

応用講座3 イメージング

姫路工業大学大学院理学研究科 竈島 靖

はじめに

「イメージング」とは、プローブ（光、電子、X線等）と対象とする試料との相互作用について、その種類や強さを試料内の位置情報として視覚化・画像化する研究手法の総称である。プローブは、光学顕微鏡では光（可視光）であり、電子顕微鏡では電子である。放射光は主にX線領域であるので、放射光を用いたイメージングは、X線イメージングとなる。X線イメージングの例として、レントゲン写真を思い浮かべればそれが極めて身近な存在であることが理解できよう。

SPring-8 に代表される第三世代放射光源の最大の特長は、その高輝度性である。高輝度光とは、強度が高く且つ光源サイズが小さく且つ平行性が高く、結果として試料位置での強度が極めて高いビームのことである（図1参照）。第三世代放射光源の登場によって放射光の輝度が格段に向上し、それに伴ってX線イメージング法の高度化が急速に進んでいる。本講座では、X線イメージング法の中から、X線顕微鏡と屈折コントラストイメージング法について、その基礎事項と応用例を紹介する。

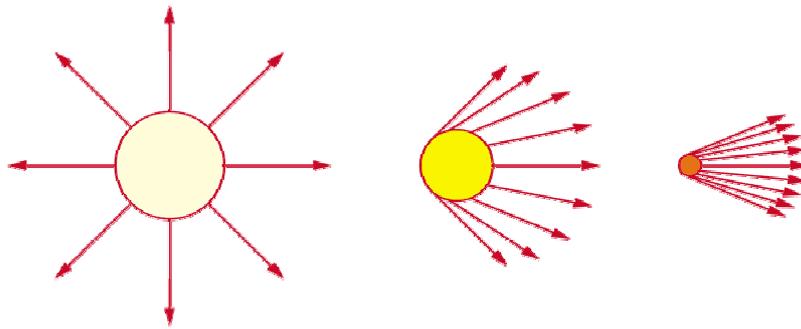


図1．X線源の世代の模式図．
（左）実験室光源，（中）第一・
二世放射光源，（右）第三
世代放射光源．

の大きさが光源の大きさを、
内の色が光源の強度を、矢印
の向きが指向性を表現してい
る。

1．X線のイメージングプローブとしての特長

X線のイメージングプローブとしての特長をまとめると次のようになる。

- 波長が短い 顕微鏡において高い空間分解能の可能性
- 物質との多様な相互作用 様々な情報が取得可能
- 高い透過能 大気中での非破壊的観察が可能

について、波動光学では「波長 λ の波動をプローブに用いれば、 λ 程度の大きさの物体まで認識できる」という原理がある。X線の波長は0.1 nm 前後なので、原理的には極めて高い空間分解能が期待できることになる。ただし、現状は主にX線光学素子の性能で制限され、100 nm 程度である。X線と物質との相互作用及びそれらから得られる情報を図2にまとめた。試料にX線が入射すると、励起過程として光電子が放出され吸収（光電吸収）が起こる。その脱励起過程として蛍光X線やオージェ電子が放射される。例えば、光電子を分析すれば（X線光電子分光法 [XPS]）試料の主に表面近傍の化学状態がわかり、蛍光X線を分析すれば（蛍光X線分析法 [XRF]）試料中の元素の種類と濃度がわかる。について、例えば20 keVのX線の場合、1気圧の大気中なら1 m 進んでも約8%しか吸収されないの、大気中での測定が容易であることがわかる。このことは、様々な試料環境（温度、圧力、磁場等）を実現しやすいことも意味しており、物性研究におけるX線の優位性を示すものである。また、透過率が高いことは試料に吸収される量が少ないことを意味するので、非破壊的な観察が可能となる。蛍光X線により微小部を分析する場合、真空中で電子を照射する場合に比べて、単色放射光

