

先端技術領域

X線集光結像光学系を用いたマイクロビームと顕微鏡に関する研究

研究開発の目的

第三世代放射光光源によって高輝度 X 線マイクロビームが実現可能となってきたが、実際にこの光源の性能を引き出すための高精度集光結像光学素子はまだ開発途上である。本研究では、各種硬 X 線用集光結像光学系の開発を進め、顕微鏡への応用を目指す。特に20keV 以上、100keV 程度までの高エネルギー X 線の光学系を中心として開発を進める。空間分解能の目標値としては0.1 μm である。

1. 研究計画

本研究プロジェクトは2000年度からの3年計画であり、2000年度においては、(1)高アスペクト比のFZPの開発と高エネルギー領域での特性評価に関する研究、(2)固体媒質（ガラス、金属等）を用いた屈折レンズの基礎検討、(3) X 線位相子による偏光スイッチングマイクロビームの検討を行った。

これに続いて、2001年度には現在のBL47XUでの実験装置を中尺ビームラインであるBL20XUに移設し、高空間コヒーレンスでの実験を可能とするとともに、(1)位相子を用いた左右円偏光スイッチングマイクロビームのテスト実験、(2)非球面屈折レンズによるマイクロビームと結像顕微鏡の開発、(3)非球面全反射ミラーを用いたマイクロビーム形成を中心に研究を進めた。

以下、これらの結果について報告する。

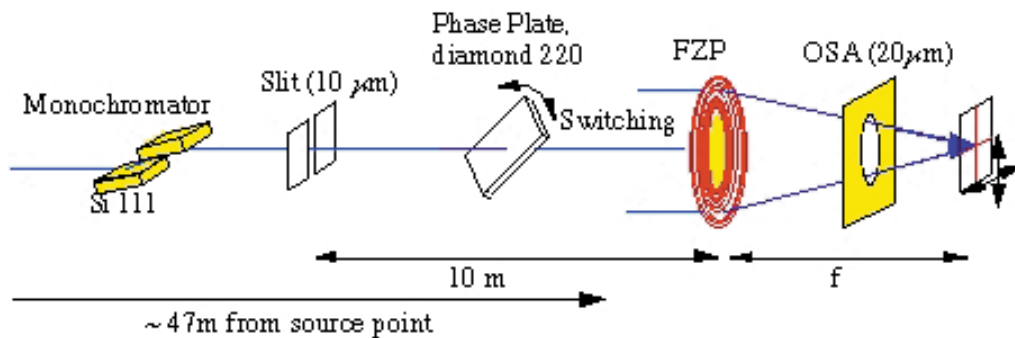
2. 位相子を用いた偏光スイッチングマイクロビームのテスト実験

X 線の円偏光を制御する方法としては円偏光アンジュレータやシンクロトロン放射の軌道面から外れた成分を用

いる方法もあるが、硬 X 線領域では石川らによって開発された完全結晶の動力学反射を利用した位相子を用いる方法^[1]が現在ではもっとも一般に使われている。この円偏光 X 線は磁気散乱や磁気円二色性（MCD）による磁性体の研究に幅広く利用されている。本研究ではこの位相子を用いて左右スイッチングする円偏光 X 線を生成し、この円偏光 X 線をフレネルゾーンプレートを集光光学素子としてマイクロビームに集束するテストを行った。この手法が実現されれば、MCD を利用した磁区構造のイメージングが可能になり、磁性材料研究の有力なツールになると期待出来る。

実験はBL47XUで行った。実験装置の構成を図1に示す。直線偏光アンジュレータからの X 線は二結晶分光器で単色化され、ダイヤモンド単結晶の位相子を透過した後、フレネルゾーンプレートにより集光される。本研究では鉄の K 吸収端での MCD 測定を試みるために X 線エネルギー 7.09-7.12keV の領域で実験した。位相子以外は基本的に今までのマイクロビーム実験^[2]と同じである。ダイヤモンド位相子は111面方位、厚さ0.47mmの単結晶を用い、ラウエ配置の220面反射を利用している。直線偏光の電場ベクトルに対して45度傾けて配置することにより、直線偏光から円偏光への変換を行い、円偏光のヘリシティのスイッチングは回折角を反射ピークの前後に ± 72 秒反転させることによって行っている。

ダイヤモンド位相子の有無による集光ビームプロファイルの比較測定を行った結果を図2に示す。フレネルゾーンプレートの最外線幅(0.25 μm)で決まる回折限界の集光ビームサイズが得られており、位相子を透過することによって影響を受けていないことが確認された。これは位相子を透



Circularly Polarized X-ray Microbeam
with Fresnel Zone Plate at BL47XU

Fig. 1 Schematic diagram of experimental setup . OSA : order selecting aperture , $f \sim 142\text{mm}$ at 7.1keV .

