

X線結像光学ニュースレター

No.7 1998年1月発行

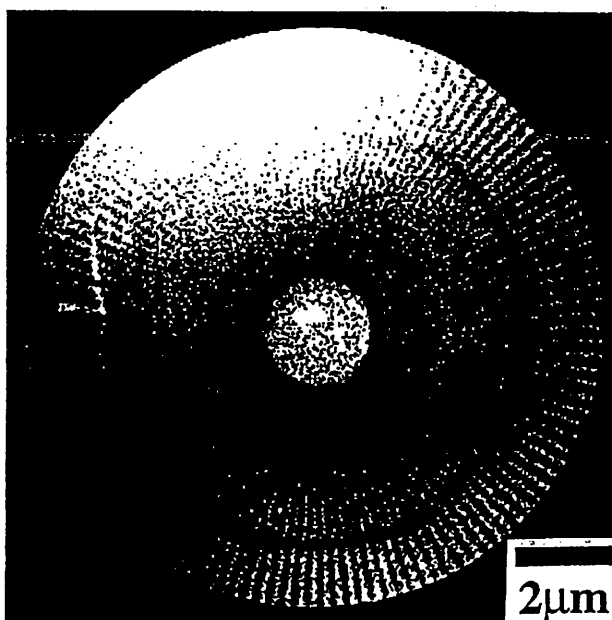
RITS SR センターの軟X線顕微鏡ステーション

関西医科大学 木原 裕

私が初めてX線顕微鏡を知ったのは、修士1年の細谷先生の講義であった。その後生物物理研究所で開発をしようとの話になった頃、たまたまドイツに留学することになり、その間に是非一生の仕事としてやろうと決心するに至った。筑波研究コンソーシアムの関係者にも激励されながら、1986年から分子研のUVSORで結像テストを開始した(これは、もっぱら当時UVSORに在籍されていた渡辺誠さんのお陰であった)。その後CANON, 三菱電機, ニコン, オリンパスなどの協力をえながら実験を続け、1996年より立命館大学SRセンターに設置された小型放射光の常置ラインとなって現在に至っている。特に昨年来集光ゾーンプレートが大幅に改善され、それに伴って、分解能の大幅な向上を見た。

現在の仕様は以下の通りである。(1) 集光ゾーンプレート: 厚さ $0.3\mu\text{m}$ のGe製で、直径9mm, ゾーン数41890, 最外輪帯幅53.7nm (2) 結像ゾーンプレート: 直径 $50\mu\text{m}$, 最外輪帯幅45nm, (3) 試料は、大気中に置かれ、簡単に着脱できる。(4) 試料はあらかじめ光学顕微鏡で観察し、みたい部分を選んでおくことができる。(5) 波長は、水の窓の前後が可能であるが、通常は2.3~3.2nmで測定される。昨年秋には、テストパターンを測定し、60nmのライン&スペースまで観察することができた(図)。視野は、 $20\mu\text{m}$ にセットしている。

昨秋、初めてテストパターンのきれいな写真を撮ることができたときは嬉しくて、助手の竹本さんと祝杯を挙げて祝った。今後、順にウェットな細胞などの撮像を行って行きたいと考えている。やっとな生物学に貢献できる水準に達したことをここに報告したい。



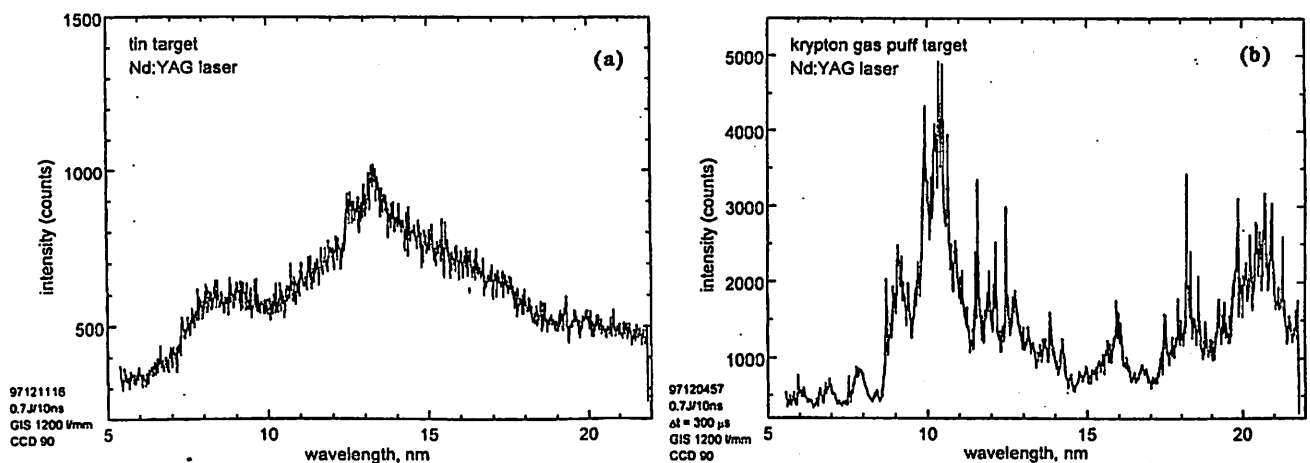
波長3.2nmで撮影したテストパターンの写真。このテストパターンはSi薄膜上に厚さ280nmのGeで作製されたものである。2番目のリング(半径 $2.3\mu\text{m}$ のリング)内に見られる放射線状に広がるパターンを構成する一本一本のラインをはっきりと区別する事が出来る。この半径 $2.3\mu\text{m}$ のリングの最も細かい部分のライン&スペースは約60nmである。

