物質科学研究所

・文部科学省科学研究費補助金

（研究代表者：東北大学 江島丈雄）

（研究代表者：大阪大学 常深 博）

・JST 産学イノベーション加速事業（先端計測分析技術・機器開発）

（研究代表者：東北大学 津留俊英）

・独立行政法人科学技術振興機構 CREST

（研究代表者：大阪大学 山内和人）

・兵庫県立大学大学院物質理学研究科 X 線光学分野（籠島 靖）

協賛：日本放射光学会、 応用物理学会東北支部

協賛企業：真空光学株式会社

ホームページ：<http://res.tagen.tohoku.ac.jp/~sxoptics/>

プログラム（※講演題目等変更の可能性があります）

11 月 4 日（金）

13:00 開会の挨拶

13:10 「SPRING-8 における XFEL」 矢橋牧名（JASRI）

13:35 「X 線自由電子レーザー用 2 次元検出器開発の現状とその将来展望」 初井宇記（理研）

13:55 「X 線マイクロカロリメータによる宇宙観測と地上応用」 満田和久（宇宙研）

14:15 「(仮) 2 次元 X 線検出器の現状と今後の展望」 原 和弘（浜松ホトニクス）

14:35 休憩

14:50 「コヒーレント EUV 光を用いた極微パターン構造計測技術の開発」 木下博雄（兵庫県立大）

15:15 「コヒーレントスキャトロメトリー顕微鏡による EUV マスク検査」 原田哲男（兵庫県立大）

15:40 「低輝度 EUV 光源を用いた超高精度波面計測」 大滝 桂（ニコン）

16:05 「レーザープラズマ X 線を用いた密着型軟 X 線顕微鏡による細胞内器官の撮像」

加道雅孝（原研）

16:30 休憩

16:40 ポスターセッション

18:00 懇親会

11月5日(土)

- 9:00 「Spring-8のX線顕微鏡の現状」 鈴木芳生(JASRI)
- 9:20 「X線マイクロCTによる小惑星試料の初期分析」 土山明(阪大)
- 9:45 「新型高分解能走査X線顕微鏡」 齋藤 彰(阪大)
- 10:10 「Advanced K-Bミラーによる結像光学系の構築」 松山智至(阪大)
- 10:35 休憩
- 10:50 「結像型X線位相コントラスト顕微法」 渡辺紀生(筑波大)
- 11:15 「コヒーレント光イメージング」 西野吉則(北大)
- 11:40 「エッジ回折効果を利用したX線ナノイメージング法の開発」 高野秀和(兵庫県立大)
- 12:05 「実験室X線源を用いたX線微分位相顕微鏡」 矢代 航(東大)
- 12:30 昼食
- 14:00 「X-ray imaging with W/C multilayer mirror」 Kwon Su Chon(Catholic Univ. of Daegu),  
Kwon-Ha Yoon(Jeonbuk Technopark), 難波義治(中部大)
- 14:25 「ASTRO-H搭載用多層膜スーパーミラー硬X線望遠鏡の開発」 栗木久光(愛媛大)
- 14:50 「広帯域多層膜回折格子を搭載した軟X線発光分光システムの開発」 寺内正己(東北大)
- 15:15 休憩
- 15:30 「硬X線による広天走査観測計画(FFAST)」 國枝秀世(名大)
- 15:50 「X線の偏光観測計画」 林田 清(阪大)
- 16:15 「マイクロマシン技術による高分解能X線望遠鏡」 江副祐一郎(首都大)
- 16:40 閉会の挨拶

#### ポスター募集

ポスター講演を募集しています。予稿原稿をご用意の上、参加申込みをしてください。締切りは10月11日(火)です。

#### 参加申込み方法

下記に参加申込みフォームがあります。「一般参加」または「ポスター講演」の2つの参加方法のうち、どちらか一方を選択の上、その参加方法のフォームに記入してください。ご記入済みのファイルを

東北大学 多元物質科学研究所内

X線結像光学シンポジウム世話人

メールアドレス: [sxoptics@res.tagen.tohoku.ac.jp](mailto:sxoptics@res.tagen.tohoku.ac.jp)

宛に「メール添付ファイル」としてお送り下さい。

申込み期限は、ポスター講演される方は10月11日(火)、一般参加の方は10月31日(月)です。

#### 予稿原稿作成要領

講演者は、発表内容を以下の書式で予稿原稿にして、世話人までお送りください。

【長さ】 A4版2枚

【余白】 上下30mm、左右20mm

【フォント】 講演題目には 14 ポイント「ゴシック」フォント、名前・所属及び本文には 10.5 ポイント「明朝」および「Times New Roman」フォントを使用して下さい。

【ファイル形式】 Word または P D F

【締切】 2011 年 10 月 11 日（火）（参加申込締切と同日）

【宛先】 sxoptics@res.tagen.tohoku.ac.jp （参加申込みフォーム送付先と同じ ※問合せ先とは異なるのでご注意願います）

参加費 一般 7,000 円、学生 3,500 円 当日、受付にてお支払いください。

ホームページ： <http://res.tagen.tohoku.ac.jp/~sxoptics/>

問合せ先：

〒980-8577 仙台市青葉区片平 2 丁目 1-1 東北大学 多元物質科学研究所内

X 線結像光学シンポジウム世話人 江島 丈雄

T E L 022-217-5377 / F A X 022-217-5379 / e-mail: ejima@tagen.tohoku.ac.jp

※参加申込先のアドレスとは異なることにご注意下さい。

---

#### 参加申込みフォーム

##### （1） 一般参加申し込み

氏 名：

所 属：

住 所：〒

T E L：

F A X：

メールアドレス：

##### （2） ポスター講演申し込み

講演題目：

講演者（共同講演者を含む）：

所属（共同講演者を含む）：

連絡先（予稿執筆者）

氏 名：

住 所：〒

T E L：

F A X：

メールアドレス：

---

## 第 11 回 X 線顕微鏡国際会議(XRM2012)のお知らせ

---

日時：2012 年 8 月 5 日～10 日

場所：上海

主催：上海放射光施設(SSRF)、国立放射光施設(NSRL)

HP：<http://www.sinap.ac.cn/xrm2012/>.

問合せ先：[xrm2012@sinap.ac.cn](mailto:xrm2012@sinap.ac.cn).

国内：[aoki@bk.tsukuba.ac.jp](mailto:aoki@bk.tsukuba.ac.jp) (青木貞雄)



X-RAY  
IMAGING OPTICS



編集部より

---

### 【お知らせ】

メールアドレスなどの変更等のご連絡、また掲載記事に関して  
ご要望・ご質問などありましたら、当編集部までお送りください。

---

X線結像光学ニューズレター  
No.34 (2011年9月)

発行 X線結像光学研究会  
(代表 筑波大学 青木貞雄)  
編集部 名古屋大学エトピア科学研究所 田原 譲  
(協力研究室：大学院理学研究科物理学教室U研)  
〒464-8603 名古屋市千種区不老町  
TEL/FAX : 052-789-5490  
E-mail: [tawara@u.phys.nagoya-u.ac.jp](mailto:tawara@u.phys.nagoya-u.ac.jp)

---