X線を用いる方が、試料の吸収エネルギー量が $10^4 \sim 10^5$ 分の1程度という計算例がある。

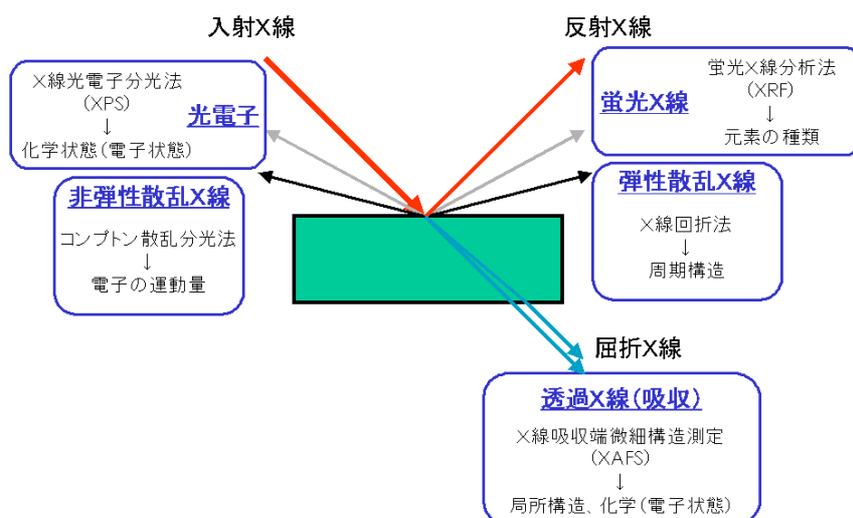


図2. X線と物質との相互作用及びそれらから得られる情報.

2. X線顕微鏡

2-1. 軟X線顕微鏡と硬X線顕微鏡

X線は波長の長い(エネルギーの低い)軟X線 [1~4 nm程度]と波長の短い(エネルギーの高い)硬X線 [0.25 nm~0.05 nm程度]に分類される。軟X線顕微鏡は1980年代初頭から開発が急速に進み、現在約25 nmの空間分解能で、生きた細胞の経時変化の様子を観察できるようになっている。装置開発の段階をほぼ終え、実用段階に入っている。通常、試料によるX線の吸収量をコントラストとする顕微鏡像が得られる。軟X線による吸収コントラストの大きさが、細胞一個をそのまま観察するのに適した大きさであるので、軟X線顕微鏡は生物試料観察に威力を発揮するものと期待されている。軟X線顕微鏡の原理については参考文献¹⁾に詳しいのでそちらを参照されたい。

硬X線顕微鏡は1990年代半ばにSPring-8²⁾に代表される第三世代の大型放射光源が建設され、ようやく研究が進展し始めたところである。硬X線顕微鏡では、試料中の微量元素の空間分布を高感度で画像化する蛍光X線顕微鏡が主流である。現在、約150 nmの空間分解能で生体試料中に含まれる微量元素の空間分布を経時变化的に観察できる装置が開発されており³⁾、また生体試料中の特定元素の濃度をppmオーダーの濃度感度で分析できるようになっている。軟X線・硬X線を問わず、X線を使った顕微法に関する国際会議「X-Ray Microscopy」が3年毎に開かれており、そのプロシーディングスに新しい研究成果がまとめられている⁴⁾。

2-2. X線レンズ

物質のX線に対する屈折率 n は通常複素表示で $n=1-\delta-i\beta$ と書かれ、 $\delta, \beta \ll 1$ である。これはX線の物質との相互作用が極めて小さいことを示しており、従ってX線はほとんど屈折もしなければ反射もしないことを示している。しかしながら、X線も電磁波すなわち波であるので、回折や干渉といった波動特有の現象を起こす。これを利用した光学素子にフレネルゾーンプレート(Fresnel Zone Plate; FZP)がある。FZPは図3(上)に示したようなX線に対して透明・不透明の輪帯を交互に繰り返した円形の透過型回折格子である。不透明な輪帯を挟んで隣り合う透明な輪帯から回折された光の光路差が波長 λ と等しくなるように設計されており、その結果全ての透明輪帯からの回折光が干渉効果で光軸上の一点で強め合い焦点を形成し、屈折レンズと同じ働きをする。電子ビームリソグラフィ法と呼ばれる方法で製作され、軟X線用ではニッケルやゲルマニウムなどの軽金属、硬X線用ではタンタルや金

