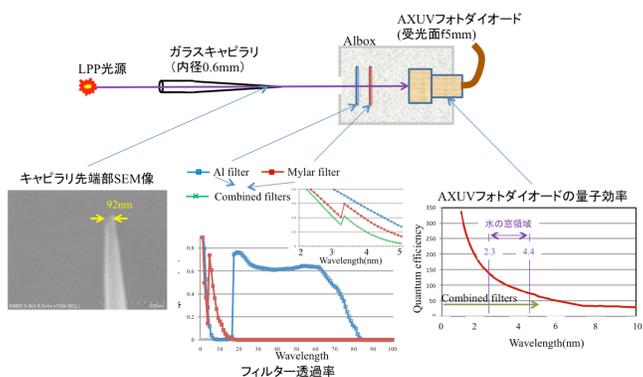


水の窓領域軟X線顕微鏡用 レーザ生成プラズマ光源の開発

2011/03/03
大阪大学大学院工学研究科
精密科学・応用物理学専攻
量子計測領域 2年
源五郎丸 裕

直接撮影用小型軟X線検出器の構造

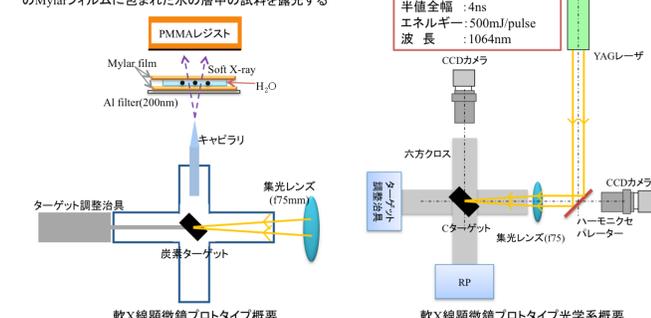


光源から放射される軟X線はガラスキャピラリ、Mylarフィルター、Alフィルターを通過し、AXUVフォトダイオードによって出力計測される

間接撮影法セットアップ

実験セットアップ

ガラスキャピラリ、アルミフィルターを透過した軟X線は、2枚のMylarフィルムに包まれた水の層中の試料を露光する



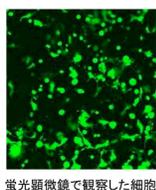
AXUVフォトダイオードの代わりにレジストを設置

研究背景-1

生物細胞等の顕微技術

光学顕微鏡

- ◆ 生きた試料をそのまま観察できる
- ◆ 染色やマーキングを行い、特定の細胞のコントラストを向上させることが可能
- ◆ 分解能200nm程度



蛍光顕微鏡で観察した細胞

電子顕微鏡

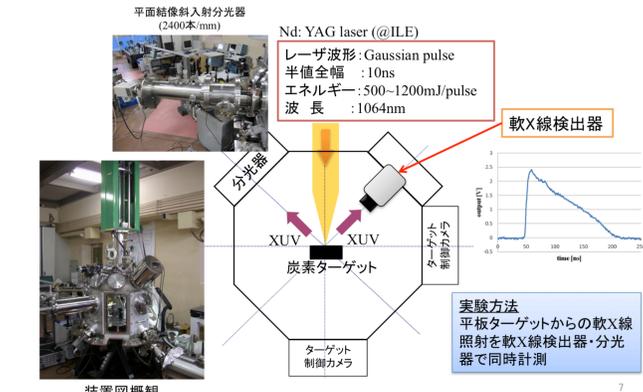
- ◆ 分解能1nm以下
- ◆ 真空中での試料保持
- ◆ 金属スパッタなどの前処理が必要

生きた試料を観察できない

生きた試料を高分解能で解像できる技術が求められている

炭素ターゲットLPP放射スペクトルの計測

平板ターゲットから放射される軟X線を分光器(2400本/mm)によってスペクトル計測

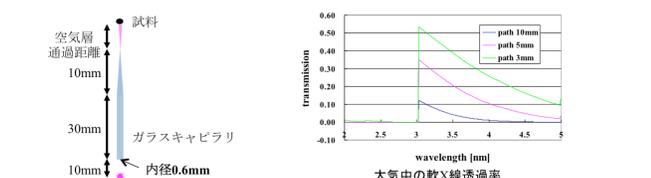


装置図概観

間接撮影法におけるレジスト露光条件の評価

大気中通過距離からの露光条件評価

大気中の軟X線通過距離から、レジストの感度閾値である 3.3×10^{11} photons/mmを達成する露光時間を計算する



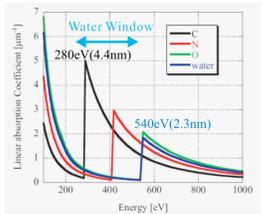
空気層	Photons	面積 mm ²	強度 photons/mm ²	露光時間 s (10Hz)
空気層 3mm	1.8×10^7	0.025	7.1×10^8	15
空気層 5mm	1.0×10^7	0.071	1.4×10^8	100
空気層 10mm	2.4×10^6	0.28	8.4×10^6	1000

