

# ■ The 10th International Conference on Synchrotron Radiation Instrumentation (SRI2009) サテライト会議報告

## 「X線ミラーの設計，作製，計測に関する国際ワークショップ (IWXM)」の報告

大橋治彦 (駒高輝度光科学研究センター)

“International Workshop on X-ray mirror design, fabrication, and metrology (IWXM)” (組織委員長：山内和人大阪大学教授) が2009年9月22～24日に大阪大学吹田キャンパスにおいて開催された。X線ミラーを対象に，その設計，作製及び計測を主題とする初めての会議である。

X線ミラーの技術開発はここ数年で劇的に進展している。2002年にようやく100 nmを下回った集光サイズは，最新の結果によるとついに10 nmの壁を超え7 nmを記録するまでに至っている。放射光施設を中心とした熾烈な競争により技術革新が加速されている。中でもSPring-8を拠点に大阪大学は世界的潮流を巻き起こしており，各国の関係者から大阪での会議開催を切望され，SRI09 (豪州メルボルン) を機にそのサテライトミーティングとして本会議が企画された。後で知ったことだがメルボルンと大阪は姉妹都市・姉妹港で，4年に一度，無寄港航海の二人乗りヨットレースが開催されているらしい。ツワモノならばヨットで行き交う距離 (約1万 km!) とはいえ，太平洋縦断の遠く離れた日本で，しかも特定の光学素子を対象を絞り込んだ初めての会議に，どれだけの参加者が集うだろうかと組織委員の一人として心配したのだが，講演申し込みサイトをオープンして間もなく杞憂に過ぎないことがわかった。計101名の出席者のうち，約半数の50名を海外 (米国16名，欧州25名，日本を除くアジア各国9名) から迎え，熱い議論が交わされた。2日間で27件の口頭講演と，38件のポスター講演を数えた。ミラーの作製と計測技術

に関する講演が約半数を占め，新たな光源や光学系の設計，利用に関する発表も行われた。

計測技術に関するセッションでは，X線ミラーの表面形状計測法として広く用いられてきたスロープ計測法の高精度化や標準化が数多く取り上げられた。BNLのP. Z TakacsとS. Qianらによって提案されたLong Trace Profiler (LTP) は，その後，多くの放射光施設に普及し，独自の工夫と改良を積み重ね進化を続けている。今回の会議では，BNL, ALS, APS, SOLEIL, ESRF, SSRF, SPring-8などからそれぞれのLTPに関して性能向上に関する詳細な報告があった。例えば，SOLEILのF. Polackらはステッチングにより高精度に装置エラーを補正するアルゴリズムを提案した。BESSY-IIのF. Siewertらはオートコリメータを基本としたNano-Optics-Measuring Machine (NOM) について本会議でその進展を報告した。XFEL用平面ミラーに求められる仕様を1m長に対して50nradRMSと定め，その計測がNOMで可能であることを示した。ほぼ同じ装置構成を，PTBのR. D. GeckelerらはExtended Shear Angle Difference (ESAD) 法と名付け，独国の標準計量研としての観点から，計測限界についてエラー要因を詳細に検討し，開発項目の指針を示した。

一方，ミラーの表面形状を干渉計を用いて高さ計測し，つなぎ合わせるMicrostitching interferometry (MSI) について，APS, ESRF, NSLS-II, Osaka Univ., SPring-8が報告した。ESRFのA. RommeveauxらはESRFのLTP



会場にて

及び MSI と、Osaka Univ./SPring-8 の MSI の計測結果を同一の非球面ミラーについて計測した結果を比べ、0.5 nm の特徴的な形状誤差について合致することを示した。

以上の計測手法は可視域のレーザーもしくは白色光源によるものだが、X 線を用いてその場で計測し波面補正を行う At-wavelength 法について、Trieste, DIAMOND, SOLEIL, Osaka Univ./SPring-8 から報告があった。ピエゾ素子を搭載した Adaptive Optics を光路に備え、その形状を SOLEIL の M. Idir らのグループは幾何光学的手法で、Osaka Univ./SPring-8 では位相回復法で制御している。K. Yamauchi からこの光学系によるサブ10 nm 集光の道筋が示された。

ミラー作製のセッションでは、ESRF から Ion beam figuring (IBF), APS, DIAMOND, ESRF, Osaka Univ. から Profile and differential coating, また Osaka Univ. から Elastic Emission Machining (EEM) など多彩な Deterministic finishing method が紹介された。IOM の T. Arnold らは、EUV リソグラフィ用のミラーの形状誤差を Figure error で 0.25 nm 未満、 $1 \text{ mm}^{-1}$  から  $1 \mu\text{m}^{-1}$  の中間周波数帯域 (MSFR) において 0.20 nm 未満、 $1 \mu\text{m}^{-1}$  から  $50 \mu\text{m}^{-1}$  の高周波数帯域 (HSFR) に対して 0.15 nm 未満とターゲットを明示し、Ion beams and Plasma jets による形状作り込みと平滑化が可能であることを示した。

