

X線高速/高分解能イメージングのためのキャピラリコンデンサの開発 Development of capillary condenser for illumination system of high-speed / high-spatial-resolution x-ray imaging

清原 確^a, 青山 朋樹^a, 大澤 澄人^a, 二位 肇^a, 上田 英雄^a,
鈴木 芳生^b, 竹内 晃久^b, 上杉 健太郎^b, 寺田 靖子^b, 中澤 弘基^c
Katashi Kiyohara^a, Tomoki Aoyama^a, Sumito Ohzawa^a, Hajime Nii^a, Hideo Ueda^a,
Yoshio Suzuki^b, Akihisa Takeuchi^b, Kentaro Uesugi^b, Yasuko Terada^b, Hiromoto Nakazawa^c

^a(株)堀場製作所, ^b(財)高輝度光科学研究センター, ^c(独)物質・材料研究機構
^aHORIBA, Ltd., ^bJASRI, ^cNIMS

放射光を利用した X 線顕微鏡は、生体器官・細胞などの生物試料や各種材料の微細構造分析、電子デバイスの故障解析など様々な分野で利用されている。しかし、CT 測定や高速イメージングへの応用において、光量不足が障害となっている。そこで、照明用全反射型キャピラリ（以下、キャピラリ）の有用性評価として X 線顕微鏡像の撮影を行った。その結果、従来のコンデンサレンズを用いて集光した場合に比べ、22.2 倍の光量を得ることができた。

キーワード： X 線顕微鏡、キャピラリ、全反射、CT 測定

背景と研究目的：

X 線顕微鏡は微小領域を非破壊で迅速に測定できることから、電子デバイス、各種材料などの故障解析、生物試料、文化遺産などの分析において広く利用されている。X 線管を使用した X 線顕微鏡は従来から利用されているが、空間分解能は光源の大きさによって決まり、数百 nm 以下にすることは難しい。一方、放射光を利用した X 線顕微鏡では空間分解能は対物レンズの焦点サイズで決まる。対物レンズにゾンプレートを用いれば、50 nm 以下の空間分解能を得ることが可能である。しかし、光量が不足するため、CT 測定や高速でのイメージングが困難であった。

X 線結像光学系の照明にキャピラリのような全反射型の光学素子を用いることは、その集光効率の良さから、高い有用性が以前から指摘されている。しかし、実際に放射光の結像光学系とのマッチングを最適化できるようなキャピラリの製作は難しかった。キャピラリを用いた照明用コンデンサレンズが実用化されれば、CT 測定の高速度並びに、マイクロ～ミリ秒での高速/高分解能イメージングが可能となると期待される。

現在、放射光用キャピラリを製作し、X 線顕微鏡の照明用コンデンサレンズとして使用して顕微鏡像を撮影し、その有用性を評価している。前々回(2008B1948)の実験では、従来照明として用いているコンデンサレンズに比べ、4 倍の光量を得た。今回、さらなる光量を得るべくキャピラリを改良し、実験を行った。

実験：

1. キャピラリ集光状態の評価

X 線顕微鏡のコンデンサレンズ用キャピラリとして図 1 のような線形テーパキャピラリ(1 種類)と放物線テーパキャピラリ(2 種類)を採用し、製作した。放物線テーパキャピラリは放射光を 1 点に集光するのに対し、線形テーパキャピラリは広がり（今回