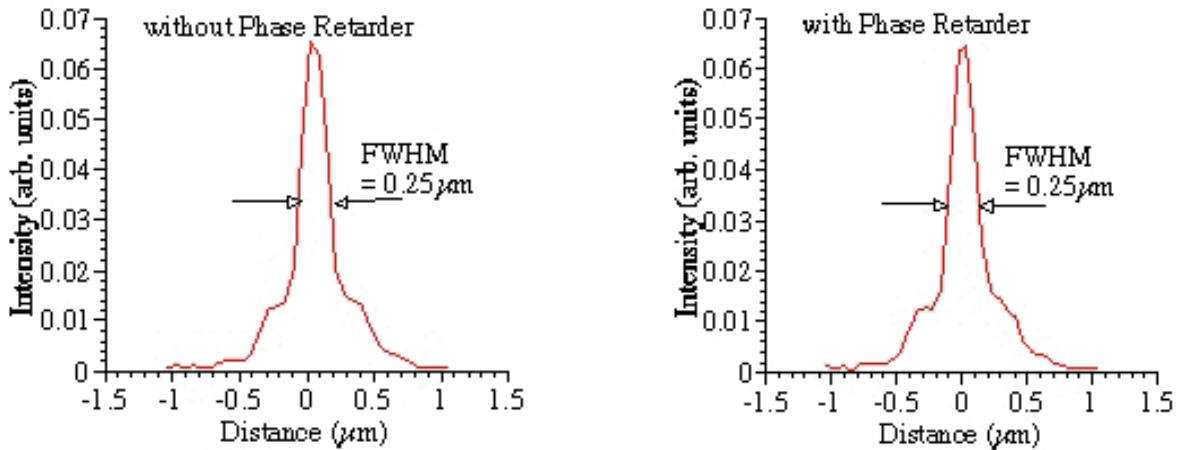


Fig 2 Focused beam profiles measured by edge scan . X-ray energy : 7.1keV

過した波面がほとんど乱れておらず、位相子により空間コヒーレンスが保存されていることを示している。

鉄 K 吸収端の MCD スペクトル測定を行った結果を図 3 に示す。MCD 測定では、位相子の角度をピエゾアクチュエータを用いて 40Hz でスイッチングし、イオンチェンバーからの X 線強度信号を位相子のスイッチングに同期したロックインアンプを通すことによって MCD 信号を抽出している。試料は厚さ 5 μm の鉄箔であり、永久磁石を用いた試料ホルダーで面に飽和磁化させており、X 線を試料表面に約 45 度の角度で入射させることによって面内磁化による MCD スペクトルを測定している。測定されたスペクトルには高次光の影響と思われるアーティファクトが重なっており、理想的なものでは無いが、磁場の反転により反対称の MCD スペクトルが得られており磁化方向測定には十分な精度と言える。

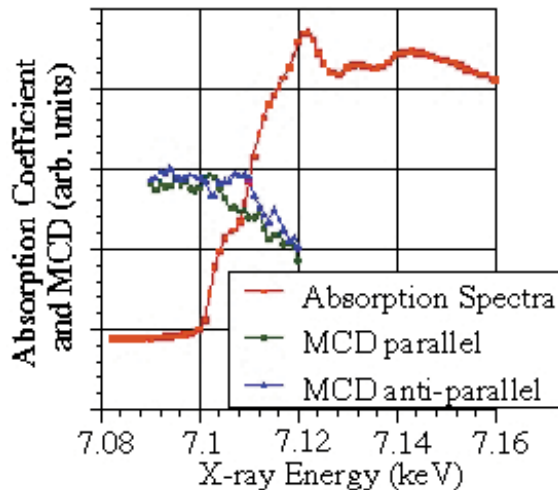


Fig 3 Fe K-absorption spectra and MCD measured with micro-focusing X-ray beam .