新しい光源からの光学系への要請を、NSLS-II について Q. Shen が、SPring-8 / XFEL について T. Ishikawa が、それぞれプロジェクトの概要と進捗状況を詳細に紹介した。NSLS-II でのナノ集光は Multilayer Laue lens (MLL) で進め、サブ10 nm を狙う計画である。すでに、APS と協力して MLL の成膜装置を装備したラボの建設

が進められ、計測装置も次々と整備されている。また、レーザー発振したばかりの LCLS から R. Soufli と S. Boutet が駆け付け、ビームラインや光学系の整備状況を述べた。

LCLS でフルコヒーレントな X 線光源が実現し、日本では XFEL/SPring-8 の建設が着実に進んでいる。NSLS-II のような超低エミッタンスの新第三世代放射光源の登場を数年後に控えている。次世代の X 線光学素子の製造・計測技術は、光源から利用研究までを見通すことができる放射光施設の関係者が率先して牽引しなければならないことを再認識させる会議であった。

初日と2日目の夕食前に実施された大阪大学ウルトラクリーン実験施設ツアーでは説明者は質問攻めの大盛況であった。最終日には姫路城と SPring-8/XFEL を訪れ、建設真っ只中の XFEL や SPring-8 の実験ホールを熱心に見学した。3日間とも、毎朝8時前にホテルを出発して、昼食も夕食も共にし、21時すぎにようやく帰路に就くという部活動の強化合宿のようなハードスケジュールであったものの、大阪大学山内和人教授、三村秀和助教をはじめとする研究室の方々の関西風おもてなし精神が随所に溢れ、多くの出席者に会議の成功を祝福され無事に閉幕した。本会議のプロシーディングスが、Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A の特別号として発刊の予定である。なお、本会議の主催は大阪大学及び文部科学省グローバル COE 「高機能化原子制御製造プロセス教育研究拠点」、科学研究費補助金特別推進研究「硬 X 線 Sub-10 nm ビーム形成と顕微鏡システムの構築」で、共催は理研と JASRI であった。

## Developments in Coherent X-ray Methods

鈴木基寛 (勸高輝度光科学研究センター)

SRI2009のサテライト会議、“Developments in Coherent X-ray Methods”が、2009年10月2日～4日、メルボルン大学にて開催された。メルボルン大学は、メルボルン繁華街から少し郊外に位置し、SRIの本会議が行われたコンベンションセンターからは路面電車で20分ほどである。1853年創立の国内二番目の歴史を持つ大学であり、キャンパス内には英国風の風格ある校舎も残されている。会場となった講堂の二階には、由緒ある実験器具の数々がガラスショーケースに展示されていた。ガラス製の X 線管や真鍮筒に入った偏光素子など、なかには19世紀に作られた装置もあるのだが、びかびかに手入れされており、今でも立派に実験に使えるようであった。

SRI 最終日のプログラム終了から1時間あまり、本ワークショップは15時開始予定である。SRI の終了が延

びたこともあり、昼食と慣れない土地での移動には少々タイトなスケジュールだった。参加者は65名の事前申し込みがあったとのこと。飛び入り参加も受け付けていたので、初日の会場は80名程度の聴衆で盛況であった。日本からは、発表を行う西野吉則氏(理研)、高橋幸生氏(阪大)と筆者を含めて、6、7名が参加した。SRI 本会議での参加者は、ホスト国のオーストラリアに次いで日本人が二番目に多かったことを思うと、少し寂しく感じた。

3日間の会期中には、13件の口頭発表(8件の招待講演、3件の Short presentation, そして、ポスター発表から2件が選ばれ、Poster summary として発表が行われた)と、18件のポスター発表が行われた。口頭発表の持ち時間は45分であったが、ほとんどの講演者が時間を過ぎても話をつづけ、また座長もことさらにそれを制止しない。時間

を気にせずとことん議論しようという意気込みであろう。発表の途中でも活発に質問が飛び交い、研究室でのセミナーのようなフランクな雰囲気であった。ポスターセッションではソフトドリンクやビール、ワイン、軽食が振る舞われ、なごやかな雰囲気の中で議論が行われた。