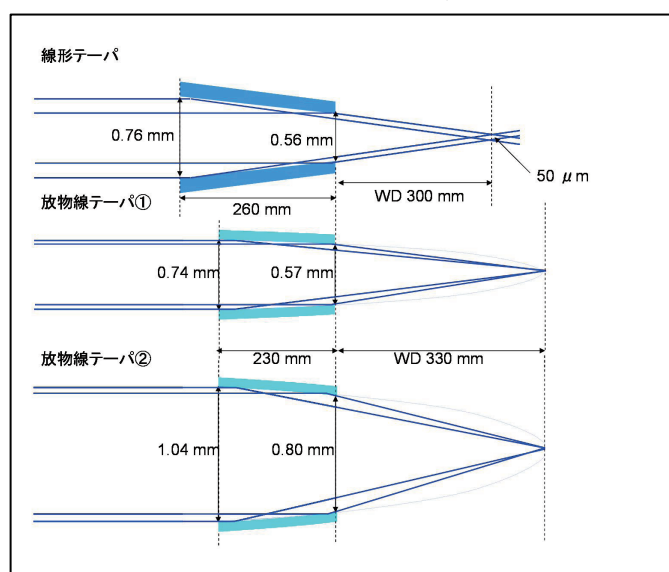


図 1. キャピラリ設計形状

の設計では最大径 $\phi 50 \mu\text{m}$ の領域) をもって集光する(図 1、2)。今回、制御を加えることで製作時に発生するキャピラリ表面のうねりを 20%低減することに成功した。うねり低減により強度向上・焦点サイズの微小化が期待できる。また、キャピラリの内面処理による強度向上を狙って内面を HF エッチングや金メッキ処理をした線形テーパキャピラリも製作した。

キャピラリの集光状態を評価するため、まず図 3 のようにファーフールド (キャピラリの出射端から 800 mm 離れた位置) での X 線強度分布を CCD カメラ (C4742-98、浜松フォトニクス) にて測定し、図 4 のようなファーフールド像上に現れる複数の円が中心付近に集まるようにキャピラリをアライメントした。今回製作したキャピラリのまがりは平均で約 $80 \mu\text{m}$ (評価長 240 mm) と大きく、そのまま設置して用いても十分な集光強度が得られないと考え、AI で作成した V 字溝(図 5)に押し付け軸方向のまがりを矯正した。次に、ワーキングディスタンス (以下、WD) を 200 mm ~ 400 mm の間を変え、X 線強度分布を同じ CCD カメラで測定し、強度が最も高くなる WD を特定した。なお、X 線のエネルギーは 8 keV、ビームの発散角は 5×10^{-6} rad であり、キャピラリに入射する X 線はディフューザーを通すことで光量のバラツキを小さくした。

2. X 線顕微鏡照明用キャピラリとしての評価

キャピラリの焦点位置にサンプル、サンプルからキャピラリ側約 20 mm 下流にピンホール (サンプルに当てる視野を $\phi 50 \mu\text{m}$ に制限する)、サンプルから 50 mm 下流にフレネルゾーンプレート (以下、FZP) [1]、FZP から約 7 m 下流に CCD カメラ (C4880、浜松フォトニクス) を設置した。

この実験系にて、サンプルとしてテストチャートを使い空間分解能評価を行った。テストチャートは Si ウェハ (厚み 1 mm) のメンブレン (Ru 20 nm, SiC 200 nm, SiN 50 nm) 上の Ta パタン (厚み 500 nm) (厚膜高解像度タイプ X 線チャート ATN/XRESO-50HC、NTT-AT ナノファブ리케이션株式会社製) を用いた。