3. 非球面屈折レンズによるマイクロビームと結像イメージングの実験

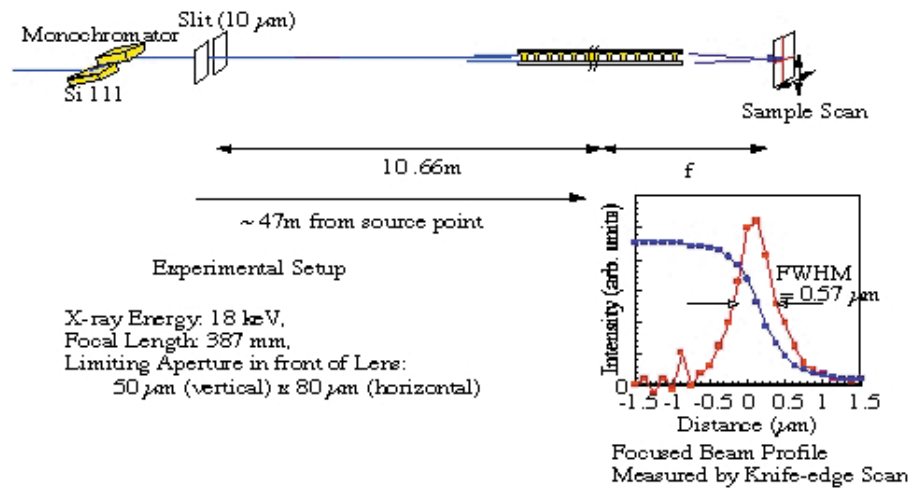
キャピラリーに封入したエポキシ樹脂中に泡を配列した屈折レンズ(キャピラリーレンズ) [3, 4] によるマイクロビーム実験と結像イメージングの実験を行った。

研究計画では固体媒質を用いた非球面レンズのテストを行い、結果を報告する予定であったが、非球面レンズの製作プロセスが未だ開発途中であり集光結像実験を行うに至らなかった。本報告ではこれと並行して行っているキャピラリーレンズを用いた実験について述べる。

このキャピラリーレンズは液体中の気泡の表面張力による自由表面で構成される球面レンズである。球面レンズであるために球面収差があるが、一般的に行われているように適当な開口制限を行い数値開口 (NA) による回折限界と球面収差のバランスを取ることによって、収差の影響を最小化することが出来る。本実験のレンズは、個々のレンズ半径 0.2mm, X 線エネルギー 18keV での焦点距離 0.5m である。これらの条件から薄レンズ近似で最適化条件を計算すると開口 85μm になる。このときの理論上の集光ビームサイズは約 0.5μm であり、サブミクロンの集光ビームサイズを得ることが可能である。

実際に、X 線エネルギー 18keV においてレンズ直前に 80μm の開口制限スリットを入れて集光実験を行った結果を図 4 に示す。集光ビームサイズとして 0.57μm が得られており、この屈折レンズの単体性能としては理論通りに分解能 0.5μm が達成されていることが確かめられた。

さらにこの屈折レンズを対物レンズとした結像 CT の予備実験を行った。図に実験装置の構成を示す。実験は BL47XU で行った。結晶分光器で単色化した X 線を試料に入射し、透過像を対物レンズで拡大しビームモニタ(蛍光板と顕微鏡レンズを組み合わせた可視光像への変換ユニット)と CCD カメラを組み合わせた X 線イメージ検出器で計測する。試料回転には軸ぶれ精度 0.1μm の空気軸受けを用いた精密回転ステージを用いている。実験は X 線



Generation of Microfocus beam with Refractive Lens at BL47XU

Fig 4 X-ray microbeam using refractive lens

エネルギー 18keV、X線光学系の倍率5倍の条件で、Pb-Sn系の共晶合金で相分離構造が数μm程度になる条件で成長させた試料をテストサンプルとして行った。

得られたCT像の一例を図6に示す。画像で白く見えるのがPb-richな部分である。このレンズでは球面収差があるために、良い分解能(サブミクロン)が得られる視野は100μm以下に限定されるが、高分解能三次元CTが可能であることが確かめられた。

ら、ゾーンプレートや屈折レンズは色収差があるために広範囲の波長可変性を持たない。これに対して全反射ミラーは色収差がほとんど問題にならない条件で使うことが出来



An Example of Measured CT Images

Magnification: x5
X-ray Energy: 18 keV
Sample: Pb-Sn Eutectic Alloy

Fig 6 Computer tomography experiment using X-ray imaging microscopy with refractive lens optics .