高圧ガスパルゼープラズマX線源

大阪大学レーザー核融合研究センター 大道博行

従来より出力エネルギー0.5J~1Jの市販のYAGレーザーを用いたレーザープラズマ軟X線源（波長20nm~1nm）の研究を行なってきたが、最近高圧パルスガス噴出（ガスパフ）装置をレーザー照射ターゲットに用いたX線発生実験を行ない興味深い実験データを得ることができた。ここではその概略を報告する。実験は当センターに客員教授として昨年（1997年）8月から12月まで滞在したポーランド、ワルシャワの電子光学研究所ヘンリックフィードロビッツ博士との共同研究として行なった。

これまではターゲットに主として固体を用いて発生軟X線スペクトル、強度を測定してきた。軟X線の広いスペクトル領域にわたり適切な物質を選ぶことにより多層膜ミラーなどに必要な波長範囲 $\Delta\lambda/\lambda\sim 1/100$ に照射レーザーエネルギーの約0.1%~数%のX線が発生することがわかった。X線は半球面すなわち 2π ステラジアンにわたりほぼ均一に発生する。ただし固体ターゲット表面のレーザー照射領域およびその周辺から飛散するデブリスがX線照射試料、フィルター、ミラー等にダメージを与えることがこの線源の大きな欠点であった。ターゲットにガスを用いればこの点は大幅に改善されることは明らかである。ただしレーザー光と相互作用するガス密度が十分高くないとX線が発生するプラズマに効率良くエネルギーが注入されずX線変換効率が大幅に低下してしまう。今回用いた背圧10気圧、ガス噴き出し部分の圧力約1気圧のガスパフ装置から発生する軟X線はほぼスペクトル全域にわたり固体ターゲット相当あるいはそれ以上のX線強度が得られた。特に縮小投影X線リソグラフィに適する波長13nmではクリプトンガスパフターゲットで錫ターゲットより強力なX線放射が得られた。図にX線スペクトルの比較を示す。また水の窓波長（2~4nm）のX線を用いた接触型顕微法の実験をアルゴンガスパフターゲットに



エネルギー0.5J、パルス幅8 ns のYAGレーザー光（波長1.06 μ m）を（a）固体錫ターゲットに照射したとき、（b）クリプトンガスパフターゲットに照射ときのX線スペクトル。縦軸は背面照射型X線CCD検出器で測定したX線の強度（カウント値）。

ブリルアンパルス圧縮を施したYAGレーザー (0.5J、1ns) を照射することにより行った。この実験は東京都立産業技術研究所、東大との共同研究として行っていた。レジストにPMMAを用い単一ショットで窒化シリコンフィルターをかけた乾燥生体試料の高分解能撮影に成功した。このときX線源と試料の距離は9 mmであった。水中試料の撮影を検討している。ガスパフターゲットではガス噴出部のノズル形状、レーザー照射とガス噴出タイミングを制御することによりレーザーと相互作用するプラズマの形状制御を行うことが可能となる。この場合ガス噴出部分で照射レーザー波長により決まる臨界密度近傍の比較的高密度プラズマが生成されていることが条件となる。このような点に着目すればむしろ固体ターゲットよりも目的に応じた最適化の可能性は広がるように思われる。

X線顕微鏡開発状況 — ESRF, '97

筑波大学工学研究科 竹内晃久

昨年度の日本放射光利用者にとっての"空白"の期間を利用して、筆者は幸運にもESRFへの留学を指導教官の青木貞雄教授から許可して頂いた。こちらではA. Snigirev氏のビームラインID22に所属し、主にここで用いられている硬X線用の各種集光素子や、それらの評価法を勉強させて頂いている。また時を同じくして今こちらで研究されている日立製作所の百生敦氏のご厚意も頂き、位相コントラストイメージング等の勉強もさせて頂いている。