露光時間短縮のため、距離3mm以下で露光を行うことが望ましい

研究背景-2

水の窓領域軟X線

炭素と酸素の吸収端の間、2.3~4.4nm(280~540eV)の波長領域



水による吸収が極めて少ない一方で、炭素による吸収が大きい

生体組織を脱水処理することなく生きたままの状態を観察可能

水の窓領域の軟X線顕微鏡開発の現状

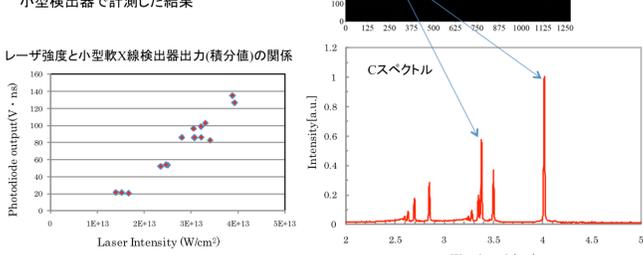
放射光施設を用いることにより空間分解能50nmの三次元像を取得。しかし、施設の利用は制限されている。

要求仕様

- デスクサイド設置可能なサイズ
- 水中にある細胞の軟X線を取得可能
- 軟X線を数時間で解析できる方法の開発

検出器出力と炭素LPPスペクトルの計測結果

炭素ターゲットLPPから放射された軟X線を小型検出器で計測した結果



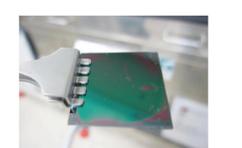
2.3nmから4.4nmの間に大きい発光スペクトルが見られた
2nm以下短波長側の軟X線出力はほぼ無いと考えられる