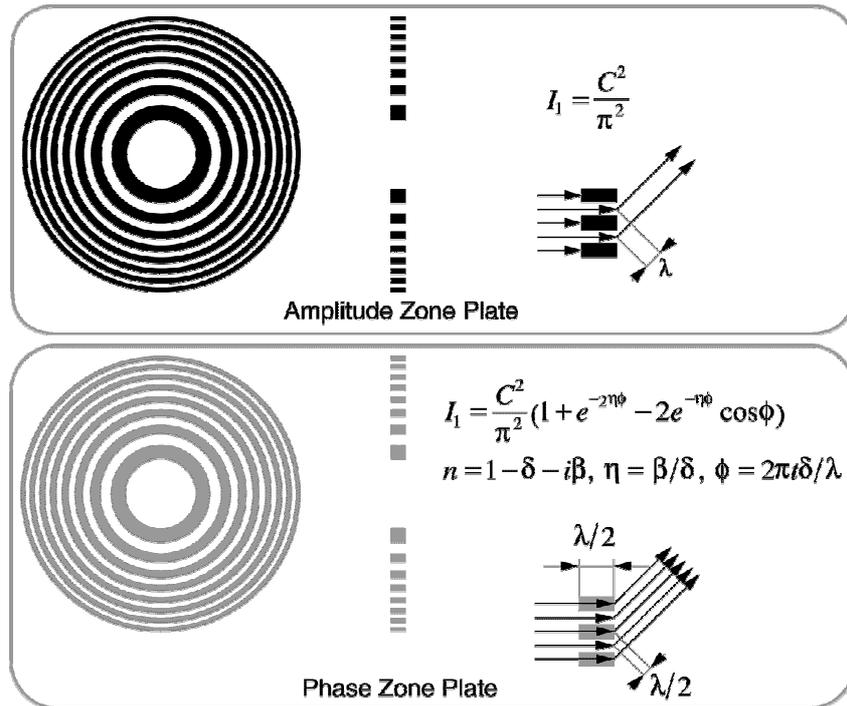


図3 . フレネルゾーンプレート（上）と位相ゾーンプレート（下）のレンズ作用の模式図 .

（左）正面図，（中）側面断面図，（右）回折における光路差の説明と回折効率の公式 .

などの重金属が用いられている。図3（中）からもわかるように FZP そのままでは形状を保てないので、極めて薄い膜（通常 SiN 膜，軟 X 線用：約 0.2 μm 厚，硬 X 線用：約 2 μm 厚）の上に作られる。得られる空間分解能は X 線の波長には依存せず，FZP の最も外側の輪帯の幅（最外輪帯幅）程度である。従って，より微細な構造の FZP を作れば，より高い空間分解能が得られることになる。現在，軟 X 線用で約 20 nm⁵⁾，硬 X 線用で 50 nm⁶⁾ の最外輪帯幅を持つものが製作されている。硬 X 線領域では X 線の吸収率が低いので，十分に作用する FZP を作るには X 線吸収体（タンタルや金）を厚くしなければならない。このため，硬 X 線用の FZP の最外輪帯幅は軟 X 線用よりも太くならざるを得なく，従って硬 X 線顕微鏡の分解能を軟 X 線顕微鏡と等しくするのが困難となる。

回折（集光）効率は，約 10% (100/π²) しか得られないので，残りの 90% は捨てざるを得ないのが FZP の欠点である。そこで，不透明部分を透明にして開口部との光路差が λ/2（位相差 φ が π）となるように厚さ t を調整することによって回折効率を上げるようにした位相ゾーンプレート（Phase Zone Plate; PZP）がある。この場合 4 倍の回折効率を得られる。しかし，実際には吸収が必ず伴うために X 線に対して π の位相差を与える厚さでほぼ透明となる材質は存在しなく，現実には半透明な条件になってしまう。PZP との違いを明確にするために FZP を振幅ゾーンプレート（Amplitude Zone Plate）と区別して呼ぶこともある。

2-3 . X 線顕微鏡の種類

X 線顕微鏡は図4に示すように結像型（左）と走査型（右）の二種類に分類される。いずれも放射光 X 線の利用が必須である。結像型顕微鏡は，2 枚の X 線レンズを用いて光学顕微鏡と同等の光学系を構成する。特徴としては，直接の拡大像が得られるので実時間観察（動的観察）が可能，ゼルニケの位相差顕微鏡が可能，等が挙げられる。走査型顕微鏡は，1 枚の X 線レンズで微小スポットを形成し，そのスポットに対して試料を機械的に 2 次元走査し，試料からの信号をコンピュータによって画像化するものである。特徴としては，取得情報がデジタルなので定量分析が容易である，試料からの様々な情報が一度に得られる，試料の被曝線量を最小限に抑えられる，等が挙げられる。