4. 全反射集光ミラーによるマイクロビーム生成

現在のX線顕微鏡の光学素子としては、軟X線ではフレネルゾーンプレートが主流であり、硬X線領域はほとんどすべてがゾーンプレートあるいは屈折レンズを光学素子としている。これはおそらく、高精度の光学素子の作成だけでなく調整の容易さも理由のひとつであろう。しかしなが

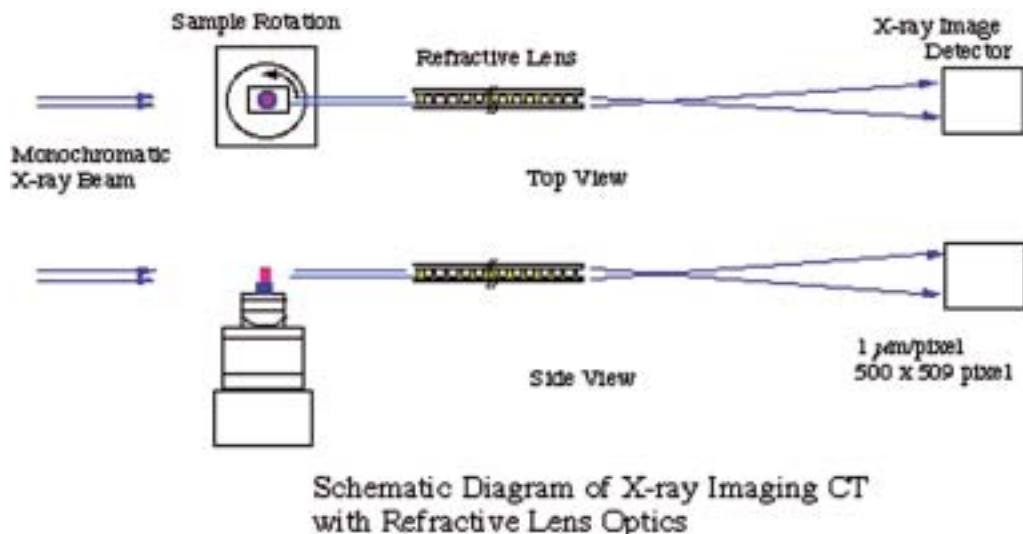


Fig 5 Schematic diagram of experimental setup for X-ray imaging CT .

る。そこでゾンプレートや屈折レンズと並行して、放物面 (あるいは楕円面) 全反射鏡を交差配置した非球面 Kirkpatrick-Baez 型光学系^[5,6]の開発を進めている。非球面ミラーの研磨はキャノンで行っており、現在ミラーの製作プロセスの検討を行っている段階であるが、その途中段階での試作ミラーのテストを行った結果報告する。

この実験結果はBL47XUで行ったものであり、実験装置の構成を図7に示す。垂直方向はアンジュレータ光源からビームを縮小結像し、水平方向は仮想光源であるスリット (幅 $10\mu\text{m}$, ミラーからの距離約 9 m) の像を縮小結像する光学系である。集光ビームプロファイル測定と走査型顕微鏡実験は X 線エネルギー 8 keV で行った。図8に示すように水平方向では半値幅 $0.16\mu\text{m}$ の集光ビームが得られている。このビームを用いて走査型顕微鏡のテスト実験をおこなった結果を図8に示すが、一次元方向だけではあるが $0.1\mu\text{m}$ のテストパターンが解像されている。現在、高精度に研磨されたミラーは短焦点側のものだけであり、また、本実験では照明光に関する十分な空間コヒーレンスが得られているのが水平方向に限られていることもあり、垂直方向の集光は水平方向に比較して悪い。実際の二次元集光ビームサイズは $0.16\mu\text{m} \times 0.7\mu\text{m}$ であり完全な二次元集光とは言えない。二次元集光の評価は来年度に行う予定である。