講演はどれも非常に専門的な内容を含んでおり、X線のコヒーレンスを使った研究の最先端に触れたと実感できるものであった。SRI 本会議と本ワークショップの双方で同じ講演者が別のテーマについて話をした場合もある。筆者の率直な印象を（誤解を恐れずに）料理にたとえるならば、SRIでの講演は万人の口に合うアラカルト料理であるのに対して、本ワークショップでの講演は、巨匠シェフがそれぞれの持つ技量を追求した一品と言ってよい。全く客に媚びていないのである。それだけに、筆者にとっては難解な部分も多く、いささか消化不良の記述があることをお許しいただきたい。

それでは、招待講演について順にまとめていきたい。G. Williams (University of Melbourne) は、K. Nugent氏が本学で指揮する CXS (Coherence X-ray Science) グループの最近の研究を紹介した。とくに、彼らが開発した Fresnel coherent diffraction imaging について、部分的にコヒーレントな X 線を使った場合にも正しく像を得る方法について解説した。

C. Jacobsen (SUNY) からは、ALS で取り組んでいる、water window 領域でのコヒーレント回折イメージング (CDI) による細胞観察について発表があった。生体細胞のイメージングにおいては X 線損傷が問題になるが、CDI は走査型顕微鏡法等とくらべて少ない光子数（すなわち低ダメージ）で高い S/N 比の像を得られる手法だということである。彼らは、試料を液体窒素で凍結乾燥することで、同じ照射光子数に対してよりダメージが少なくなることを見いだした。1.8 nm の金ナノ粒子でラベルした酵母菌を、13 nm の分解能で観察した結果が示された。つづいて、PMMA 膜を用いて X 線照射による C=O ボンドの損傷の様子が室温と液体窒素温度で比較された。どちらの温度でも  $\sim 10^8$  Gray の照射で C=O ボンドが切れるものの、液体窒素では mass loss に至らず、室温で見られたような回折パターンの変化は起こらないことが示された。Cryo-ptychography も進行中とのことである。

H. Chapman (CFEL-DESY) は、“Ptychography” と “Fragmentation Holography” の 2 つの話題を準備してきたようだが、時間が足りず、Ptychography の理論を 45 分みっちりレクチャーした。

I. K. Robinson (University College London) の講演では、大きく歪んだ結晶の歪み場を再生する位相回復法について述べられた。ZnO ナノ結晶に電場を印加したときに生ずる歪みによるコヒーレント回折パターンを、シミュレーションとの比較によって解析していた。強歪み結晶の位相回復法については、A. Minkevich らの GaMnAs/

GaAs の研究を引用していた。発表の後半では、QR コードのような 2 次元ドットアレイ形状のパターンをもつ位相板を使った、波面変調イメージング法が紹介された。位相板のドットピッチは 1 ミクロンで、ドットの部分では  $\pi$  の位相差がつくように設計されている。試料の後方にこの位相板を置き、ドットピッチである 1 ミクロン単位で位相板を動かしながら回折像を複数枚取得し、それらから位相回復を行うとのことである。

I. Vartaniants (HASY Lab) は、FLASH からの FEL 光のコヒーレンス特性の評価と、同等の試料に対する多数のシングルショット CDI 測定から 3 次元像を再生する試みについて報告した。FLASH から得られる FEL 光はフルコヒーレント光ではなく、ヤングの二重スリット実験や、光源サイズ測定の結果からは、部分コヒーレント光と言えるとのことである。シングルショット CDI 測定については、彼らが “Navicula” と呼んでいる米粒状の試料の回折パターンが多数示された。約 10 fs のパルス光で測定されたものであり、回折像にはショット毎に強度のばらつきがある。一次光の波長 8 nm において、最も明るい像では 650 nm、暗い像では 1200 nm の空間分解能得られている。これらの値は、積算測定による 380 nm よりは悪いものの、3 次光を使うことで、波長 2.66 nm の Water window 領域において 260 nm の分解能が可能とのことである。将来的にはビームライン光学系の改善によってフラックスが向上し、50~100 nm 空間分解能でのワンショットイメージングが可能となるとのことである。

H. Quiney (University of Melbourne) の発表は、生体分子などの単分子イメージングにおいて所定の回折強度を得るための X 線照射量を見積もるには、実は原子の励起状態まで考慮する必要がある、という興味深い話であった。XFEL のように短時間に多くのフォトンが試料に照射されると、励起状態にある原子の数も増える。K 殻電子が励起されてホールができた原子では、散乱振幅が減少するという計算結果が示された。たとえば、生体分子の大部分を占める C に関しては、(1s)<sup>2</sup> の基底状態と比べて、(1s) + ホールの励起状態では、原子散乱因子の値が約半分になってしまう。そのため、像再生に必要な回折強度を得るための入射フラックスは 2 倍必要となり、より試料ダメージが深刻になるという結果であった。

