

(様式第4号)

## 軟 X 線顕微鏡の開発に向けたレジストの評価 Evaluation of Resists for Soft X-ray Microscopy

鷲尾方一、五輪智子、高橋朋宏

Masakazu Washio, Tomoko Gowa, Tomohiro Takahashi

早稲田大学理工学研究所  
RISE, Waseda University

### 1. 概要

早稲田大学のフォトカソード RF 電子銃システムを用いて生成される逆コンプトン散乱軟 X 線のエネルギーは、生体観測に有効な「水の窓」領域(250eV~500eV)を含み、軟 X 線顕微鏡の開発が期待されている。現在、フォトレジストを用いた高分解能軟 X 線イメージングを検討している。本実験では佐賀県立九州シンクロトン光研究センター (SAGA-LS) の軟 X 線ビームライン BL12 において、候補である Deep-UV 用フォトレジスト TDUR-P722 の水の窓領域 X 線への感度特性を評価した。

A compact soft X-ray source via inverse Compton scattering using a photocathode RF-gun system has been developed at Waseda University. The energies of the generated X-rays are within “Water Window” region (250~500eV), which can be applied to biological observation such as a soft X-ray microscopy. We are developing high resolution soft X-ray imaging system with photo resists. Using the soft X-ray beam line BL12 of SAGA-LS, we have evaluated the photo sensitivity of a deep-UV photo resist TDUR-P722 in the Water Window region.

### 2. 背景と研究目的：

早稲田大学では、フォトカソード RF 電子銃を用いた応用実験として、逆コンプトン散乱を用いたコンパクトな軟 X 線源の開発を行っている<sup>[1, 2]</sup>。生成される軟 X 線のエネルギーは「水の窓」と呼ばれるエネルギー領域 (250~500eV) を含んでおり、その領域では水の X 線吸収率が生体の構成要素である炭素や窒素などの吸収率に比べて極めて小さい (図 1)。そのため、脱水の必要がなく、生体細胞の観察が可能な軟 X 線生体顕微鏡への応用が期待されている。エネルギー可変性、準単色性、短パルス性といった逆コンプトン散乱の特徴も、生物学的な利用には有効である。

現在、我々は、軟 X 線生体顕微鏡の開発に向けて高分解能軟 X 線イメージングの研究を行っている。測定機器の性能によらずナノオーダーの測定を可能にするため、フォトレジストを利用したイメージングを検討しており、本実験の目的は SAGA-LS の軟 X 線利用材料分析ビームライン BL12 を用いて水の窓領域に対するレジスト感度を評価することである。

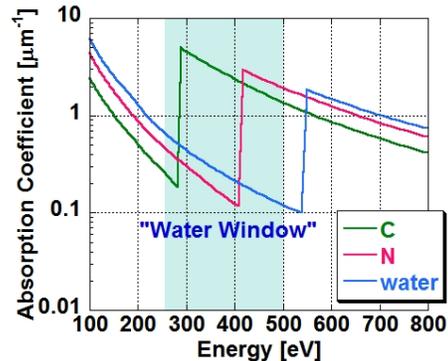


図1. 水の窓領域軟X線

### 3. 実験内容：

試料には、候補として検討している東京応化製のDeep-UV用化学増幅型フォトレジスト、TDUR-P722を用いた。レジストを12mm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℃で90秒プレバークを行い、露光用試料とした。

BL12の試料ホルダーに、試料とNiメッシュを

マウントし、水の窓領域である250eV, 400eVに分光したX線を照射した。照射フルエンスは、ビームラインでモニターしている金メッシュからの光電流量をもとに換算した。

露光後、NMD-3(東京応化)で室温にて65秒溶解現像し、超純粋でリンスした後、100°Cで60秒ポストバークを行った。

早稲田大学にてAFM(SII SPM-3000)で表面観察を行った。AFMによってレジストが現像された深さを計測することで、レジストの感度を評価した。

#### 4. 結果、および、考察：

TDUR-P722 の 400eV における感度曲線を図2に示す。約  $3.3E+11$  photons/mm<sup>2</sup> (2.1mJ/cm<sup>2</sup>) に感度の閾値が存在することが分かる。