参考文献

- [1] K .Hirano ,K .Izumi ,T .Ishikawa ,S .Annaka and S . Kikuta ,Jpn J .Appl .Phys 30(1991)L407 .
- [2] Y .Suzuki ,A .Takeuchi ,H .Takano ,T .Ohigashi and H .Takenaka ,Jpn J .Appl .Phys 40(2001)1508 .
- [3] Y .Kohmura ,M .Awaji ,Y .Suzuki ,T .Ishikawa ,Yu . I .Dudchik ,N .N .Kolchevsky and F .F .Komarov , Rev .Sci .Instrum .70(1999)4161 .
- [4] Y .Kohmura ,K .Okada ,A .Takeuchi ,H .Takano ,Y . Suzuki ,T .Ishikawa ,T .Ohigashi ,H .Yokosuka ,Nucl . Instrum and Meth A467-468(2001)881 .
- [5] Yoshio Suzuki and Fumihiko Uchida ,Jpn J .Appl . Phys 30(1991)1127 .
- [6] Yoshio Suzuki and Fumihiko Uchida ,Rev .Sci . Instrum 63(1992)578 .

利用研究促進部門 鈴木 芳生

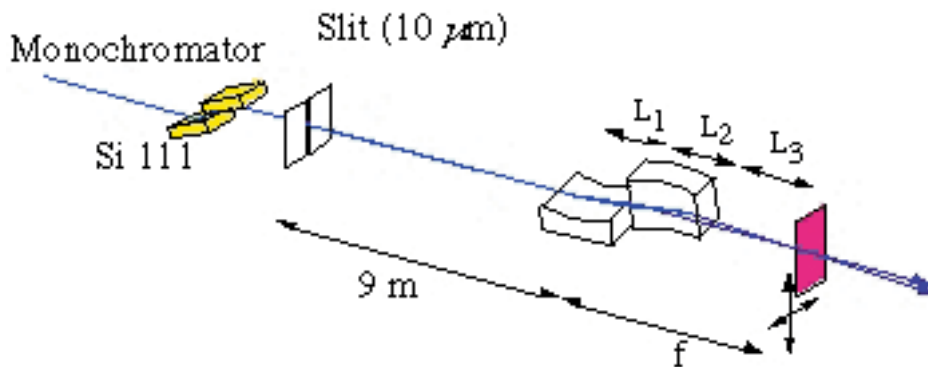


Fig. 7 Experimental Setup of X-ray Microbeam with Total-reflection Mirror Optics at BL47XU Kirkpatrick-Baez Optics (crossed mirror configuration) with Aspherical (Plane Parabola) Mirrors, L1: 50mm, L2: 50mm, L3: 25mm, f: 75mm.

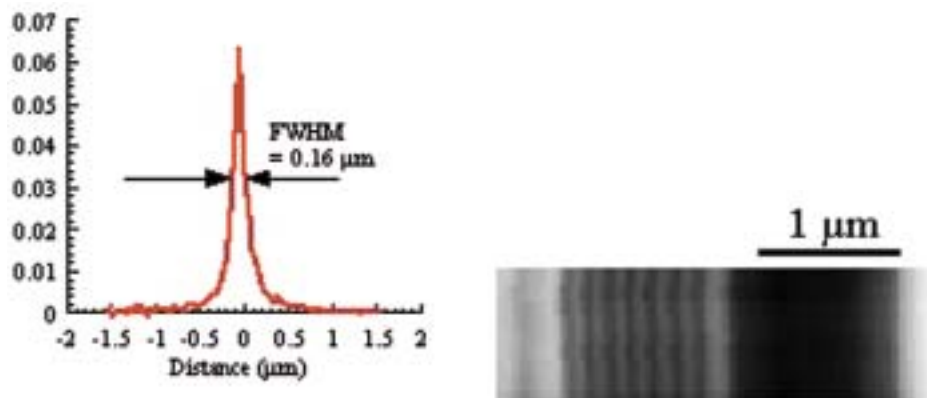


Fig. 8 Left : focused beam profile measured by knife-edge scan . Right : scanning microscopy image of resolution test patterns ($0.1\mu\text{m}$ line and $0.1\mu\text{m}$ pace) . X-ray energy : 8 keV .