日本からただ一人招待講演を行った、西野吉則（理研）の講演では、まず、SPring-8 での CDI を用いたヒト染色体単分子の CT イメージングが紹介された。これは、通常の顕微鏡観察と異なり、染色体を染色しない状態での初めての観察結果であることが強調された。つづいて、KB ミラーで集光したビームを用いた CDI イメージングについて述べられた。集光によって X 線フラックス密度が約 2 桁向上し、銀のナノキューブのイメージングにおいて 3 nm という非常に高い空間分解能が実現された。これは、高橋幸生（阪大）が中心となって行った仕事であり、高橋



氏本人もこのワークショップでポスター発表を行った。後半では、SCSS 試験機を用いた EUV-VUV 領域でのシングルショットホログラフィーイメージングの最新のデータが示された。光源のスペクトルをショット毎に評価する手法の開発や、フーリエ変換ホログラフィー実験において、大きな参照光源を用いても高い空間分解能を得られる HERALDO 法が開発が報告された。

I. McNulty (APS) は、軟 X 線のコヒーレント回折によって、磁気ドメインのイメージングを行う試みについて講演した。磁気イメージングに関しては、レンズレスホログラフィーによって成果が出ているが、ホログラフィーでは大きな試料の観察が難しく、左右円偏光を切り替えての二度の測定が必要、参照光源の大きさで空間分解能が制限される、などの課題がある。これらをクリアするべく、参照光源なしで直線偏光を用いたコヒーレント X 線による磁気イメージング法を開発を行っている。実験は APS において、Gd/Fe 多層膜試料を用いて Gd  $M_5$  吸収端で行われた。垂直磁気ドメインに起因した磁気回折パターンが共鳴条件下でのみ得られており、外部磁場の有無によるパターンの変化が示された。そのほか、 $\text{LaMnO}_3$  における軌道整列に起因するスペックルを Mn K 吸収端で観測したとのデータも示された。

2 日目の夕方には Discussion の時間が持たれ、Coherent X-ray Science における現時点での問題などが議論された。そのときに、Nugent 氏が議論の発端として示したいくつかの Questions を以下に紹介する。これらに対する参加者からの反応や議論は記さないが、コヒーレントイメージングの専門家がこの分野の将来をどう考えているかが垣間見られて興味深い。

Nugent 氏の質問

1. CDI is the method of the future.—And always will be.
2. XFELs will never do anything for structural biology.
3. XFELs and SR both have three coherent modes—so why bother?

#### 4. Is there life beyond the Born approximation?

蛇足であるが、筆者の理解の範囲内で質問の意図を補足したい。1. は、コヒーレント回折イメージング (CDI) の実用性に関する皮肉と受け取れる。CDI はスマートかつ高分解能が期待できる手法として日々改良されているわけだが、その実用性については、最先端の研究者ほど実は冷静に捉えているのではないか。2. は強烈だ。半分冗談、半分本気といったところか。XFEL による生体単分子の CDI は目玉のサイエンスとして期待されているが、照射ダメージの問題やそれによる空間分解能の制約をシビアに見ていることの現れだろうか。3. は、水平・垂直方向の空間コヒーレンス、および時間コヒーレンスの 3 つを指しているのだろうか。よく理解していないが、それらをまとめて取り扱う、もしくはそれらの相関を使った新たな手法のアイデアを求めているのではと推測する。4. は、ボルン近似が成り立たないような状況でもコヒーレント X 線イメージングが成立するかどうかに対する疑問であろう。すなわち、物質と X 線の相互作用が強く、多重散乱や非弾性散乱が無視できない場合にコヒーレント散乱パターンからの像回復が可能となるか、ということか。

最後に、今回の会議ではオーストラリア国内、あるいは外国からの若い研究者が多く出席していることが印象に残った。なかには、講演を聴いてアイデアを思いついたのか、ノートパソコンを取り出し即座にシミュレーションを始める学生もいた。海外でのこの分野の層の厚さを感じてはもらえなかった。一方で国内に目を向けると、今回日本人の参加者が少なかったこともあり、少し心配になった。XFEL の建設は順調であり、2 年後に稼働を開始する。ハードウェアは準備万端だ。しかし、XFEL を使って、コヒーレント X 線を使った計測やイメージングを推進する人材という点では十分だろうか。この分野を盛り上げていくためにも、若い研究者や学生が興味を持って取り組める環境を作ることが大切だと感じた。

本稿を準備するにあたり、西野氏と高橋氏から有益なコメントをいただきました。ここに感謝申し上げます。