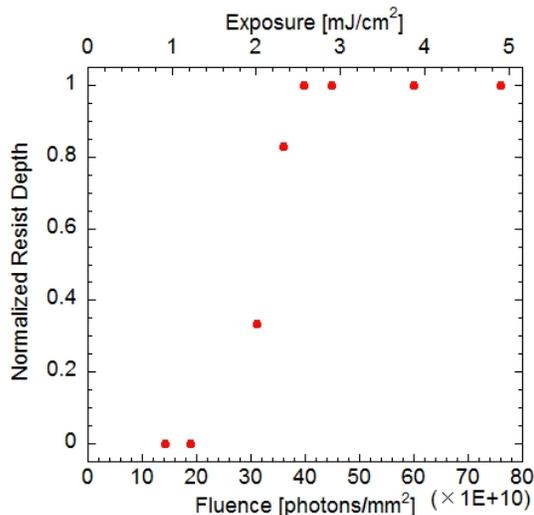


図2 400eV における TDUR-P722 の感度曲線

一方、250eV に対しての感度は約  $3E+12$  photons/mm<sup>2</sup> (12mJ/cm<sup>2</sup>) となり、400eV よりも悪いことが分かった。

400eV と 250eV における感度の違いは、レジストの X 線吸収率によるものだと考えられ、水の窓領域はレジストの主要構成元素である炭素の K 殻吸収端を含むため、特に大きな感度差が現れたものと考えられる。

#### 5. 今後の課題：

本実験で、レジスト感度が照射エネルギーによって異なることが分かった。今回取れなかった 250eV における詳細な感度評価や他のエネルギーにおける感度評価など、追試・再試を今後行う必要がある。

また、軟 X 線顕微鏡にフォトレジストを用い

た撮像システムを採用する場合、試料への放射線ダメージを抑えるために、フォトレジストには高い感度が求められる。高感度化に向けた研究にも今後取り組んでいく予定である。

#### 6. 論文発表状況・特許状況

本実験結果を含む研究について、26th International Conference of Photopolymer Science and Technology(千葉大、2009/6/30~7/3)にて発表予定。

#### 7. 参考文献

[1] “Compact soft x-ray source using Thomson scattering”  
S. Kashiwagi, R. Kuroda, T. Oshima, F. Nagasawa, T. Kobuki, D. Ueyama, Y.Hama, M. Washio, K.Ushida, H. Hayano, J. Urakawa,  
Journal of Applied Physics, Vol.98, No.12, 15 Dec. 2005, pp123302 1-6

[2] “Recent Progress of a Soft X-ray Generation System Based on Inverse Compton Scattering at Waseda University”  
Kazuyuki Sakae, Tomoko Gowa, Hitoshi Hayano, Yoshio Kamiya, Shigeru Kashiwagi, Ryunosuke Kuroda, Akihiko Masuda, Ryo Moriyama, Junji Urakawa, Kiminori Ushida, Xijie Wang and Masakazu Washio  
Radiation Physics and Chemistry, Volume 77, Issues 10-12, October-December 2008, Pages 1136-1141

#### 8. キーワード

・軟 X 線生体顕微鏡

「水の窓」と呼ばれるエネルギー領域 (250~500eV) に含まれる軟 X 線領域では水の X 線吸収率が生体の構成要素である炭素や窒素などの吸収率に比べて極めて小さい。その軟 X 線を用いれば、脱水の必要なくリアルタイムで生きた細胞の観察が可能な顕微鏡が開発できると期待されている。

・フォトカソード RF 電子銃

レーザーをカソードに入射し、光電効果で発生した電子を、高周波 (RF) 電界で加速して電子ビームを得る。低エミッタンス、短バンチ、高エネルギーの高品質電子ビームを得られることが特徴である。

