

(様式第4号)

軟 X 線顕微鏡の開発に向けたレジスト感度のエネルギー依存性評価
Sensitivity Measurement of Photo-Resists for Soft X-ray Microscopy

篠原邦夫、五輪智子、高橋朋宏

Kunio Shinohara, 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ロン光研究センター (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 及び電子線レジスト ZEP520A の水の窓領域 X 線への感度特性を評価した。(参考課題番号：081273N)

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 and an EB resist ZEP520A in the Water Window region. (Reference: 081273N)

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^[1, 2]。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調査し、その照射エネルギー依存性について評価することである。

なお、感度特性の再現性の確認は、軟 X 線顕微鏡の開発にとって非常に重要な意味を持つために、本実験は引き続き追試・再試を行っていく予定である。

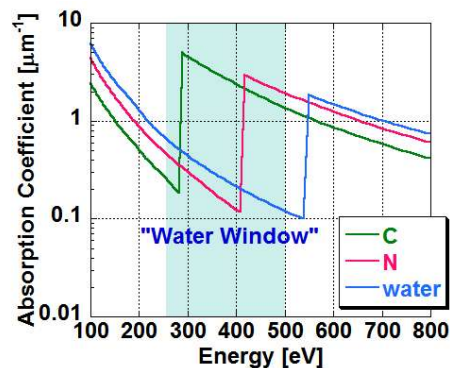


図1. 水の窓領域軟 X 線

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 (東京応化) と、電子線レジスト ZEP520A (日本ゼオン) を用いた。TDUR-P722

についてはレジストを12mm角のサイズに切り出したシリコンウエハ上にスピンコート(2000rpm, 60秒)し、140 で90秒プレベークを行い、露光用試料とした。ZEP520Aは同様にスピンコート(4000rpm, 60秒)し、180 で3分プレベークしたものを試料とした。

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と参照用として1keVに分光したX線を照射した。照射フルエンスは、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、TDUR-P722は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 で60秒ポストベークを行った。ZEP520Aの現像処理は、早稲田大学に持ち帰ったのち、ZED-N50(日本ゼオン)で1分間行った。現像後の試料は早稲田大学にて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の感度曲線を図2、図3に示す。250eVに対する感光閾値は約 $3.9E+12/mm^2$ ($16mJ/cm^2$)、1keVに対しては約 $5E+11/mm^2$ ($8mJ/cm^2$)となった。なお、400eVに対する感光閾値は前回の実験結果より、約 $3.3E+11photons/mm^2$ ($2.1mJ/cm^2$)であることが分かっている。(課題番号：081273N)

以上の結果より、軟X線領域でレジストの感度が大きく変化することが分かり、この変化は、レジストのX線吸収率によるものだと考えられる。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、今後さらなる考察を行っていきたい。

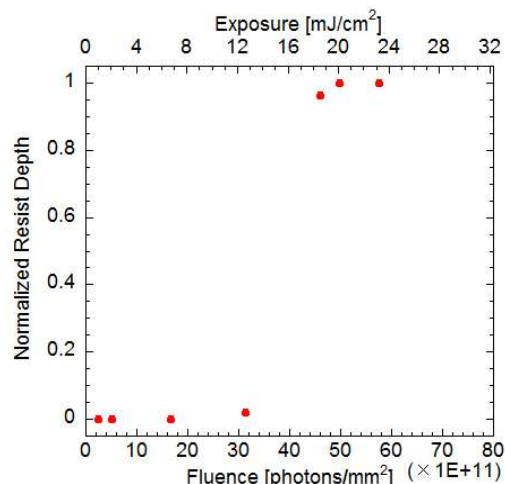


図2 250eVにおけるTDUR-P722の感度曲線

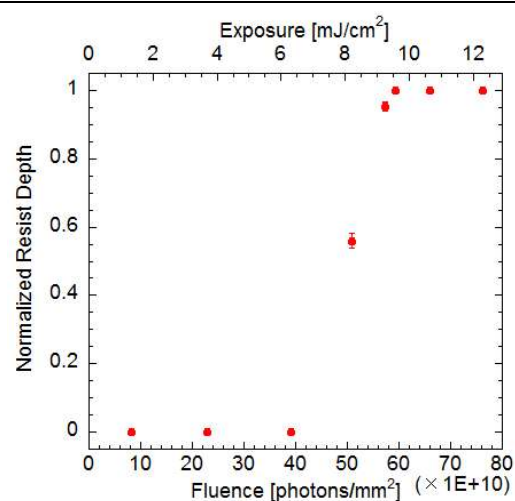


図3 1keVにおけるTDUR-P722の感度曲線

一方、ZEP520Aに対する感度調査は、今回の実験ではやりきれなかったため、次回のビームタイムで評価を行いたいと考えている。

5. 今後の課題：

今回の実験で、感度特性が照射エネルギーによって大きく左右されることが分かった。感度特性のエネルギー依存性を評価は、顕微鏡へと応用した際に必要な露光量を評価する非常に重要な実験となるため、引き続き感度特性のエネルギー依存性とその再現性について正確な評価を行いたい。

また、今回評価できなかったZEP520Aや、他のレジストについても今後評価を行い、最適なレジストを選定したいと考えている。

6. 論文発表状況・特許状況

Tomoko Gowa et al., "Development of a Compact X-ray Source and Super-sensitization of Photo Resists for Soft X-ray Imaging", Journal of Photopolymer Science and Technology (accepted)

7. 参考文献

[1] S. Kashiwagi, et al., J. Applied Physics, Vol.98, No.12, 15 Dec. 2005, pp123302 1-6

[2] Kazuyuki Sakaue, et al., Radiation Physics and Chemistry, Volume 77, Issues 10-12, October-December 2008, Pages 1136-1141

8. キーワード

・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、短パンチ、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。