ESRFの蓄積リングは現在、2/3フルバンチモードで200mAまで電流を溜め込む事ができる。ここではビームパラメータの1例として、アンジュレータビームラインID22の場合を挙げる。光源サイズ $35\mu\text{m}$ (V) \times $700\mu\text{m}$ (H)、発散角 $15\mu\text{rad}$ (V) \times $30\mu\text{rad}$ (H) (いずれも半値幅)。光源-実験ハッチ間距離約40m、実験ハッチで得られるビームの垂直方向発散角が約 $1\mu\text{rad}$ と、非常にコヒーレンスが高い。実験ハッチで得られる単位照射断面積当たりの光子数は、大体 10^{12} (ph/s/mm²/Si [111] bandwidth/200mA) オーダーを得ている。ほぼ他のどのアンジュレータビームラインでも似たような値である。X線顕微鏡を主体としているビームラインは、今挙げたID22、それからID13 (C. Riekelら)、共にX線領域でのマイクロフォーカスを取り扱っている。軟X線顕微鏡用のビームラインとしては、ID21 (J. Susiniら) がある。いずれもコヒーレンスの高さを利用した実験課題が多いが、一方で、この高いコヒーレンスを損なわず、波面の揃ったビームを実験ハッチに供給する為に、集光素子は当然ながら、使用するBe窓、ミラー、結晶等、あらゆる素子の形状精度、面精度への要求には全く妥協が許されない。また、これらの光学素子を高精度かつ定量的に評価する為の専用ビームラインとして、BM5 (A. Freundら) が利用されている。

ここではX線用のほぼ全種の集光素子がテストされており、既にそれらは全て空間分解能 (スポットサイズ) サブ μm - 数 μm を達成している。現在最も実用的目的で用いられているのは、透過型、又はブラッグ反射型のフレネルゾーンプレート (FZP、BFO) で

ある。FZP でスポットサイズ $0.5\mu\text{m}\times 6.5\mu\text{m}$ (12.5keV)、フラックス 10^{10}ph/s 程度のスポットが得られており、微小領域における蛍光 X 線分析、X 線回折等に適用され始めている。現在、蛍光 X 線分析では鉱石試料中 100ppm 程度の As 不純物の検出に成功しているが、実際には更に 1桁 2桁良い検出限界が見込まれている (M. Drakopoulos, E. D. Fabrizioら, ID22)。また、筆者がこの原稿を書く少し以前に、フランスの化粧品会社 L'OREAL との共同実験で、PF でもおなじみの髪の毛の微小領域蛍光 X 線分析を行っていた。

X 線屈折レンズや waveguide 等、最近新たに有効性が認められてきた素子の開発も非常に盛んに進められている。屈折レンズは、現在 Be レンズで 1方向 $2.5\mu\text{m}$ (9keV) のスポットサイズが得られている (A. Snigirevら, ID22)。ヒートロードに強い、焦点距離が長い等の利点を生かして、モノクロ上流にレンズを設置し、1:1の拡大率で光源のエミッタンスモニターに用いるという試みが成されている (P. Elleaumeら, ID6)。また、LIGA と呼ばれるリソグラフィ法によりレンズを製作し、これまで問題であった球面収差の小さいレンズの開発を行っている。一方、waveguide では 1方向 (垂直方向) の空間分解能 $0.14\mu\text{m}$ 、光子数 10^8ph/s (13keV , 水平方向ビームサイズ 0.6mm) が得られている (W. Jark, C. Riekelら, ID13)。しかし依然、効率の面で理想値との差が非常に大きく、境界面の面粗さの改善等が今後の必要課題である。また、レイヤー間を空気にした gap 可変型のものが開発されており、そのテストが行われている (D. L. Abenathyら, ID10)。

最後に、ESRF で開発が進められている高分解能 CCD カメラの1例を紹介する。可視光変換シンチレーター結晶 (YAG:Ce)、光学顕微鏡、低ノイズ CCD カメラから成るシステムで、実効ピクセルサイズ $0.6\mu\text{m}$ 、空間分解能 $1.6\mu\text{m}$ 、AD ダイナミックレンジ 14bit の CCD カメラが実現されている。露光時間は、ESRF の標準的なアンジュレータビームラインにおいて、0.5—5 秒程度。位相コントラストイメージ、マイクロトモグラフィ、各種集光素子のアライメント等、幾つかのアプリケーションにおいてその威力を発揮している (A. Koch, C. Ravenら)。

国際会議のお知らせ

編集部

1. 12th Int. Conf. on Vacuum Ultraviolet Radiation Physics
1998年8月3日～7日、米国 サンフランシスコ
詳細は www-als.lbl.gov/als/vuv12 へ
2. 6th Int. Conf. on X-ray Lasers
1998年8月31日～9月4日、京都 [発表申込締切 3月31日]
詳細は <http://wwwapr.apr.jaeri.go.jp/6thICXRL> へ

編集部 東北大学科学計測研究所 軟 X 線光学計測研究分野

〒980-77 仙台市青葉区片平 2 丁目 1 - 1 TEL: 022-217-5376, FAX: 022-217-5379