得られたスペクトル結果から全ての水の窓領域の光子数として換算できる

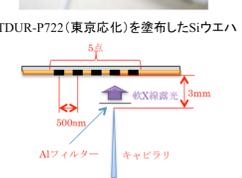
間接撮影法による露光確認実験

レジスト塗布

レジストを20mm角のサイズに切り出したシリコンウエハ上にスピコート(2000rpm, 60秒し、140°Cで90秒プレバークを行い、露光用試料とした。



キャピラリを通った軟X線に対してAlフィルターのみを透過させ、レジストへの軟X線照射を確認



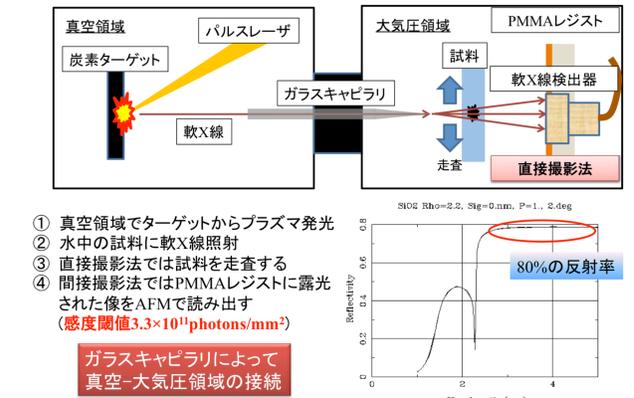
照射痕確認実験概要

パルスレーザーの連続照射を行うと、レーザー窓が破損してしまったため、照射痕の確認はできていない

今後、ビームエキスパンダーによりレーザー径を一度拡大し、レーザー窓への衝撃を減らすセットアップに変える必要がある。

研究目的

レーザ生成プラズマ(LPP)を用いた軟X線顕微鏡装置

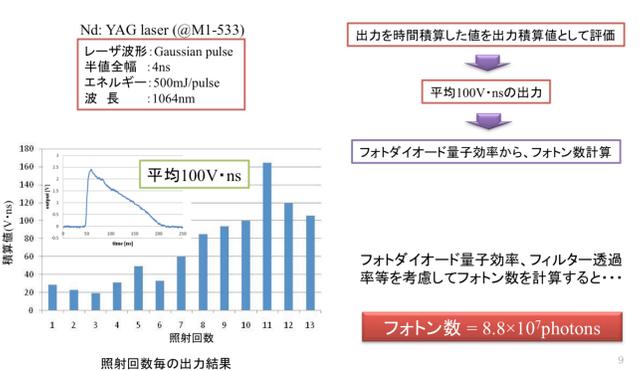


- ① 真空領域でターゲットからプラズマ発光
- ② 水中の試料に軟X線照射
- ③ 直接撮影法では試料を走査する
- ④ 間接撮影法ではPMMAレジストに露光された像をAFMで読み出す (感度閾値 3.3×10^{11} photons/mm²)

ガラスキャピラリによって真空-大気圧領域の接続

炭素LPPから放射される軟X線光子数

炭素ターゲットをレーザ励起させたプラズマからの軟X線を、小型軟X線検出器で計測した



出力を時間積算した値を出力積算値として評価

平均100V・nsの出力

フォトダイオード量子効率から、光子数計算

フォトダイオード量子効率、フィルター透過率等を考慮して光子数を計算すると...

光子数 = 8.8×10^7 photons

まとめ

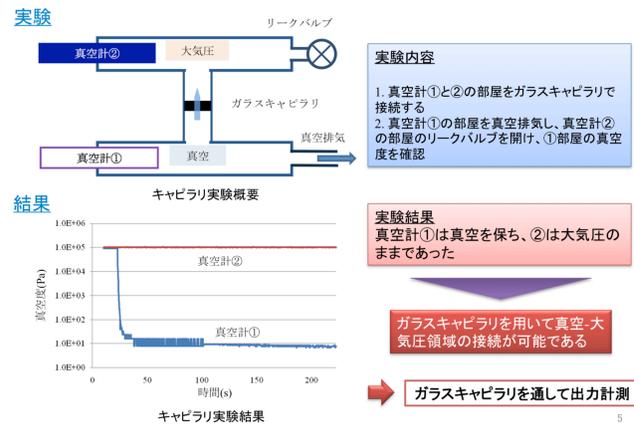
◆ 炭素ターゲットを用いたLPPから放射される軟X線出力は、レーザーエネルギーが500mJに対して 8.8×10^7 photonsであった。また、スペクトルデータを取得した結果、炭素の場合、発光波長が2.5~4.1nmの間にあり、水の窓領域軟X線顕微鏡用LPP光源として適当だと考えられる

◆ ガラスキャピラリを用いて、真空-大気圧領域の接続が可能であると確認できた

◆ 軟X線顕微鏡プロトタイプを作製し、試料を走査する直接撮影法でのセットアップで水の層400nm(空気層5mm)を透過した後、 1.3×10^6 photonsの出力が確認できた

◆ PMMAレジストを用いた間接撮影法において、空気層が3mmのとき、照射回数が150回以上必要であると見積もられた

キャピラリによる真空-大気圧領域の接続



実験内容

1. 真空計①と②の部屋をガラスキャピラリで接続する
2. 真空計①の部屋を真空排気し、真空計②の部屋のリークバルブを開け、①部屋の真空度を確認

実験結果

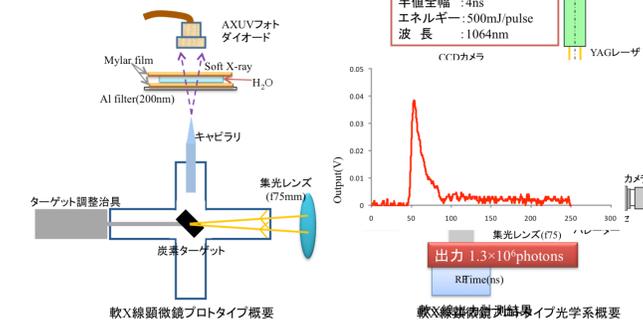
真空計①は真空を保ち、②は大気圧のままであった

ガラスキャピラリを用いて真空-大気圧領域の接続が可能である

ガラスキャピラリを通して出力計測

直接撮影法セットアップ

ガラスキャピラリ、アルミフィルターを透過した軟X線は、2枚のMylarフィルムに包まれた水の層中の試料を透過する



出力 1.3×10^6 photons

大気圧中5mm透過後の軟X線出力を計算すると、直接撮影法で得られたAXUVフォトダイオードによる試料の上での出力計測を行った実験結果とほぼ一致するので、炭素ターゲットからの軟X線照射が確認できたといえる