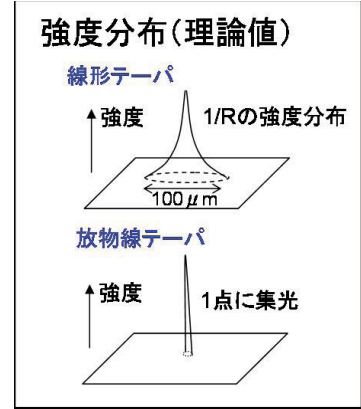


図 2. 強度分布の違い

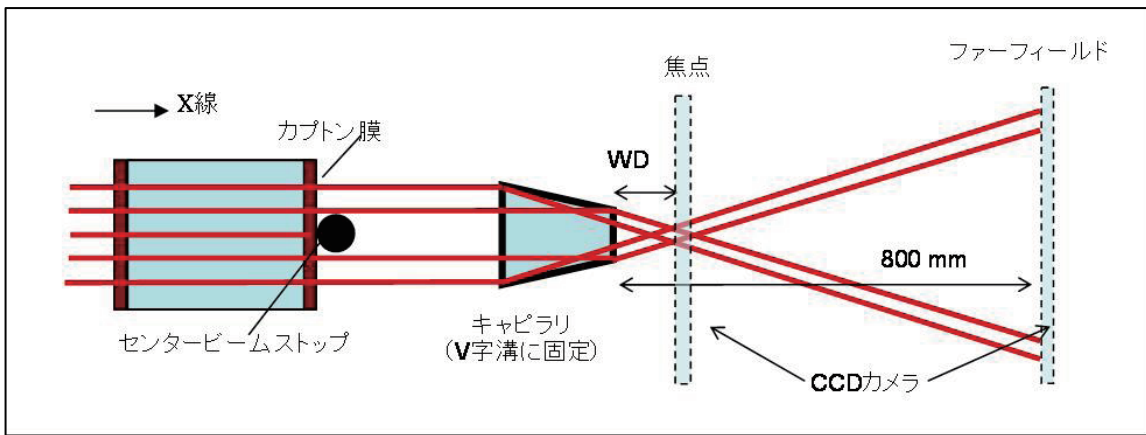


図 3. キャピラリ集光状態評価体系

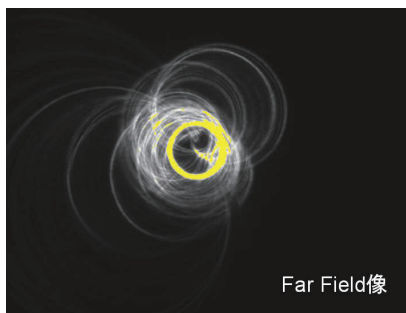


図 4. ファーフールド像



図 5. V 字溝への押し付け

結果および考察：

1. キャピラリ集光状態の評価

キャピラリの集光状態（集光強度・焦点サイズ）測定結果を表1に示す。集光強度では、直接光と比較してピーク値で最大38倍の強度を得ることができた。また、焦点サイズは平均で27 μm (FWHM)を達成し、X線顕微鏡照明用の集光素子として十分な性能を有していた。しかし、うねり低減制御の効果やキャピラリ形状と集光状態との相関はみられなかった。原因としては、まがりと考えられる。今回製作したキャピラリのまがりが大きく、まがりを矯正したため、形状やうねりの影響をみることはできなかった。

HFエッチングによって内面を平滑化したキャピラリに関しては、HFエッチングをしなかったキャピラリと同程度の集光性能であり、内面の平滑化による効果はみられなかった。

また、ガラスよりもX線反射臨界角の大きい金を内面にメッキ処理したキャピラリに関しては、金メッキしたキャピラリが製作したキャピラリの中で最も集光強度が高かった。しかし、金メッキ処理したキャピラリであっても処理をしなかったキャピラリの2分の1程度の強度のものもあった。ゆえに、集光強度の向上が金メッキ処理による効果であるとは断言できない。中には金メッキが明らかに剥離したキャピラリもあり、メッキ処理方法を再度検討する必要がある。

2. X線顕微鏡照明用キャピラリとしての評価

図6に撮影した顕微鏡像を示す。図6のとおり、線幅50 nmのパタンまで観察することができた。理論的な分解能は約30 nm/pixelであり、この実験系で観察可能な大きさの像まで得ることができた。光量はキャピラリを用いていない直接光のときと比べ、55.4倍であった。従来、集光素子として用いられているコンデンサレンズは直接光に対して2.5倍の光量であることから、今回製作したキャピラリは従来のコンデンサレンズの22.2倍の光量を達成できた。

表1. 集光状態測定結果

| 素子No. | 形状 | うねり低減制御 | 内面処理 | ピーク強度比 (対直接光) | 焦点サイズ (μm) |
|-------|------|---------|------|------------------|---------------|
| 008 | 線形 | なし | 無し | 20.96 | 27.51 |
| 009 | 線形 | なし | 無し | 28.573 | 23.23 |
| 020 | 線形 | なし | 無し | 18.835 | 33.51 |
| 033 | 線形 | あり | 無し | 28.506 | 28.49 |
| 034 | 線形 | あり | 無し | 20.373 | 21.09 |
| 035 | 線形 | あり | 無し | 27.959 | 24.76 |
| 001 | 線形 | あり | 金メッキ | 14.913 | 20.89 |
| 004 | 線形 | なし | 金メッキ | 7.393 | 25.07 |
| 006 | 線形 | なし | 金メッキ | 14.321 | 19.89 |
| 007 | 線形 | なし | 金メッキ | 38.149 | 27.03 |
| 000 | 線形 | なし | HF | 21.319 | 20.60 |
| 005 | 線形 | なし | HF | 23.76 | 21.74 |
| 023 | 放物線① | なし | 無し | 12.913 | 34.05 |
| 024 | 放物線① | なし | 無し | 11.464 | 40.80 |
| 028 | 放物線① | あり | 無し | 27.951 | 34.16 |
| 029 | 放物線① | あり | 無し | 30.526 | 27.40 |
| 022 | 放物線② | なし | 無し | 22.917 | 32.39 |
| 025 | 放物線② | なし | 無し | 31.432 | 24.46 |
| 026 | 放物線② | なし | 無し | 18.097 | 30.29 |
| 027 | 放物線② | あり | 無し | 25.624 | 25.81 |

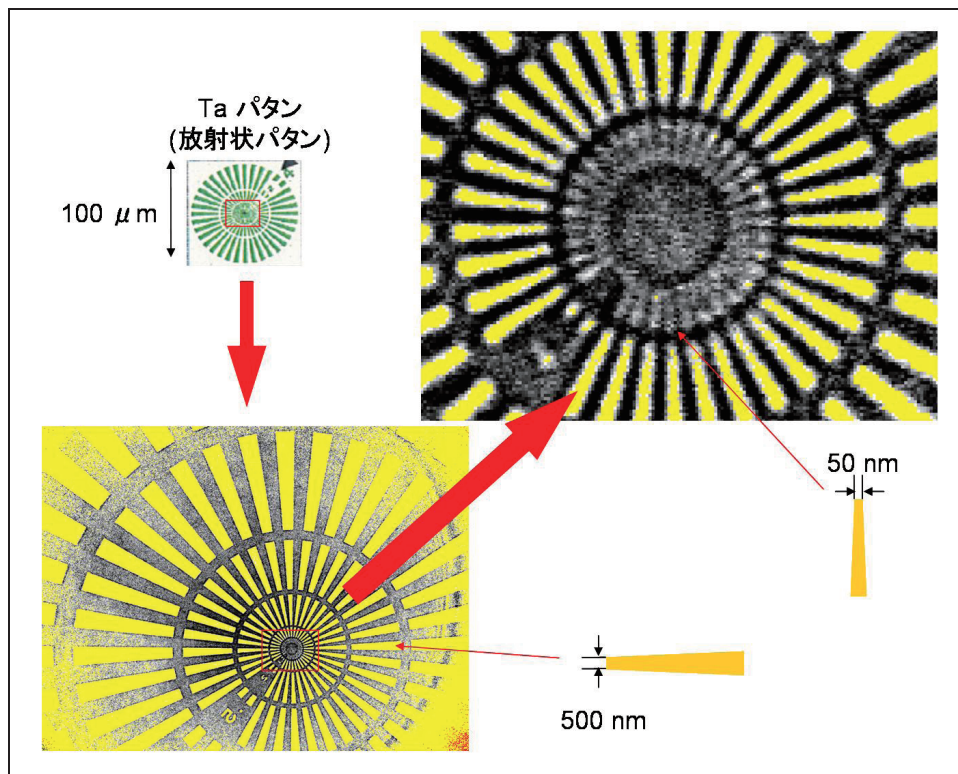


図 6. 顕微鏡詳細像

今後の課題：

放射光でキャピラリを利用するときの問題点が見つかっている。長時間使用することで、キャピラリ内面に埃および、 hidroカーボンが付着し、集光強度が減少する。内面をアルコール洗浄することで、元の状態に戻るが、結像顕微鏡としてキャピラリを使用する場合、内面の洗浄をする毎にアライメントを行わなければならない。この問題に対する対策としてキャピラリ内面を He パージする方法がある。He パージが放射光の長時間照射によるダメージを軽減できるか否か評価する必要がある。

現在は BL47XU 専用にキャピラリを設計しているため、上記のような焦点サイズとなっているが、さらに微小な焦点サイズの需要もある。従来の $\phi 50 \mu\text{m}$ に加えて、 $\phi 10 \mu\text{m}$ 程度に集光できるキャピラリを製作し、評価を行いたい。

参考文献：

- [1]Yoshio Suzuki, Akihisa Takeuchi, Hidekazu Takano, and Hisataka Takenaka, Japanese Journal of Applied Physics, Vol.44,No.4A,2005,1994-1998